CH 694 453 A5

(19) SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
EIDGENÖSSISCHES INSTITUT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(11) CH 694 453 A5

(51) Int. Cl.[7]: B 05 B 001/30
B 05 B 017/00

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) PATENTSCHRIFT A5

(21) Gesuchsnummer: 01571/98

(22) Anmeldungsdatum: 24.07.1998

(24) Patent erteilt: 31.01.2005

(45) Patentschrift veröffentlicht: 31.01.2005

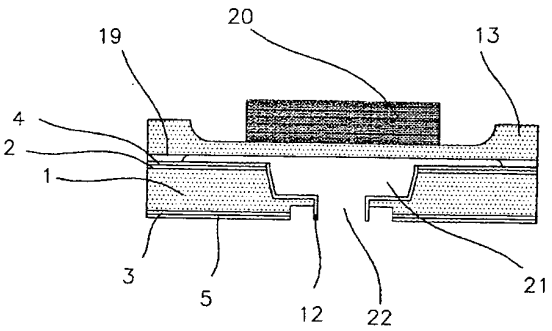
(73) Inhaber:
GenSpec SA, rue des Prés 57a
2017 Boudry (CH)

(72) Erfinder:
Dr. Philippe Luginbühl
Institut de Microtechnologie, rue Jaquet Droz 1
2000 Neuchâtel (CH)
Dr. Pierre-François Indermühle
Institut de Microtechnique, rue Jaquet Droz 1
2000 Neuchâtel (CH)
Dr. Damian Twerenbold
c/o GenSpec SA, case postale 120
2017 Boudry (CH)

(74) Vertreter:
Ammann Patentanwälte AG Bern
Schwarztorstrasse 31
3001 Bern (CH)

(54) Mikromechanisch hergestellte Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen.

(57) Die mikromechanisch hergestellte Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen umfasst eine Siliziumstruktur (1), welche eine durchgehende Öffnung (22) aufweist. Die Seitenwände dieser durchgehenden Öffnung sind mit einer Siliziumoxidschicht beschichtet, wobei ein Teil dieser Siliziumoxidschicht zu einer freistehenden Struktur (12) geformt ist. Dadurch ist eine geometrisch genau definierte Düsenöffnung gebildet.



Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine mikromechanisch hergestellte Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen, wie es im Oberbegriff des Patentanspruches 1 definiert ist. Die Erfindung betrifft weiter ein Verfahren gemäss Oberbegriff des Patentanspruchs 8.

In vielen Geräten und Anwendungen müssen Flüssigkeiten in geringer und kontrollierter Menge abgegeben werden. Geeignet zu diesem Zweck ist die Abgabe der Flüssigkeit in Tröpfchenform. Dazu benötigt man ein geeignetes Flüssigkeitsreservoir, einen geeigneten Mechanismus zum Transport der Flüssigkeit und einen geeigneten Mechanismus zur Erzeugung eines Tropfens.

Es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Düse zur Erzeugung von reproduzierbaren Tröpfchen, insbesondere kleinen Tropfen mit Durchmesser bis zu 1 Mikrometer, sowie ein Verfahren zur Herstellung einer solchen Düse zu entwickeln.

Diese Aufgabe wird durch eine Düse gemäss Patentanspruch 1 bzw. ein Verfahren gemäss Patentanspruch 8 gelöst. Der entscheidende Vorteil der vorliegenden Erfindung liegt in der Verwendung mikromechanischer Fabrikationsmethoden, welche die Herstellung mechanischer Strukturen mit submikrometer-genauer Präzision erlaubt. Zudem werden mit geeigneter Wahl von Beschichtungstechnologien die Oberflächen derart behandelt, dass die Flüssigkeiten von der Oberfläche abgestossen oder angezogen werden. Die vorliegende Erfindung erlaubt die Erzeugung von reproduzierbaren einzelnen Tropfen von bis zu einem Mikrometer Durchmesser in einem Ausführungsbeispiel. In einem weiteren Ausführungsbeispiel erlaubt die Erfindung die Erzeugung eines Nebels von mehreren gleich grossen kleinen Tropfen von bis zu einem Mikrometer Durchmesser. In einem weiteren Ausführungsbeispiel lässt sich die Düsenöffnung auf einen Durchmesser von 1 Mikrometer verkleinern durch nachträgliche Deposition von Siliziumoxid auf der Düsenstruktur.

Einzelheiten und weitere Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der folgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen.

Die Figuren zeigen:

Fig. 1 den prinzipiellen Aufbau der mikromechanisch hergestellten Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen,

Fig. 2 die prinzipiellen Verfahrensschritte zur Herstellung der Düsenöffnung der mikromechanisch hergestellten Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen,

Fig. 3 die prinzipiellen Verfahrensschritte zur Herstellung der Rückwand der mikromechanisch hergestellten Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen,

Fig. 4 den prinzipiellen Aufbau der Beschichtungen zur Kontrolle der Flüssigkeitsbenetzung der mikromechanisch hergestellten Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen,

Fig. 5 den prinzipiellen Aufbau eines Gerätes mit einem Array von mehreren mikromechanisch hergestellten Düsen mit gemeinsamem Flüssigkeitsreservoir zur Erzeugung eines Nebels von reproduzierbarer Tröpfchen,

Fig. 6 den prinzipiellen Aufbau einer durch Siliziumoxid-Beschichtung verkleinerten Düsenöffnung.

Anhand von Fig. 1 wird zunächst der prinzipielle Aufbau gezeigt. Der Flüssigkeitsbehälter wird eingegrenzt durch eine Siliziumstruktur 1 und eine Pyrexstruktur 13. Die Siliziumstruktur ist ein Siliziumwafer 1 bestehend aus einer Siliziumoxidschicht (SiCb) 2 und 3 und einer Silizium-Nitrid-Schicht (Si_3N4) 4 und 5 mit einer Düse aus Siliziumoxid (SiO_2) 12, welche eine Düsenöffnung 22 eines Flüssigkeitsbehälters 21 bildet. Die Flüssigkeit wird durch einen in der Pyrexstruktur geätzten Kanal 19 in den Flüssigkeitsbehälter geführt. Eine Scheibe 2 0 aus piezoelektrischem Material erzeugt einen Druck auf die im Flüssigkeitsbehälter 21 befindliche Flüssigkeit, welche die Düse 22 in Form eines Tropfens verlässt. Durch die freistehende Struktur der Wand der Düsenöffnung 12 wird die Benetzung der äusseren Oberfläche der Düse verhindert und dadurch die Bildung eines geometrisch genau definierten Tropfens ermöglicht.

Anhand von Fig. 2 werden die prinzipiellen Verfahrensschritte zur Herstellung der Düsenöffnung gezeigt.

Fig. 2A zeigt einen Siliziumwafer 1 mit einer bei ca. 800 Grad Celsius thermisch gewachsenen Siliziumoxidschicht (SiO_2) 2 und 3 von je ungefähr 0.1 µm Schichtdicke.

Fig. 2B zeigt die durch eine «Low Pressure Chemical Vapor Deposition» (LPCVD) beidseitig aufgebrachte Silizium-Nitrid-Schicht ($SisN_4$) 4 und 5 von je ungefähr 0.3 µm Schichtdicke.

Fig. 2C zeigt die Öffnung 6 in der Silizium-Nitrid-Schicht 5, welche durch «Reactive Ion Etching» (RIE) mit Siliziumoxid als Ätzstop erzeugt wird, und die Öffnung 6 in der Siliziumoxid-Schicht 3, welche durch «Buffered Hydrofluoricacid» (BHF) mit Silizium als Ätzstop erzeugt wird. Dabei wird der nicht zu öffnende Teil durch einen Photoresist auf der Schicht 5 abgedeckt.

Fig. 2D zeigt die Vertiefung 7, welche in Silizium durch anisotropes Ätzen mit «Kalium Hydroxid» (KOH) erzeugt wird. Die Tiefe der Vertiefung 7 wird durch die Ätzzeit bestimmt.

Fig. 2E zeigt die Öffnung 8 in der Silizium-Nitrid-Schicht 4, welche durch «Reactive Ion Etching» (RIE) mit Siliziumoxid als Ätzstop erzeugt wird, und die Öffnung 8 in der Siliziumoxid-Schicht 2, welche durch «Buffered Hydrofluoricacid» (BHF) mit Silizium als Ätzstop erzeugt wird. Dabei wird der nicht zu öffnende Teil der Silizium-Nitrid-Schicht durch einen Photoresist auf der Schicht 4 abgedeckt.

Fig. 2F zeigt die Öffnung 9, welche durch das «Advanced Deep Reactive Ion Etching» (ADRIE) Verfahren erzeugt wird. Dieses Verfahren erlaubt durch geeignete Wahl der Gase und deren Mischverhältnisse ein Plasmaätzen mit sehr hoher geometrischer Anisotropie von besser als 1:30, welches in Silizium Vertiefungen von der Grössenordnung von 100 µm mit nahezu senkrechten Wänden ermöglicht. Dabei wird der nicht zu öffnende Teil des Siliziums durch einen Photoresist der Schicht 4 abgedeckt.

Fig. 2G zeigt die in der Vertiefung bei ca. 800 Grad Celsius thermisch gewachsenen Siliziumoxid-

schicht (SiO_2) 10 von ungefähr 1 µm Schichtdicke, welche auf dem Silizium wächst, aber nicht auf dem Silizium-Nitrid.

Fig. 2H zeigt die Öffnung 11, welche durch das «Differential Reactive Ion Etching» (DRIE) entsteht, wobei das Silizium stärker als das Siliziumoxid geätzt wird. Dabei wird der nicht zu öffnende Teil des Siliziums durch einen Photoresist der Schicht 4 abgedeckt.

Anhand von Fig. 3 werden die prinzipiellen Verfahrensschritte zur Herstellung der Pyrexstruktur gezeigt.

Fig. 3A zeigt die auf einer Pyrexscheibe 13 durch die «Low Pressure Chemical Vapor Deposition» (LP-CVD) beidseitig aufgebrachte Polysiliziumschicht 14 und 15 von je 0.5 µm Schichtdicke.

Fig. 3B zeigt die in der Polysiliziumschicht 14 eingebrachte Öffnung 16, welche durch das «Reactive Ion Etching» (RIE) erzeugt wird, wobei das Pyrex als Ätzstop wird. Dabei wird der nicht zu öffnende Teil des Siliziums durch einen Photoresist der Schicht 14 abgedeckt.

Fig. 3C zeigt die in der Pyrexscheibe eingebrachte Vertiefung 17, welche durch das «Hydro Fluoric Acid» (HF) Nassätzverfahren erzeugt wird, wobei der Ätzstop durch die Ätzzeit bestimmt wird.

Fig. 3D zeigt die in der Polysiliziumschicht 15 eingebrachte Öffnung 18, welche durch das «Reactive Ion Etching» (RIE) erzeugt wird, wobei das Pyrex als Ätzstop wird. Dabei wird der nicht zu öffnende Teil des Siliziums durch einen Photoresist der Schicht 14 abgedeckt.

Fig. 3E zeigt die in der Pyrexscheibe eingebrachten Kanäle 19, welche durch das «Hydro Fluoric Acid» (HF) Nassätzverfahren erzeugt werden, wobei der Ätzstop durch die Ätzzeit bestimmt wird.

Fig. 3F zeigt die Pyrexstruktur, nachdem die Polysiliziumschichten 14 und 15 durch Ätzen mit «Kalium Hydroxid» (KOH) entfernt werden.

Anhand von Fig. 4 wird ein Ausführungsbeispiel gezeigt, bei dem die Oberfläche der Siliziumstruktur beschichtet wird, um die Eigenschaften der Flüssigkeitsbenetzung der Düse zu beeinflussen. Die Schicht 23 ist flüssigkeitsanziehend (hydrophil im Fall von Wasser), und die Schicht 24 ist flüssigkeitsabstossend (hydrophob im Fall von Wasser). Diese Beschichtung wird dazu führen, dass reproduzierbare Tropfen gebildet werden.

Anhand von Fig. 5 wird der prinzipielle Aufbau eines Arrays von Düsen mit gemeinsamem Flüssigkeitsbehälter zur Erzeugung eines Nebels reproduzierbarer Tropfen gezeigt. Die individuellen Düsenöffnungen 22 werden durch die Siliziumoxidstruktur 12 gebildet, welche gemäss dem Verfahren von Fig. 2 hergestellt werden. Die Anzahl, Grösse und Abstand der Düsen wird durch die Photolithographiestruktur bestimmt. Durch die freistehende Struktur der Wand der Düsenöffnung 22 wird die Benetzung der äusseren Oberfläche der Düse verhindert und die Tropfen der verschiedenen individuellen Düsenöffnungen verbinden sich nicht zu einem gemeinsamen grossen Tropfen. Dadurch kann ein Nebel aus einer Vielzahl kleiner, genau definierter Tropfen erzeugt werden.

Anhand von Fig. 6 wird ein Ausführungsbeispiel gezeigt, bei dem der Durchmesser der Düsenöffnung 22 auf die Grössenordnung von einem µm verringert wird durch Aufbringen einer Schicht 25 von Siliziumoxid (SiO_2) mit dem «Chemical Vapor Deposition» (CVD) Verfahren.

Aus dem oben Erwähnten wird ersichtlich, dass die mikromechanisch hergestellte Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen in dieser Erfindung verschiedene Vorteile aufweist: sie erlaubt die reproduzierbare Erzeugung von einem Tropfen bis zu einem Mikrometer Durchmesser. Die Kombination mehrerer Düsen gekoppelt an ein gemeinsames Flüssigkeitsreservoir erzeugt einen Nebel gleichförmiger Tröpfchen mit einem Durchmesser bis zu einem Mikrometer. Die Erfindung erlaubt auch die kontrollierte Erzeugung einer Flüssigkeitsoberfläche von einigen Mikrometern Durchmesser.

Patentansprüche

1. Mikromechanisch hergestellte Düse zur Erzeugung reproduzierbarer Tröpfchen, welche eine Siliziumstruktur mit Schichten aus Siliziumoxid (SiO_2) und aus Silizium-Nitrid (Si_3N_4) umfasst, wobei die Siliziumstruktur eine mit Nass-Ätzverfahren und Trocken-Ätzverfahren erzeugte durchgehende Öffnung aufweist, dadurch gekennzeichnet, dass die Silizium-Seitenwände dieser durchgehenden Öffnung mit einer durch thermische Oxidation erzeugten zweiten Siliziumoxidschicht beschichtet sind und dass ein Teil dieser zweiten Siliziumoxidschicht durch ein nachträgliches differentielles Plasma-Ionen-Trocken-Ätzverfahren zu einer freistehenden Struktur geformt ist und dadurch eine geometrisch genau definierte Düsenöffnung bildet.

2. Düse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Durchmesser der Düse durch eine dritte Siliziumoxidschicht verkleinert ist, welche auf der durch thermische Oxidation erzeugten zweiten Siliziumoxidschicht durch CVD-Beschichtungsverfahren erzeugt ist.

Düse nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass auf der durch CVD-Beschichtungsverfahren erzeugten dritten Siliziumoxidschicht eine Polysiliziumoxidschicht durch CVD-Beschichtungsverfahren erzeugt ist.

4. Düse nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Siliziumschichten mit einer Kombination von flüssigkeitsabstossenden und flüssigkeitsanziehenden Schichten beschichtet sind.

5. Düse nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass diese flüssigkeitsabstossenden und flüssigkeitsanziehenden Schichten aus synthetischen Polymeren bestehen.

6. Düse nach einem der Ansprüche 4 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass diese flüssigkeitsabstossenden und flüssigkeitsanziehenden Schichten mit biologisch aktiven Substanzen beschichtet sind.

7. Düsenarrayvorrichtung, dadurch gekennzeichnet, dass mehrere Düsen nach einem der Ansprüche 1 bis 6 zu einem Array von Düsen mit einem gemeinsamem Flüssigkeitsreservoir zusammengefasst sind.

8. Verfahren zur mikromechanischen Herstellung einer Düse nach einem der Ansprüche 1 bis 6, gekennzeichnet durch folgende Schritte:

a) Ätzen mindestens einer durchgehenden Öffnung in einer Siliziumoxidstruktur mittels Nass- und Trocken-Ätzverfahren;
b) Beschichten der Innenwand der Öffnung mit einer Siliziumoxidschicht durch thermische Oxidation; und
c) Erzeugen mindestens einer freistehenden Struktur aus einem Teil der Siliziumoxidschicht durch ein differentielles Plasma-Ionen-Trocken-Ätzverfahren, sodass mindestens eine Düsenöffnung gebildet wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass zur Verringerung des Durchmessers der Düsenöffnung eine weitere Siliziumoxidschicht mittels CVD-Verfahrens aufgebracht wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Siliziumoxidstruktur weiter mit einer flüssigkeitsanziehenden und einer flüssigkeitsabstossenden Schicht versehen wird.

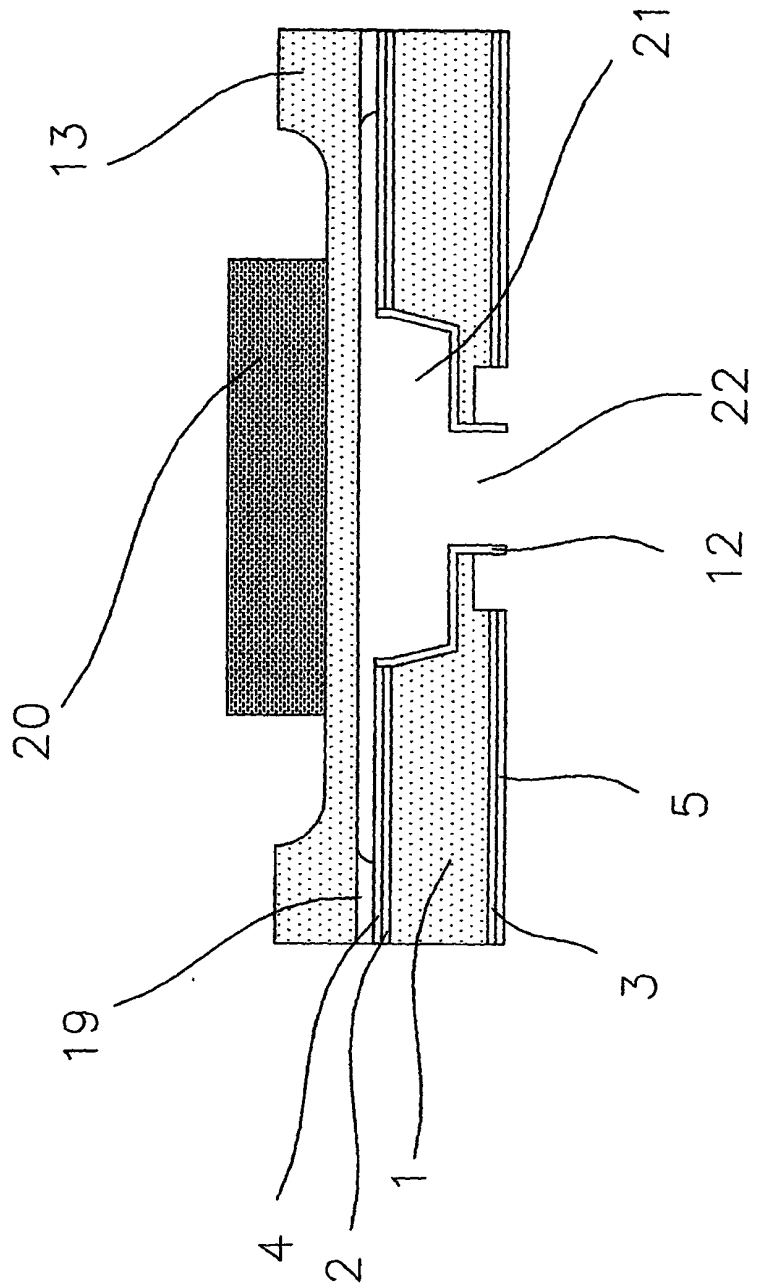


FIG.1

FIG.2A

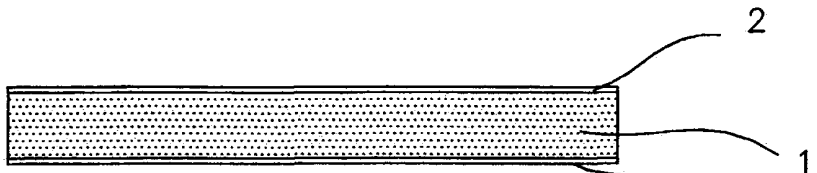


FIG.2B

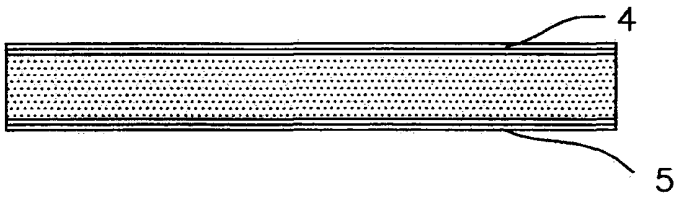


FIG.2C

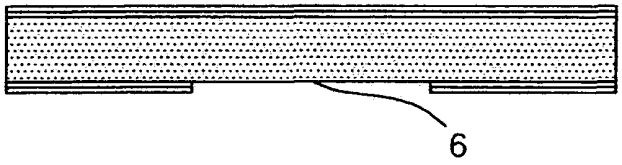


FIG.2D

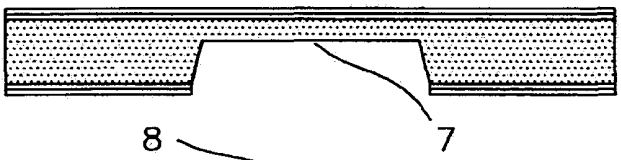


FIG.2E

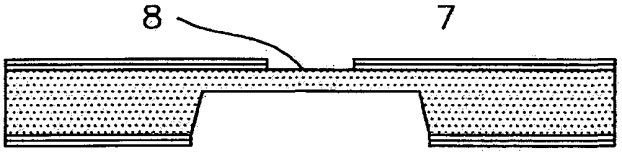


FIG.2F

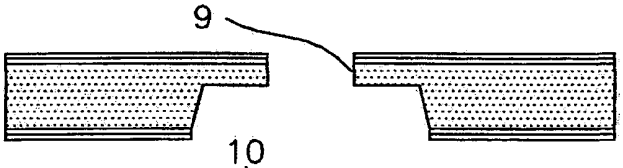


FIG.2G

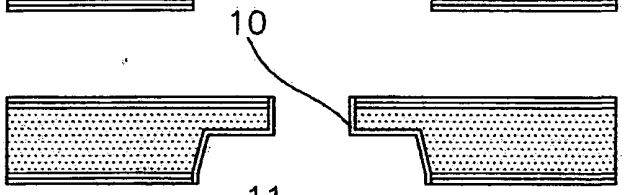


FIG.2H

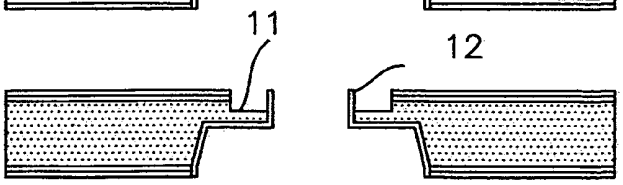


FIG.3A

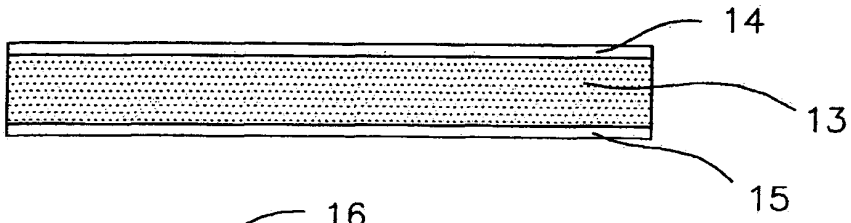


FIG.3B

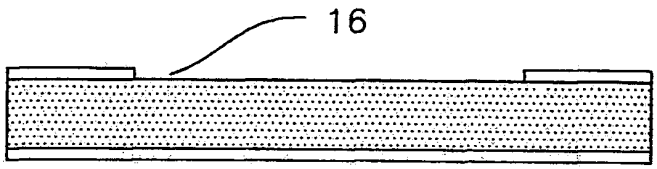


FIG.3C

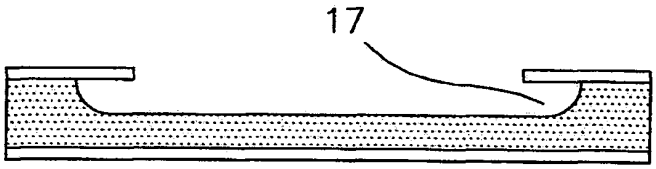


FIG.3D

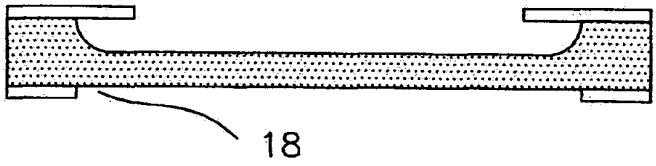


FIG.3E

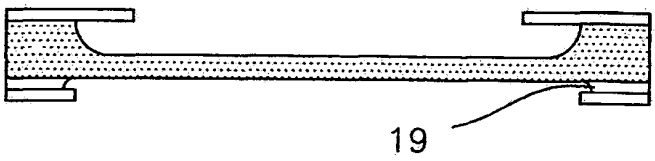
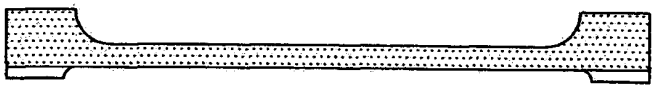


FIG.3F



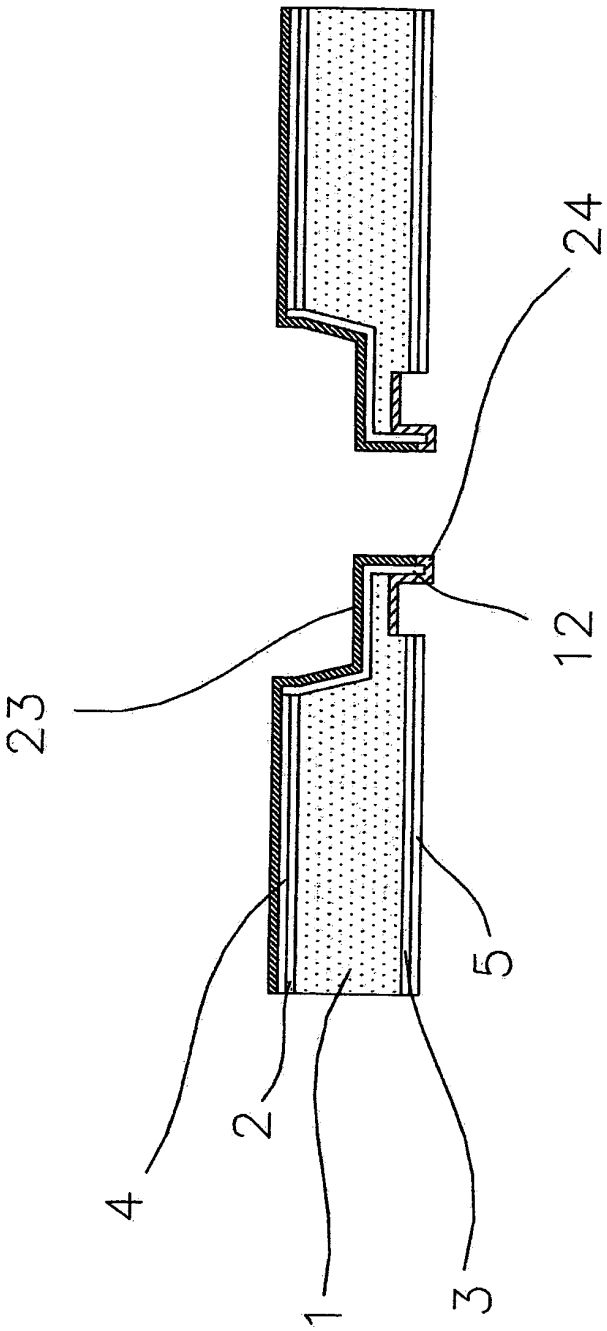


FIG.4

FIG.5A

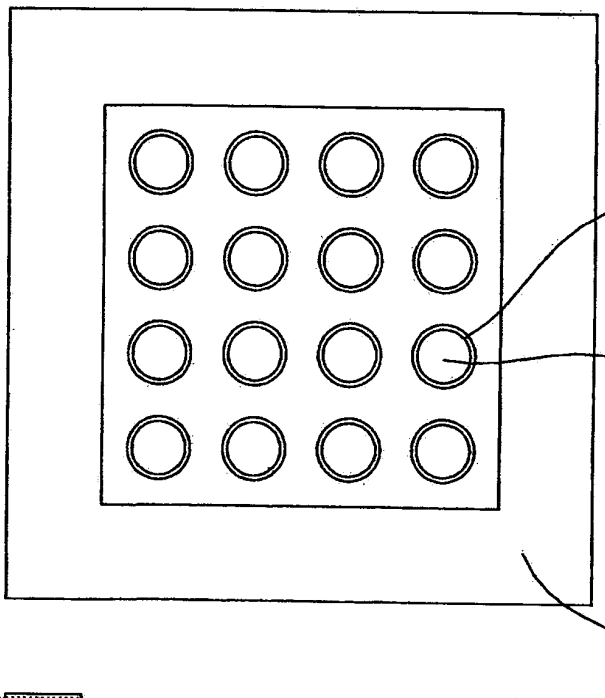
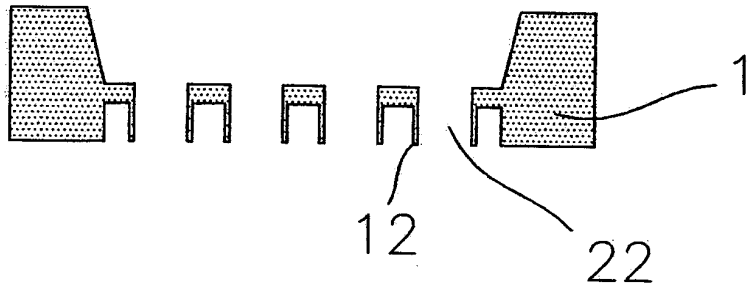


FIG.5B



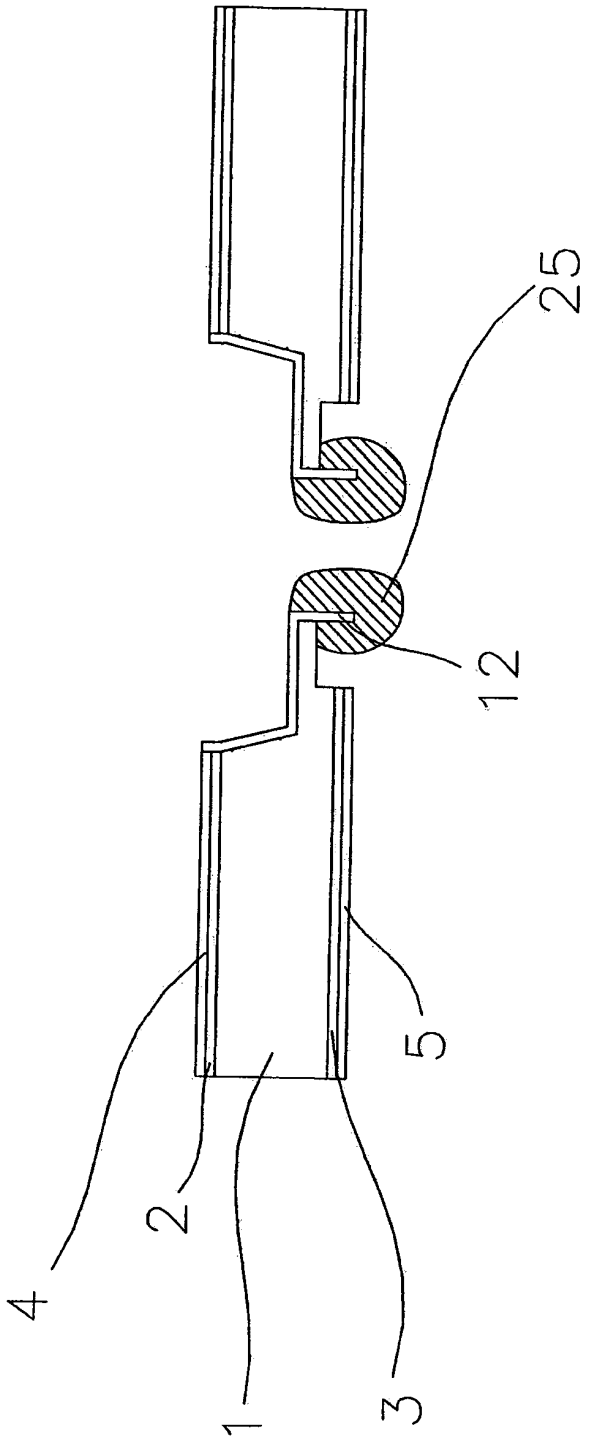


FIG.6