

①9 **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 43 18 407 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**G 01 N 27/414**  
H 01 L 21/308  
H 01 L 21/58  
H 01 L 21/60

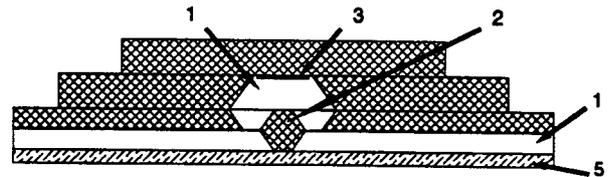
⑳1 Aktenzeichen: P 43 18 407.3  
⑳2 Anmeldetag: 3. 6. 93  
⑳3 Offenlegungstag: 8. 12. 94

- ⑦1 Anmelder:  
Forschungszentrum Rossendorf eV, 01474  
Rossendorf, DE
- ⑦2 Erfinder:  
Howitz, Steffen, Dr., 0-8019 Dresden, DE; Pham,  
Minh Tan, Dr., 0-8051 Dresden, DE; Fiehn, Hendrik,  
0-8060 Dresden, DE
- ⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:
- |    |              |
|----|--------------|
| DE | 39 37 996 A1 |
| DE | 38 04 810 A1 |
| US | 51 38 251    |
| EP | 03 28 281 A2 |
| EP | 02 15 546 A2 |
- GUVENC, M.G.: V-GROOVE CAPILLARY FOR LOW  
FLOW CONTROL AND MEASUREMENT. In: Elsevier  
Science Publishers B.V., Amsterdam, 1 985, S.215-223;  
N.N. Bonden von Silizium und Glas. In: produc-  
tronic 5, 1991, S.439;

HEUBERGER, Anton: Mikromechanik. Springer-  
Verlag, 1989, S.382-386;  
N.N.: Transient liquid phase bonding process. In:  
IBM Technical Disclosure Bulletin, Vol.32, No.4A,  
Sept.1989, S.273;  
N.N.: Composite solders. In: IBM Technical  
Disclosure Bulletin, Vol.29, No.4, Sept.1986, S.1573;  
SALLER, R.: Präzise geklebt und schnell gehär- tet.  
In: Feinwerktechnik & Meßtechnik 99, 1991,  
S.473- 475;  
HABEN ICHT, Gerd: Fügen von oberflächenmontier-  
baren Bauteilen. In: Technische Rundschau 45/87,  
S.34-36,38;  
GOOSEY, Martin T.: Plastics for Electronics.  
Elsevier Appl. Sci. Publishers Ltd., 1985,  
S.71-75,94-96;  
RUYTERS, M.: Gleicht Spannungen aus. In: Pronic,  
H.10, Okt.1992, S.38,41-43;

⑤4 Mikrokapillare mit integrierten chemischen Mikrosensoren und Verfahren zu ihrer Herstellung

- ⑦2 Die Erfindung betrifft mikrotechnisch hergestellte Kapillar-  
systeme für die Integration mehrerer chemischer Mikro-  
sensoren auf der Basis von ISFETs.  
Mit der Erfindung wird die Mikrokapillare (1) so konfiguriert,  
daß die in die Mikrokapillare integrierten chemischen Mikro-  
sensoren, d. h. deren empfindliche Membrangebiete (3) von  
dem zu analysierenden Meßfluid zwangsumspült und damit  
zwangsbenetzt werden. Diese Zwangsumspülung wird kon-  
struktiv durch Einführung sogenannter Kanalstopper (2)  
realisiert, welche die Entstehung von Totvolumina minimie-  
ren.  
Die erfindungsgemäße Mikrokapillare mit integrierten che-  
mischen Mikrosensoren bietet dabei den Vorteil, daß unter  
Verwendung der Kanalstopper das Meßfluid auf optimale  
Weise zum Auftreffen auf das sensitive Gebiet des Sensors  
geführt wird, wodurch ein verbessertes Ansprechen im  
dynamischen Betrieb erreicht wird.  
Zum Aufbau der Mikrokapillare wird eine anisotrope Silici-  
um-Strukturierungstechnologie angewendet, die je nach  
Anwendungsfall die geometrisch ideale Gestaltung der Ka-  
pillare und des Kanalstoppers im Bereich der chemisch  
sensitiven Membran zur optimalen Strömungsführung ge-  
stattet.  
Durch Nutzung des Reflowlötens mit niedrig schmelzendem  
Lot bzw. der Verwendung kaltaushärtender Klebstoffe bei  
der Montage der Mikrosensoren wird eine schonende Mon-  
tage unter Vermeidung hoher Temperatur- oder Spannungs-  
belastungen gewährleistet und ein flexibles Auswechseln  
von Ausfallsensoren ermöglicht.



**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

## Beschreibung

Bisher sind zwei mikrotechnisch hergestellte Kapillarsysteme für die Integration mehrerer chemischer Mikrosensoren auf der Basis von ISFETs bekannt geworden.

Die von H.H. Vlekkert, e.L in [Multi-Ion Sensing System Based on Glassencapsulated ph-ISFETs and a Pseudo-REFET; Sensors and Actuators; B1 (1990)pp. 395–400] vorgestellte Multi-Ionen-Meßzelle besteht aus einer gläsernen Mikrokapillare. Diese wurde durch Stapeln zweier Glassubstrate aufgebaut, wovon eines einen kleinen Graben - die spätere Mikrokapillare besitzt und das zweite Löcher senkrecht auf die o.g. Kapillare beinhaltet, die den Zugang der Meßlösung an die empfindlichen Membrangebiete von aufgesetzten Mikrosensoren sichern sollen. Das Aufsetzen der ISFET-Mikrosensoren auf das gelochte Glassubstrat erfolgt mittels anodischen Bondens. Auf diese Weise entstehen Sacklochverbindungen zwischen der Mikrokapillare und den empfindlichen Membrangebieten der ISFETs. Die Länge jedes der Sacklöcher beträgt 200 µm. Diese Verfahrensweise beinhaltet drei sehr wesentliche Probleme. Der erste Problem resultiert aus der Art der Fluidankopplung über die Sacklöcher. Soll der integrierte chemische Mikrosensor einen Konzentrationsprung des in der Mikrokapillare strömenden Meßfluides erfassen, bedarf es zunächst einer Diffusionszeit für den Austausch des Fluides im Sackloch, dieser Vorgang benötigt Zeit und verzögert die Ansprechgeschwindigkeit und das Auflösungsvermögen der Meßanordnung. Ein zweites Problem erhebt sich daraus, daß alle in der Mikrokapillare entstehenden bzw. in diese einströmenden Gasbläschen in den Sacklöchern gesammelt und festgehalten werden. Dieser Umstand führt zu Fehlbenutzungen der empfindlichen Sensormembran und kann bis zum zeitlich befristeten Ausfall des Bauelementes eskalieren. Das dritte Problem besteht in der hohen elektrostatischen und thermischen Belastung der CMOS-Sensorbauelemente beim Montageprozeß des Mikrosensors in die Mikrozelle.

Das zweite Realisierungsbeispiel von v.d. Schoot e.L [A Modular Miniaturized Chemical Analysis System; Tech. Digest of the 4th. Int. Meet. Chemical Sensors; Tokyo; 13.- 17.Sept.1992; pp. 394-397] nutzt ein fotopolymerisierbares Polymer zur Ausbildung einer Fließkapillare direkt auf einem Siliciumsubstrat mit monolithisch integrierten ISFETs. In diesem Beispiel sind Mikrokapillare und Sensorarray ein abgeschlossenes Bauelement, Sacklöcher treten hier nicht auf, Ausfälle eines Sensors ziehen jedoch das Auswechseln der Gesamtanordnung nach sich.

Die Aufgabe der in den Ansprüchen dargestellten Erfindung ist es, die o.g. Probleme bei der Herstellung und dem Betrieb von entsprechenden Meßsystemen zu beseitigen.

Mit der Erfindung wird die Mikrokapillare so konfiguriert, daß die in die Mikrokapillare integrierten chemischen Mikrosensoren, d.h. deren empfindliche Membrangebiete von dem zu analysierenden Meßfluß zwangsumspült und damit zwangsbenetzt werden. Diese Zwangsumspülung wird konstruktiv durch Einführung sogenannter Kanalstopper realisiert, welche die Entstehung von Totvolumina minimieren.

Die erfindungsgemäße Mikrokapillare mit integrierten chemischen Mikrosensoren bietet dabei den Vorteil, daß unter Verwendung der Kanalstopper das Meßfluid auf optimale Weise zum Auftreffen auf das sensitive

Gebiet des Sensors geführt wird, wodurch ein verbessertes Ansprechen im dynamischen Betrieb erreicht wird. Das erfindungsgemäße Verfahren bietet eine schonende Montage von Mikrosensoren unter Vermeidung hoher Temperatur- oder Spannungsbelastungen und gestattet darüberhinaus ein flexibles Auswechseln von Ausfallsensoren.

Die zum Aufbau der Mikrokapillare genutzte anisotrope Silicium-Strukturierungstechnologie kann darüber hinaus sichern, daß je nach Anwendungsfall die geometrisch ideale Gestaltung des Ortes Mikrokapillare (1) – Kanalstopper (2) – Membrangebiet (3) herstellbar wird, wie dies in Fig. 1 a) bis f) beispielhaft dargestellt ist. Die dreidimensionale geometrische Reproduzierbarkeit der Mikrokapillare wird allein durch die lateralen Toleranzen der mikroelektronischen Technologie zur Foto litografie begrenzt, diese liegt bei + 3 µm.

Die erfindungsgemäß aufgebaute, mit der Glasscheibe (5) abgedichtete Mikrokapillare (1) gestattet die Integration chemischer Mikrosensoren mit differenzierter konstruktiver und stofflicher Gestaltung. Das in Fig. 2, Sequenz (d) dargestellte Ausführungsbeispiel zeigt die Integration von so unterschiedlichen chemischen Mikrosensoren wie dem Vorderseitenmembran-ISFET (6), dem Rückseitenmembran-ISFET (7) und der Mikroelektrode mit bioaktiver Membran (8). Neben den fluidtechnischen Funktionen der Mikrokapillare erfüllt die Gesamtanordnung auch elektronische Aufgaben. Der die Mikrokapillare enthaltende Wafer (4) trägt auf seiner isolierten Siliciumoberseite das Leiterzugnetzwerk (9) für die elektronische Verbindung zwischen den chemischen Mikrosensoren und die informationstechnische Peripherie.

Die beispielhafte Herstellung einer erfindungsgemäßen Kapillare mit integrierten chemischen Mikrosensoren wird an Hand der sequentiellen Darstellung in Fig. 3 verdeutlicht.

## Sequenz (a)

Ausgangsobjekt für die Realisierung der Mikrokapillare ist ein beidseitig oxydierter (100)-Siliciumwafer (4) mit 1,3 µm SiO<sub>2</sub>-Deckschichten (10). An diesem Wafer, dem späteren Formstück der Mikrokapillare wird zunächst ein Doppelseitenlithografieprozeß zur Herstellung der Ätzmasken (11) durchgeführt und beide SiO<sub>2</sub>-Deckschichten (10) werden strukturiert. Die SiO<sub>2</sub>- Deckschichten (10) ihrerseits dienen dann als Ätzmaske während der anisotropen Strukturierung des Siliciumwafers (4).

## Sequenz (b)

Im Siliciumwafer (4) wird in wäßriger, alkalischer KOH/30% /80 °C Ätzlösung die Mikrokapillare (1) mit den Kanalstoppern (2) anisotrop strukturiert und anschließend der strukturierte Wafer (2) an seiner Rückseite mit einem Pyrex 7740-Glassubstrat (5) von 130 µm Dicke durch anodisches Bonden im Interfacebereich (12) zur abgedichteten Mikrokapillare verbunden.

## Sequenz (c)

Die definierte Öffnung der Fluidein- bzw. Fluidauslässe (13) im Pyrex-Glassubstrat (5) erfolgt durch hydrolytisches Ätzen in einem alkalischen Bad bei Raumtemperatur und 30...40 V Gleichspannung. Nach der Reinigung erfolgt die Abscheidung einer 1 µm dicken Leit-

bahnmetallisierung (9) aus Aluminium, diese Metallisierung wird fotolithografisch strukturiert

Sequenz (d)

5

Durch Reflowlöten oder Kleben (14) werden nun die Arrays chemischer Mikrosensoren und die Fluidanschlüsse (15) schonend in die Mikrokapillare montiert.

Patentansprüche

10

1. Mikrokapillare mit integrierten chemischen Mikrosensoren, bestehend aus einer in einem Wafer mikrotechnisch strukturierten, ggfs. verzweigten oder gewendelten Kapillare mit zusätzlichen, eine Verbindung zu den chemisch sensitiven Gebieten der Mikrosensoren herstellenden Öffnungen, **dadurch gekennzeichnet**, daß im Bereich dieser Öffnungen innerhalb der Kapillare Kanalstopper zur Strömungsführung angeordnet sind.

20

2. Verfahren zur Herstellung einer Mikrokapillare nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in einem Siliziumwafer durch einen zweiseitigen Strukturierungsprozeß der die spätere Kapillare bildende Kanal einschließlich der Verbindungsöffnungen und der im Kanal stehbleibenden Kanalstopper ausgebildet werden, daß anschließend die den Mikrokanal tragende Seite des Wafers mit einer Glasscheibe abgedeckt und die an die gegenüberliegende Oberfläche tretenden Öffnungen mit den Mikrosensoren abgedeckt werden.

25

30

3. Verfahren zur Herstellung einer Mikrokapillare nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Montage der Mikrosensoren auf dem strukturierten Wafer durch Reflowlöten mittels niedrigschmelzender Lote oder kaltaushärtender Klebstoffe erfolgt.

35

---

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

---

40 40

45

50

55

60

65

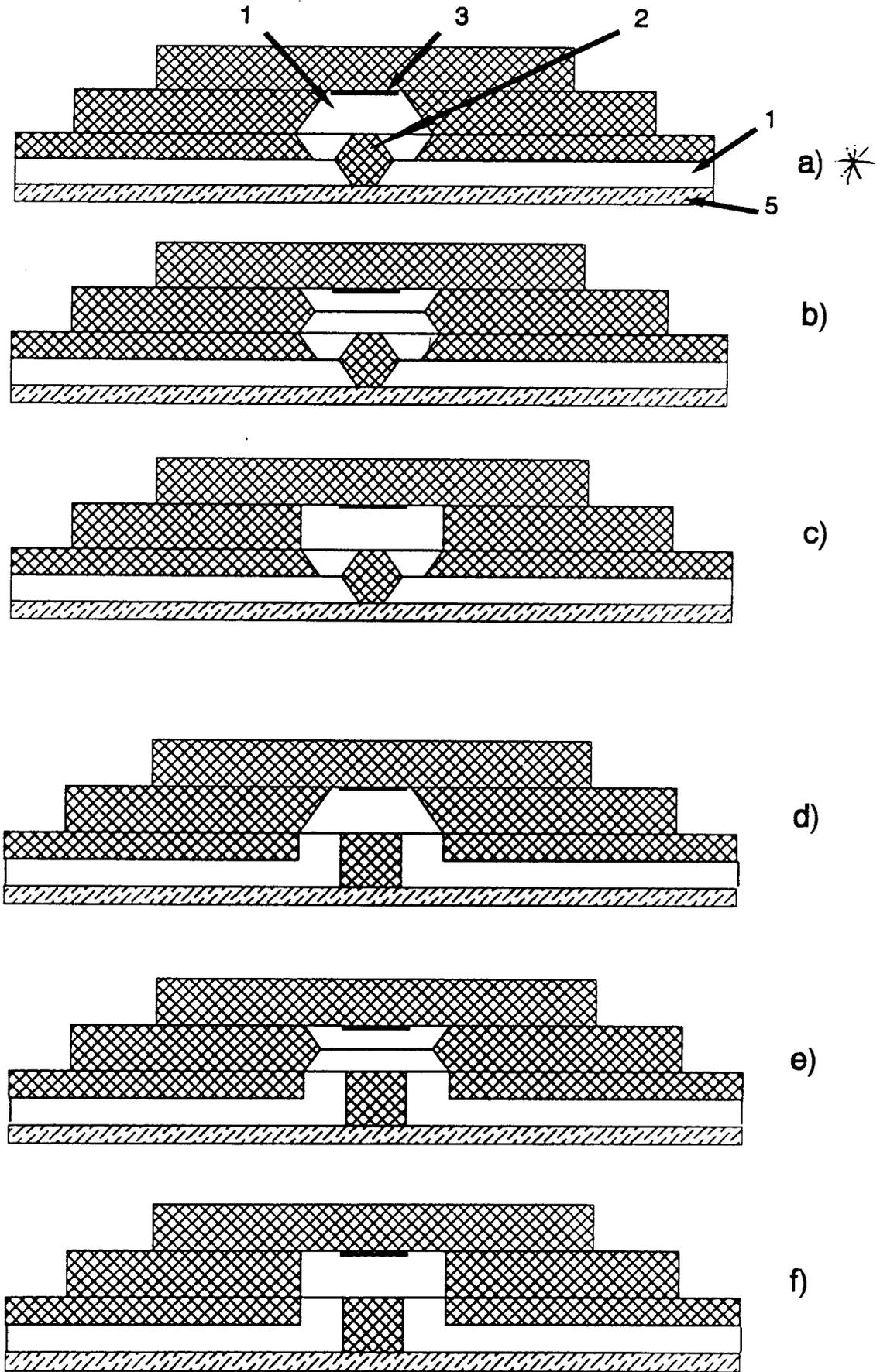


Fig. 1

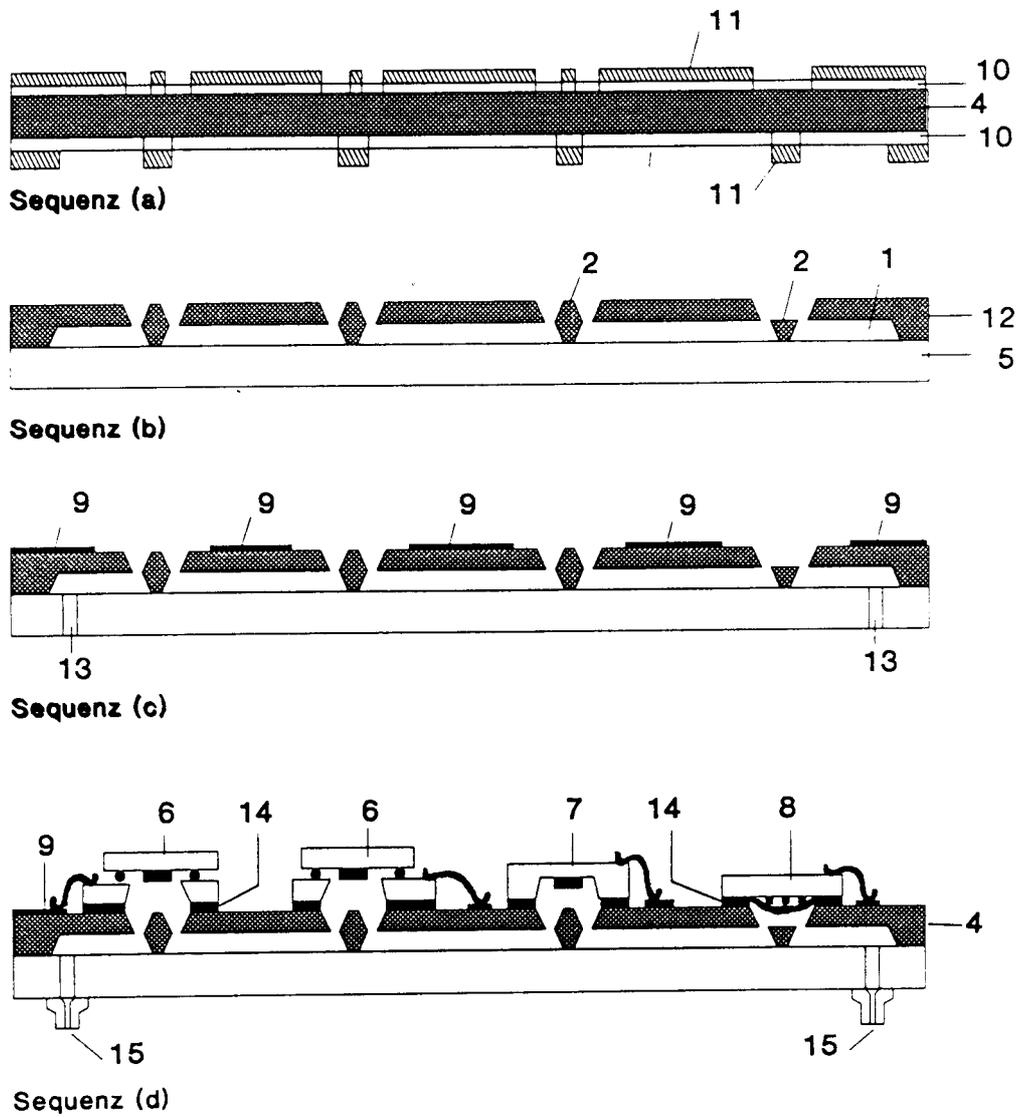


Fig. 2