

Kapitel 3

Experimentelles

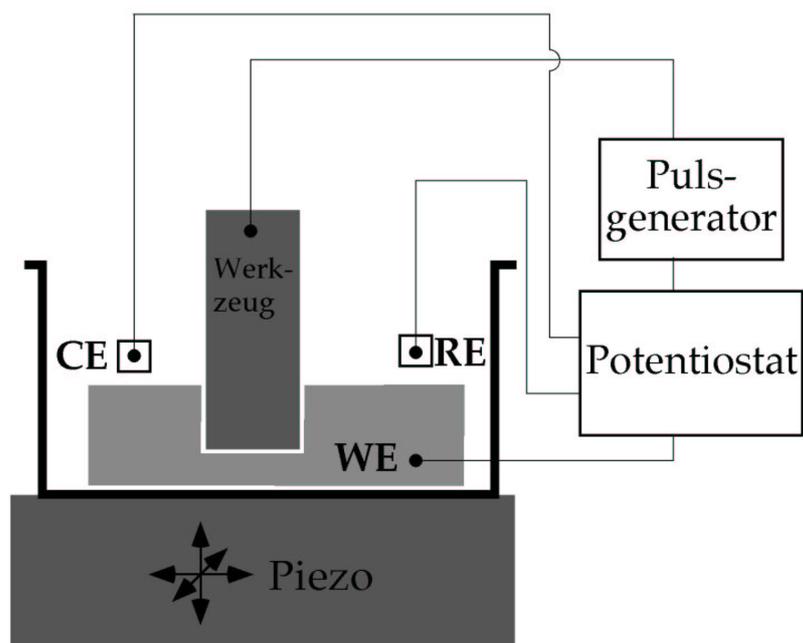


Abbildung 3.1: Apparatur zur elektrochemischen Mikrostrukturierung mit kurzen Spannungspulsen. Das Werkstück (WE) kann mit einem piezomechanischen Verschiebetisch dreidimensional bewegt werden. Der Bipotentiostat mit Gegenelektrode (CE) und Referenzelektrode (RE) regelt die mittleren Potentiale an Werkzeug- und Werkstückelektrode unabhängig voneinander.

Der Aufbau für die elektrochemische Mikrostrukturierung mit ultrakurzen Spannungspulsen ist in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt und in den Photos von Abbildung 3.2 gezeigt. Die elektrochemische Zelle mit dem Werkstück ist zur dreidimensionalen Manipulation auf einem Piezotisch montiert. Über eine Gegen- und eine Referenzelektrode kann das mittlere elektrochemische Potential des Werkstücks und des Werkzeugs mit einem Bipotenttiostaten unabhängig voneinander geregelt werden. Mit einem Hochfrequenzpulsgenerator erzeugte Spannungspulse werden zwischen Werkzeug- und Werkstückelektrode angelegt. Wenn unter der Werkzeugelektrode durch lokale Oxidation Material aufgelöst wird, kann das Werkzeug in das Werkstück eingätzt werden, was in Abbildung 3.1 angedeutet ist.

Im folgenden soll auf die Details des Aufbaus, die Regelung des Ätzprozesses, die Regelung der Elektrochemie, die Präparation von Werkzeugen und Proben und auf die genaue Durchführung eines Experiments näher eingegangen werden.

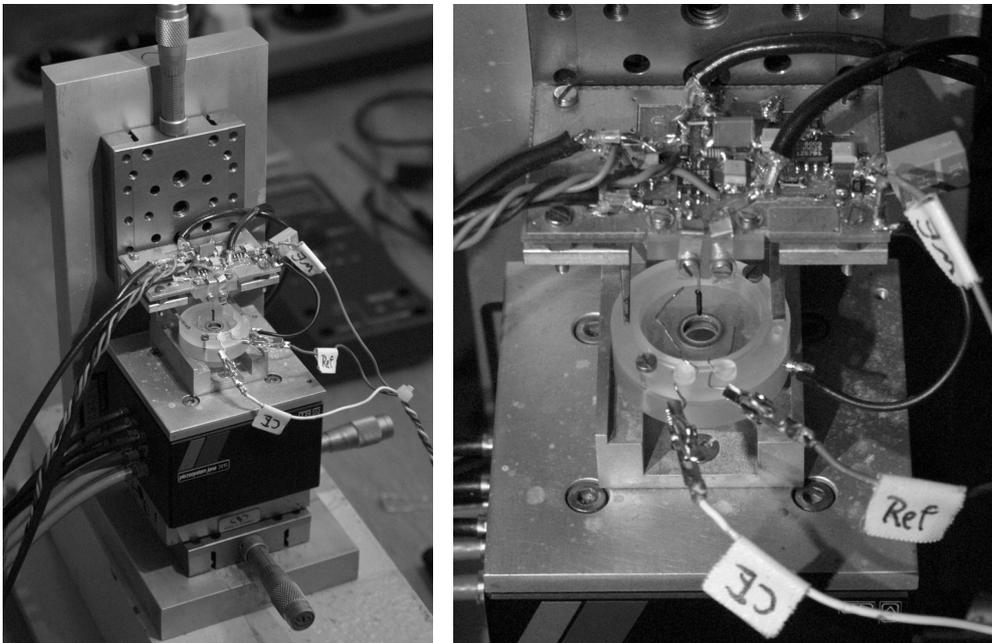


Abbildung 3.2: Photographien der Apparatur zur elektrochemischen Mikrostrukturierung.

3.1 Aufbau

Dreidimensionale Positionierung

Die grobe Positionierung des Werkzeugs zum Werkstück findet mit Hilfe von Mikrometerschrauben statt. Dazu ist das Werkzeug gemeinsam mit der Pulselektronik auf einer vertikalen Verschiebeeinheit montiert. Die Piezopositioniereinheit mit der darauf befindlichen elektrochemischen Zelle kann mit zwei übereinander montierten Verschiebetischen horizontal in x- und y-Richtung bewegt werden. (Als Konvention gilt in dieser Arbeit: x und y bezeichnen Richtungen parallel und z vertikal zur Oberfläche des Werkstücks.)

Zur präzisen Bewegung des Werkzeugs wurde ein Piezopositioniersystem gewählt (Tritor 3D 100 NV, Piezosystem Jena), das durch integrierte mechanische Übersetzung der Piezobewegung über Festkörpergelenke einen Stellbereich von $100\ \mu\text{m}$ in alle drei Raumrichtungen hat. In das Positioniersystem sind Dehnungsmeßstreifen integriert, die die absolute Position des Verschiebetischs messen. Ihre Reproduzierbarkeit hat laut Hersteller eine relative Genauigkeit von $20\ \text{nm}$. Die vom Meßsystem ausgegebene Spannung wird zur Regelung der Werkzeugführung verwendet. Über Regelverstärker werden die Piezos auf die vorgegebene Position gestellt. Der Sollwert der Position wird unterschiedlich bestimmt, wie in Kapitel 3.5 (Experimentelle Durchführung) ausgeführt wird. Durch die Regelung der Piezospannung mit Hilfe der Meßstreifen wird auch die Drift der Piezos ausgeglichen, so daß sich das Werkzeug sehr präzise bewegen läßt.

Die Zelle

Die Zelle besteht aus dem Kunststoff Kel-F, einem Polychlortrifluorethen, der chemisch sehr resistent, leicht zu reinigen und gut mechanisch zu bearbeiten ist. Die runde Zelle mit einem Außendurchmesser von $25\ \text{mm}$ faßt etwa $0,8\ \mu\text{l}$ Elektrolytlösung und hat unten eine Öffnung mit einem Durchmesser von $5\ \text{mm}$. Sie wird, abgedichtet durch einen Viton-O-Ring, auf die Werkstückelektrode gepreßt. Das ca. $10 \times 10\ \text{mm}$ große und bis zu etwa $1\ \text{mm}$

dicke Werkstück wird mit einer Spange auf einem Kel-F-Sockel montiert. Die gesamte Zelleneinheit wird mit Federn auf dem Piezopositioniersystem gehalten. Von der Spange, die den elektrischen Kontakt zum Werkstück herstellt, führt seitlich ein etwa 2 cm kurzes Kabel zur Pulselektronik. Es ist so flexibel, daß es die Bewegung der Zelle nicht behindert. Als Gegen- und Referenzelektrode dienen Drähte, die am äußeren Rand der Zelle festgeklemmt werden. An sie werden ebenfalls flexible Kabel angeschlossen, die zum Potentiostaten führen. Vor ihrem Einbau wurde die Zelle jeweils in einer Lösung von einem Teil H_2SO_4 (konz.) und einem Teil 30 %iger H_2O_2 gereinigt.

3.2 Bipotentiostatische Regelung

Voraussetzung für die Mikrostrukturierung ist, daß das Werkstück während der Bearbeitung nicht großflächig korrodiert. Es soll kein merklicher Reaktionsstrom fließen, ohne daß Pulse angelegt sind. Dazu wird das Werkstück durch potentiostatische Regelung auf einem geeigneten Grundlinienpotential gehalten. In Abbildung 3.3 ist das Konzept der potentiostatischen Regelung und der Einkopplung der kurzen Spannungspulse skizziert.

Die Potentiale der Referenz- und der Werkstückelektrode werden über Tiefpaßfilter auf die Eingänge des Potentiostaten gegeben. Die Tiefpaßfilter verhindern, daß die Pulse den Potentiostaten stören. Dessen Ausgang stellt das Potential der Gegenelektrode so ein, daß das mittlere elektrochemische Potential des Werkstücks gegenüber der Referenzelektrode einem vorgegebenen Sollwert entspricht. Wegen der Hochfrequenzpulse ist die Werkstückelektrode nicht wie üblich direkt über den Potentiostaten, sondern über einen Widerstand von 5Ω geerdet. Der niederfrequente elektrochemische Strom, der viel kleiner ist als der Hochfrequenzladestrom, wird über einen $1 \text{ k}\Omega$ Widerstand zwischen dem Ausgang des Potentiostaten und der Zuleitung zur Gegenelektrode gemessen.

Die kurzen Spannungspulse werden mit einem Pulsgenerator als Rechteckpulse erzeugt und über einen Treiber auf das durch den Potentiostaten

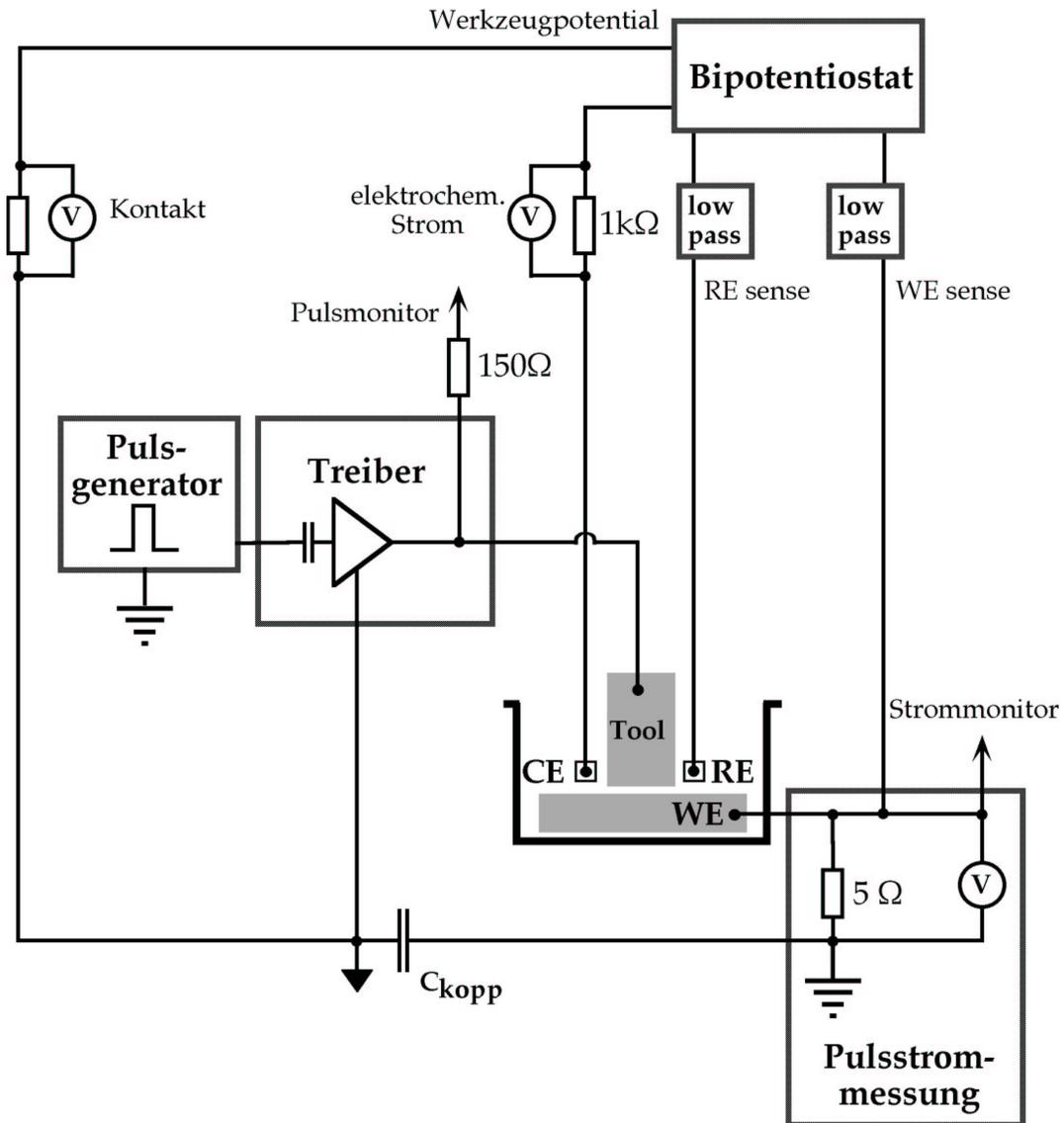


Abbildung 3.3: Konzept der potentiostatischen Regelung und Einkopplung der kurzen Spannungspulse. WE: Werkstück-, CE: Gegen-, RE: Referenzelektrode, Tool: Werkzeugelektrode.

vorgegebene Werkzeug-Grundlinienpotential addiert. Hierzu werden die Pulse des geerdeten Pulsgenerators über einen Kondensator an den Treiber eingekoppelt. Die Masse des Treibers ist dadurch gleichspannungsmäßig von der Erde getrennt. Der durch die Hochfrequenzpulse bedingte Bearbeitungsstrom fließt vom Werkzeug durch den Elektrolyten zur Werkstückelektrode und von dort über den 5Ω Strommeßwiderstand und den Kopplungskondensator C_{kopp} zurück zum Treiber. Das Stromsignal wird am Oszilloskop beobachtet (siehe Abb. 2.6) und kann zur Steuerung der Werkzeugführung genutzt werden. Um Kabelinduktivitäten klein zu halten, ist der Pulstreiber direkt hinter dem Werkzeug angebracht. Wo lange Kabel nicht zu vermeiden sind, muß auf eine Impedanzanpassung geachtet werden.

Auch beim Werkzeug muß durch geeignete Wahl des elektrochemischen Potentials verhindert werden, daß störende Reaktionen stattfinden. Das Werkzeugpotential kann mit dem Potentiostaten gegenüber der Referenzelektrode eingestellt werden. Zur Regelung der Werkzeugführung ist ein Signal wichtig, das den mechanischen Kontakt zwischen Werkstück und Werkzeug anzeigt. In diesem Fall fließt zwischen Masse des Treibers und Erde ein Strom, der als Spannungsabfall an einem Widerstand gemessen wird.

Gegen- und Referenzelektroden

Als Gegenelektrode (CE) diente in allen Experimenten ein Platin-Draht. Die Referenzelektrode (RE) wurde den elektrochemischen Systemen angepaßt. Im einfachsten Fall wurden ebenfalls Drähte aus Platin eingesetzt. In kupferhaltigen Elektrolyten wurden meist Kupfer-Drähte verwendet, an denen sich ein Cu/Cu^{2+} -Gleichgewicht einstellt. Als einfache Wasserstoffelektrode diente ein mit Wasserstoff beladener Palladium-Draht. Bevor er eingesetzt wurde, wurde an ihm in verdünnter Schwefelsäure mindestens 20 min lang elektrolytisch Wasserstoff entwickelt. Ein Teil des Gases diffundiert während dieser Prozedur in das Metall und wird dort gespeichert.

Das Potential der Werkzeugelektrode wird in dieser Arbeit mit U_{tip} und das der Werkstückelektrode mit U_{WE} bezeichnet.

3.3 Herstellung der Werkzeuge

Zylinderförmige Werkzeuge

Um Werkzeugelektroden mit wohldefinierter Form zu erhalten, wurden dünne Drähte an der Stirnseite plangeschliffen und poliert, so daß sie eine zylinderförmige Gestalt bekamen. Als elektrochemisch inertes Material wurde Platin gewählt. Zum Einsatz kamen Drähte aus einer Pt-Ir-Legierung (90:10) mit einem Durchmesser von 50 μm , die in dieser Arbeit als 50 μm Pt-Drähte bezeichnet werden, und Pt-Drähte mit einem Durchmesser von 10 μm . Planpolierte Edelstahl-Drähte (Werkstoffnummer 1.4304, Fe/Cr18/Ni8) mit 50 μm Durchmesser wurden erfolgreich zur Bearbeitung von Edelstahlwerkstücken eingesetzt. Durch die richtige Wahl des Werkzeug-Potentials lassen sie sich vor Korrosion schützen. Der Vorteil von Edelstahlwerkzeugen ist, daß man sie ihrerseits elektrochemisch bearbeiten kann.

Zur Herstellung der zylinderförmigen Werkzeuge wurden die dünnen Platin- oder Edelstahl-Drähte als erstes in Edelstahl-Röhrchen (Kanülen für den Medizinbedarf) eingelötet, so daß nur wenige Millimeter herausschauten. Dadurch sind sie besser handhabbar und können später einfach in der Ätzapparatur montiert werden. Die möglichst geraden Drähte wurden dann in ein Harz (Technovit 5071, Heraeus Kulzer) eingegossen. Als Gießform diente ein kurzes Stück eines Silikonschlauchs. Bei dem Harz handelt es sich um ein Kaltpolymerisat auf der Basis von Methylmethacrylat, das in wenigen Minuten so stark aushärtet, daß es sich sägen, schleifen und polieren läßt. Auf rotierenden Schleifscheiben wurden die Drähte gemeinsam mit dem umgebenden Harz zunächst mit Si-C-Papier (Körnung 1200) auf die richtige Länge abgeschliffen und anschließend mit Polierpapier mit Aluminiumoxid-Partikeln (9 μm , 3 μm , 1 μm) schrittweise immer feiner poliert. Als Schmiermittel diente DP Lubricant Blue (Struers).

Der Polierprozeß kann gut im optischen Mikroskop überprüft werden. Es ist insbesondere darauf zu achten, daß beim Schleifen und Polieren kein großer Anpreßdruck ausgeübt wird. Andernfalls passiert es leicht, daß die

Form des Drahtes verändert wird. Zum Beispiel kann die Drahtkante durch zuviel Druck verrunden. Nach dem Polieren wurden das Harz in Dichlormethan im Ultraschallbad aufgelöst und die Drähte mehrmals in Aceton gereinigt. Abbildung 3.4 zeigt solche Werkzeuge, nachdem sie bereits in mehreren Experimenten eingesetzt wurden.

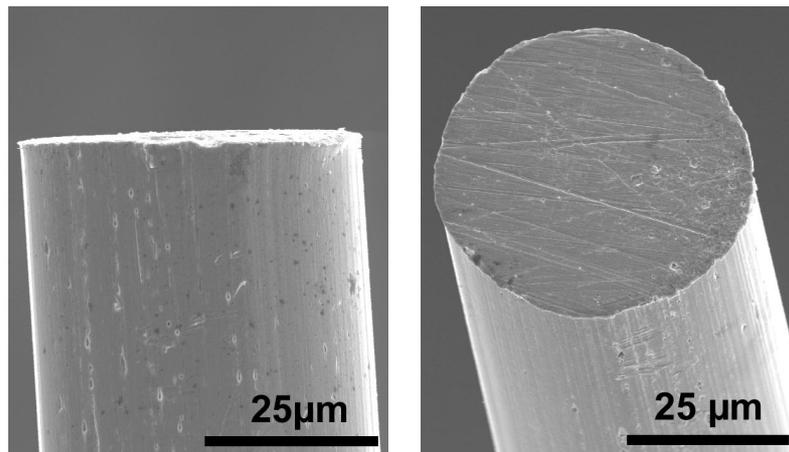


Abbildung 3.4: Zylinderförmige Werkzeuge aus Platin-Draht. An der Stirnseite sind noch Schleifspuren zu erkennen.

Sehr dünne Werkzeuge aus Wolfram

Sehr dünne Werkzeuge ($2\text{--}5\ \mu\text{m}$), die trotzdem sehr stabil sind, konnten aus Wolfram-Draht hergestellt werden. Dazu wurde ein Draht von $100\ \mu\text{m}$ Durchmesser in $2\ \text{M}$ Natronlauge elektrochemisch dünn geätzt ($2\ \text{V}$, DC). Als Gegenelektrode diente eine Schlinge aus Gold-Draht mit einem Durchmesser von etwa $3\ \text{mm}$, die nur etwa $1\text{--}2\ \text{mm}$ unter der Oberfläche des Elektrolyten horizontal montiert war. Der Wolfram-Draht tauchte in der Mitte der Schlinge einige Millimeter in die Natronlauge ein. Unter dem Mikroskop wurde beobachtet, wie sich der Draht während des Ätzens verjüngte. Sobald der Draht nur noch etwa $30\text{--}40\ \mu\text{m}$ dünn war, wurde der Elektrolytspiegel etwas abgesenkt, und nur noch wenige Sekunden weitergeätzt. Der Draht wurde dann schnell herausgezogen und mit Wasser gespült, um das Ätzen zu stop-

pen. Eine auf diese Weise hergestellte Wolfram-Elektrode ist in Abbildung 3.5 gezeigt. Solche dünnen Wolfram-Spitzen wurden vor ihrem Einsatz in der Ätzapparatur nicht weiter mechanisch poliert, sondern nur noch zur Montage in Edelstahl-Kapillaren eingequetscht.

Der Vorteil von Wolfram-Spitzen gegenüber solchen aus Platin liegt in ihrer größeren mechanischen Stabilität. Die Drähte lassen sich leichter handhaben und verbiegen nicht so leicht, wenn es während des Ätzprozesses versehentlich zu mechanischem Kontakt kommt. In dem hochaggressiven Elektrolyten aus konzentrierter Flußsäure und Salzsäure, der bei der Mikrostrukturierung von Edelstahl verwendet wird, bleiben die Wolfram-Spitzen unter Potentialkontrolle stabil.

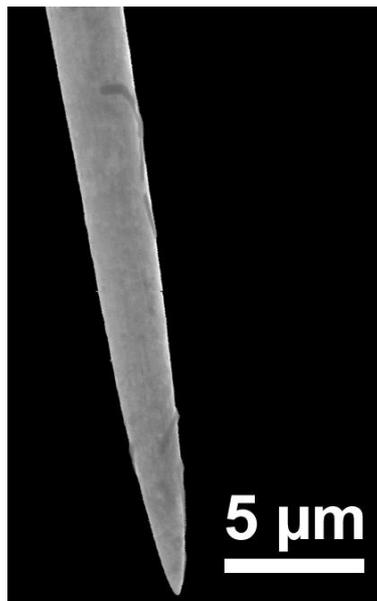


Abbildung 3.5: *Werkzeugelektrode aus Wolfram. Die dünne Form wurde durch elektrochemisches Ätzen in Natronlauge erhalten.*

Isolation der Werkzeugelektroden

Da die Pulselektronik nur kleine Hochfrequenz-Ladeströme von etwa 100 mA treiben kann, muß die wirksame Oberfläche der Werkzeugelektroden klein

gehalten werden. Daher wurden die fertig polierten Werkzeuge am Schaft mit einem thermoplastischen Wachs (Apiezon, Shell Chemicals) elektrisch isoliert. Sie wurden so durch das in einer beheizbaren Gabel aufgeschmolzene Wachs gezogen, daß am vorderen Teil der Drähte nur noch zwischen 50 und einigen 100 μm frei blieben. Bei dieser Methode ist nicht auszuschließen, daß Bestandteile des Wachses auch weiter vorn auf das Werkzeug aufdampfen. So waren manche Werkzeuge von Anfang an so stark verunreinigt, daß mit ihnen nicht geätzt werden konnte. Die Isolation trägt nicht zur lokalen Begrenzung der elektrochemischen Reaktionen auf dem Werkstück bei: Sie bedeckt nur Elektrodenbereiche, die während der kurzen Pulse sowieso nicht stark genug umgeladen werden, um die Reaktion auszulösen.

3.4 Probenpräparation

Bei der dreidimensionalen Bearbeitung von Kupfer dienten dünne Bleche oder die Kupferkaschierung von Elektronik-Platinen als Werkstück. Sie wurden vor der Mikrobearbeitung in Stücke geschnitten und mechanisch poliert (wie unten für Edelstahl-Proben beschrieben). Die in der Elektronik eingesetzten Platinen sind ein sehr geeignetes Material, da das Kupfer elektrochemisch abgeschieden wird, sehr sauber ist und keine Einschlüsse enthält. Kupferproben konnten auch hergestellt werden, indem direkt in der Meßzelle Kupfer unter potentiostatischer Kontrolle elektrochemisch abgeschieden wurde. Aus 0,1 M CuSO_4 -Lösung wurden auf diese Weise dünne Filme auf einem Goldsubstrat abgeschieden, an denen die Experimente zur räumlichen Auflösung aus Abb. 7.7 durchgeführt wurden. Aus einem galvanischen Kupferbad (Kupfer Rubin, Firma Kiesow) konnten dickere Filme abgeschieden werden, die anschließend in 0,1 M CuSO_4 -Lösung strukturiert wurden (Daten nicht gezeigt).

Als Edelstahl-Proben dienten 0,1 mm Bleche der Werkstoffnummer 1.4301. Die Legierung dieses austenitischen Stahls enthält neben Eisen 18 % Cr, 9 % Ni, 0,05 % Kohlenstoff. Die in Stücke geschnittenen Bleche

wurden vor der Mikrobearbeitung auf rotierenden Schleifscheiben zunächst mit Si-C-Papier (Körnung 1200) abgeschliffen und anschließend mit einem Filztuch und Diamantpaste ($7\ \mu\text{m}$) poliert. Anschließend wurden sie im Ultraschallbad mit Aceton und dreifach destilliertem Wasser gereinigt, um eventuell vorhandenen Schleifstaub zu entfernen. Die so erhaltenen Oberflächen konnten auch mit feinsten Werkzeugen gut bearbeitet werden.

Bei den Experimenten mit Silizium wurde sowohl n-dotiertes als auch p-dotiertes Material untersucht:

Silizium-Typ	Dotierung	spezif. Widerstand	Orientierung
p ⁻ -Si	Bor	0,7–1,3 $\Omega\ \text{cm}$	(111)
p ⁺ -Si	Bor	5 m $\Omega\ \text{cm}$	(100)
n ⁺ -Si	Phosphor	3,5 m $\Omega\ \text{cm}$	(100) .

Die Wafer wurden auf der Rückseite mit einem Diamantstift angeätzt und in Stücke gespalten. In einer 1:1:1-Lösung von H₂SO₄ (konz.) / H₂O₂ (30 %ig) / H₂O wurden sie gereinigt und unter Wasser (Milli-Q) aufbewahrt. Unmittelbar vor der elektrochemischen Mikrobearbeitung wurde die Oberfläche depassiviert, indem die Proben 2 min in 2 %ige wäßrige HF-Lösung getaucht wurden. Anschließend wurden sie sofort mit Wasser abgespült, wobei die Oberfläche ein hydrophobes Verhalten aufwies, das die Wasserstoff-Terminierung der Oberfläche anzeigt. Die Proben wurden dann durch Einreiben mit einer InGa-Legierung auf der Rückseite elektrisch kontaktiert.

Elektrolyte

Bei den verwendeten Elektrolyten handelt es sich, soweit nicht anders angegeben, um wäßrige Lösungen. Sie wurden mit hochreinem Milli-Q-Wasser und Chemikalien der Reinheit "pro analysi" angesetzt (CuSO₄ · 5 H₂O, KCl, HClO₄, 95–97 %ige Schwefelsäure, 30 %iges Wasserstoffperoxid, 40 %ige Flußsäure, 37 %ige Salzsäure).

3.5 Experimentelle Durchführung

Bestimmung des Abstands

Bevor eine Mikrostruktur geätzt oder abgeschieden werden kann, muß die Werkzeuelektrode dicht über der Oberfläche des Werkstückes positioniert werden. Dazu wurde sie zunächst mit Hilfe der Mikrometerschrauben in einen Abstand von etwa $10\ \mu\text{m}$ zur Oberfläche gebracht. Zur Feinannäherung wurde das Werkzeug dann automatisch mit einer Geschwindigkeit von wenigen $\mu\text{m/s}$ mit dem Piezopositioniersystem abgesenkt, bis Kontakt zum Werkstück gemessen wurde. Der Kontakt wurde auf zwei verschiedene Arten signalisiert. Einerseits diente das Auftreten eines Stromes zwischen Bezugspunkt des Pulstreibers und Erde als Kontrollsignal (siehe Abbildung 3.3). Nach jedem Werkzeugschritt von einigen Hundert Nanometern wurde rechnergesteuert geprüft, ob bereits Kontakt vorliegt. Die Programme zur Steuerung der Werkzeugbewegung wurden mit LabView (National Instruments) erstellt. Alternativ diente das Auftreten eines Tunnelstromes zwischen Werkzeug und Werkstück als Kontaktsignal (in Abb. 3.3 nicht gezeigt). Die Bewegung des Werkzeugs wurde in diesem Fall durch die Elektronik eines Rastertunnelmikroskopes gesteuert. Diese Methode ist besonders vorteilhaft bei der Bearbeitung von Silizium, bei dem mechanischer Kontakt mit dem Werkzeug nicht immer zum elektrischen Kontakt führt. Der Nachteil der Verwendung des Tunnelstroms als Kontaktsignal besteht aber darin, daß kleine elektrochemische Ströme durch die Zelle das Signal leicht stören.

Regelung der Werkzeugführung

Üblicherweise wurde das Werkzeug in einen Abstand von $1\ \mu\text{m}$ zur Oberfläche gebracht, bevor die Spannungspulse angelegt wurden. Geätzt wurde bei den hier vorgestellten Experimenten immer mit einem Puls-zu-Pause-Verhältnis von 1:10. Um ein tiefes Loch zu erzeugen, wird das Werkzeug während des Ätzens in das Werkstück eingesenkt. Für den Vorschub muß eine geeignete Geschwindigkeit gefunden werden: Ist sie im Vergleich zur Auflösung des Ma-

terials zu hoch, kommt es zum Kontakt zwischen Werkzeug und Werkstück, der beide Elektroden mechanisch beschädigen kann. Der auftretende elektrische Kurzschluß führt außerdem zu einer Verschiebung der elektrochemischen Potentiale. Insbesondere beim Ätzen von tiefen Löchern darf der Vorschub des Werkzeugs nicht zu schnell sein, denn in dem schmalen Arbeitsspalt um das Werkzeug herum ist die Diffusion erschwert. Aufgelöste Ionen werden nur langsam abtransportiert, was zu einer lokalen Übersättigung führen kann.

Andererseits sollte die Vorschubgeschwindigkeit so schnell wie möglich sein. Denn mit zunehmender Bearbeitungszeit an einer Stelle nimmt die Ortsauflösung der geätzten Struktur ab, wie in Kapitel 7 demonstriert wird. Außerdem korrodiert die gesamte Werkstückoberfläche im Laufe der Zeit merklich. In einem gewissen Ausmaß kann durch schnelleren Werkzeugvorschub auch eine schnellere Materialauflösung erreicht werden: Da die Umladung der Doppelschichten vom Abstand abhängt, ist die Auflösung von Material um so schneller, je geringer der Arbeitsspalt zwischen Werkstück und Werkzeug ist.

Die Regelung der Werkzeugführung kann beispielsweise mit einem Rechner geschehen. In einem in dieser Arbeit benutzten Programm können die Schrittweite, mit der das Werkzeug bewegt wird (typischerweise einige Hundert Nanometer) und die Schrittgeschwindigkeit (typischerweise einige Hundert Millisekunden) eingestellt werden. Nach jedem Schritt prüft das Programm (wie oben beschrieben), ob Kontakt zwischen Werkzeug und Werkstück vorliegt. Ist das nicht der Fall, wird das Werkzeug weiter vorgeschoben. Gibt es aber Kontakt, wird das Werkzeug eine vorgegebene Strecke zurückgezogen, bis der Kontakt gelöst ist. Analog wird der Vorschub in x und y geregelt.

Als Regelgröße für die Werkzeugführung kann auch die Ladestromspitze dienen, die bei kleinen Abständen zwischen den Elektroden auftritt und die mit kleiner werdenden Abständen wächst (siehe Abbildung 2.6). Ihre Größe kann mit einem Spitzenwertdetektor gemessen werden. Wird das Werkzeug während des Ätzens nicht bewegt, kann man beobachten, daß dieser Spitzen-

wert innerhalb von Sekunden abnimmt, weil durch das Auflösen von Material der Spalt zum Werkzeug wächst. Regelt man die Bewegung des Werkzeugs über einen Vergleich des Spitzenwerts mit einem Sollwert, bleibt der Spalt immer klein, und die Geschwindigkeit des Materialabtrags ist damit hoch. Diese Regelung ist allerdings nicht einfach, da die umgeladene Fläche und damit auch der Spitzenwert immer größer werden, wenn das Werkzeug in das Werkstück eingesenkt wird.

Elektronenmikroskopische Aufnahmen

Soweit nicht anders angegeben, sind in dieser Arbeit alle Bilder von Proben rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen. Sie wurden mit einem Hitachi S-570 Elektronenmikroskop mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV gemessen. Die Proben standen dabei typischerweise in einem Winkel von 30–60° zum einfallenden Elektronenstrahl. Routinemäßig wurden alle Proben nach der Bearbeitung zunächst in einem optischen Mikroskop betrachtet, um den Erfolg der Strukturierung zu überprüfen. Wegen der geringen Tiefenschärfe von optischen Mikroskopen mit hoher Vergrößerung lassen sich Details bei Strukturen mit einer Tiefe von mehreren Mikrometern aber nur noch im Elektronenmikroskop abbilden.