

**HŐÁTVITEL SZILÍCIUM
MIKROGÉPÉSZETI
SZERKEZETEK BEN**

PhD tézisfüzet

FÜRJES PÉTER

TÉMAVEZETŐ: Dr. BÁRSONY ISTVÁN

**BUDAPEST
2003.**

1. ELŐZMÉNYEK

A technikai fejlődés, az automatizálás terjedése egyre nagyobb igényt teremt olyan rendszerek megalkotására, amelyek képesek emberi beavatkozás nélkül megoldani korábban komoly koncentrációt igénylő feladatokat. A modern rendszerek adatokat gyűjtenek környezetünkről, értékelik azokat, majd megfelelő „következtetéseket” levonva végrehajtják a rájuk bízott feladatot – sok esetben jóval hatékonyabban, mint azt korábban az ember tette volna.

Számos – főleg szenzor-technológiában alkalmazott – struktúra működik magas hőmérsékleten, illetve alkalmazza mérési elvként a hő- és anyagtranszport folyamatok detektálását, elemzését. Az alkalmazások igényeinek megfelelően az eszközök méretei egyre csökkennek, így mind megvalósításuk, mind működési jellemzőik meghatározása egyre nagyobb kihívást jelent a tervezők számára. Az eszközök viselkedésének előrejelzése illetve a megvalósított szenzorstruktúrák ellenőrzése és funkcionális minősítése a fejlesztési, tervezési és gyártási folyamatok szerves része lett.

A MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet Mikrotechnológia és Szenzor Laboratóriumában folyó kutatások alapvető célja szenzorok kutatása, világszínvonalú, piacképes érzékelők tervezése, megvalósítása. Munkám a szenzorok működési jellemzőinek optimalizálásához kapcsolódik, felderítve az alapvető fizikai folyamatokat, amelyek az eszközök működését meghatározzák. Az eredményeket három érzékelő-struktúra kialakításánál hasznosítottuk, mely során a termikus és áramlástan vizsgálatok a gyakorlati megvalósítás elengedhetetlen feltételévé váltak: pellisztor típusú gázérezékelő szerkezet, kalorimetrikus áramlásmérő szenzor, kapacitív pórusos szilícium nedvességérezékelő.

2. CÉLKITŰZÉSEK

Az integrálható, emelt hőmérsékleten működő mikroméretű eszközök alkalmazási lehetőségeinek feltérképezéséhez nélkülözhetetlen a termikus és áramlástan transzportfolyamatok beható ismerete. Az egyes eszközökben is alkalmazott mikrostruktúrák működési jellemzőnek leírása és előrejelzése megfelelő modellek megalkotásával lehetséges, a makroszkopikus tartományban alkalmazott módszerek alkalmazhatóságának ellenőrzése és értékelése azonban konkrét vizsgálatokat és méréseket igényel. A megvalósítás során felmerülő problémák definiálása a vizsgált szenzorok strukturális felépítésének, előállítási technikájának és eszközökben történő alkalmazási lehetőségeinek ismeretét is feltételezi.

Megfelelő modellek alkalmazásával lehetőség nyílik a struktúrák, illetve a komplex szenzorszerkezetek funkcionális tulajdonságainak előrejelzésére, ami nagyban megkönnyíti és lerövidíti a tervezési lépéseket. A szemléletes modellek elősegítik az előállítás során felmerülő technológiai problémák felderítését, azonosítását és kiküszöbölését, vagy a szerkezeti módosítások hatásainak figyelembe vételét. A mikroszerkezetekben lejátszódó fizikai folyamatok pontosabb megismerésében is hathatós segítséget jelentenek az egyszerű, áttekinthető, de valóság-hű modellek.

A felépített modellek érvényességének ellenőrzése érdekében analitikai és funkcionális tesztekre van szükség, amelyek kivitelezése a mikrogépészeti eljárásokkal előállított, néhány 100 μ m-es méretekkel rendelkező szilícium struktúrák esetén nagy kihívást jelent. A valós eszköz tulajdonságainak szimulációkkal való összevetésére bizonyíthatja az alkalmazott modellek használhatóságát.

3. ALKALMAZOTT SZERKEZETEK ÉS MÓDSZEREK

Pelliszor típusú gázérzékelő szenzorhálózat

Az emelt hőmérsékleten lejátszódó katalitikus oxidáció során felszabaduló égéshő detektálásán alapuló szenzor tervezésének alapja a termikus jellemzők beható ismerete. A hődisszipáció minimalizálása az éghető gázok alsó robbanási határérték feletti koncentrációi mérésének elengedhetetlen feltétele. Ennek érdekében vizsgáltam a mikroméretű fűtőtestekben és környezetükben lejátszódó hőmérsékleti jelenségeket elméleti modellek és gyakorlati mérési módszerek alkalmazásával: például a hőmérséklet *in situ*, kontaktus nélküli detektálásával, infravörös sugárzási tulajdonságok meghatározása révén fázisillesztett termográfiai módszerrel. A gázdetektálási érzékenység növelése érdekében elemeztem a katalizátor tartalmú kerámia anyaggal kapcsolatos hőtranszport-jelenségeket.

Áramlási irányra érzékeny kalorimetrikus típusú áramlásmérő

Az irány és áramlási sebesség érzékeny szenzorstruktúra ideális geometriai elrendezését célozva vizsgáltam a kalorimetrikus típusú áramlásmérő eszközökben lejátszódó termikus és áramlástani folyamatokat.

Pórusos szilícium alapú nedvességérzékelő

A nedvességérzékelő struktúra fejlesztése során, a megfelelő érzékenység, reagálási idő és a minimális hődisszipáció megvalósítása érdekében a termikus szigetelést javító szerkezeti megoldások hatásait vizsgáltam a tokozás és a kifűtési rendszer tökéletesítésére koncentrálva.

A vizsgált szerkezetek alapvető elemei a termikusan szigetelt – pórusos szilícium, illetve annak eltávolítása után levegő szigetelő réteggel megvalósított – mikrohőforrások, amelyek felépítésüket tekintve fűthető ellenállást tartalmazó komplex, felfüggesztett rétegszerkezetek a gyakorlati alkalmazás specifikumainak megfelelően. A szenzorként működő szerkezetek, valamint a bennük lejátszódó folyamatok pontos leírása és tervezése körültekintő szimulációkkal és vizsgálatokkal valósítható meg. A vizsgált eszközök magas hőmérsékleten történő alkalmazása a szerkezetek termikus tulajdonságainak meghatározásán, valamint a bennük és környezetükben lejátszó folyamatok azonosításán túl szükségessé teszi a korszerű és unikálisan alkalmazott anyagtechnológiák ismeretét is. Munkámat az alábbi pontokban foglalhatom össze:

1. A pontszerű, vagy lokalizált hőforrások (mikrofűtőtestek) termikus és mechanikus viselkedését szimulációs programok – *COSMOS (FEM)*, *SUNRED (CTM)* – felhasználásával modelleztem és kísérleti módszerekkel vizsgáltam, a lejátszódó folyamatok és tulajdonságok azonosítása érdekében.
2. Mikroméretű forrás termikus emissziójának fázis-illesztett termográfiai vizsgálatával – *THERMOSENSORIK* –, valamint az eredmények elemzésével – *T3STER-MASTER (NID)* – a struktúra dinamikus és sztatikus viselkedését jellemeztem. Egyszerű kompakt termikus modell alkalmazásával jellemeztem az egyes szerkezeti módosítások eszköztulajdonságokra gyakorolt hatásait.
3. A mikroszerkezeten kialakított réteg-struktúra megváltozott tulajdonságai alapján magyaráztam a szerkezet és a felvitt rétegek között, illetve a rétegekben lejátszódó transzportfolyamatokat és a gyakorlati alkalmazás során bekövetkező katalízis végbemenetelének körülményeit.
4. Vizsgáltam egy adott rétegszerkezet termikus tulajdonságainak hatásait a pórusos szerkezetben zajló adszorpciós–deszorpciós folyamatokra, és a gyakorlati alkalmazást is figyelembe véve kialakítottam a folyamatok gyorsaságát leginkább biztosító struktúrát.
5. Modelleztem és vizsgáltam az áramló gázba helyezett hőforrás környezetében lejátszódó áramlási folyamatokat, javaslatot téve a makroszkopikus modellek módosítására, valamint a gyakorlati alkalmazás szempontjából megfelelő geometriai struktúra kialakítására.
6. A korábbi vizsgálatok során megállapított jellemzők és ismeretek alapján részt vettem a szenzorstruktúrák megvalósításában, és bizonyítottam a szerkezetek működőképességét.

4. ÚJ TUDOMÁNYOS EREDMÉNYEK

Lokalizált mikroszkopikus hőforrások termikus tulajdonságainak vizsgálata során modelleztem, és kísérletileg elemeztem a szerkezetek hődisszipációs folyamatait. Különböző mérési módszereket alkalmazva meghatároztam a mikrofűtőtestek hőmérséklet-fűtőteljesítmény függvényét. Termomechanikai szimulációkkal felderítettem a tervezés során felmerült anyagszerkezeti problémákat, és a kalorimetrikus szenzor struktúrákban technológiai megfontolások alapján platina fűtőtest alkalmazását javasoltam.

1. tézis: Felismertem és kísérletileg igazoltam, hogy a Pt kontaktusvezetékkel felfüggesztett egykristályos Si fűtőtest struktúrájának az elméletileg számított viselkedéstől eltérő vezetési tulajdonságai magas hőmérsékleten anyagszerkezeti változásokra vezethetők vissza. Ezért javasoltam a mikrogépészeti szerkezetekben platina fűtőszál alkalmazását, kiváltva ezzel a potenciális degradáció miatt megbízhatatlan Pt-Si kontaktusokat, amelyek még TiN diffúziós gát alkalmazása esetén sem stabilak. [F.1 – F.3]

Az eltérő szerkezeti felépítésű felfüggesztett fűtőtestek dinamikus viselkedésének kísérleti vizsgálatával, valamint a felépített termikus hálózati modellek elemzésével meghatároztam az egyes szerkezeti részleteket leíró termikus helyettesítő elemeket.

2. tézis: A különböző szerkezetek mért és modellezett termikus jellemzőinek összevetése alapján kimutattam, hogy termikus szempontból megengedett a fűtőtest alatt kialakított mechanikai alátámasztó pillér alkalmazása. [F.2, F.3, F.6, F.8, K.14]

A hőáram-hálózatos modellszámítások (SUNRED), a FEM (COSMOS) szimulációk és a kísérletek eredményeinek elemzése (T3STER-MASTER) alapján meghatároztam a szerkezetben kialakuló hőmérséklet-eloszlást. Megállapítottam, hogy az általam javasolt egydimenziós kompakt modellek jól írják le a lejátszódó fizikai folyamatok jellegét. Felismertem, hogy a mikroméretű struktúrák leírása során a nagy hőmérsékleti gradiensek miatt döntő jelentőségű az anyagjellemzők hőmérsékletfüggése.

3. tézis: Az eltérő szerkezetek (szabadon függő, alátámasztott, pórusos szilícium rétegbe ágyazott) termikus tranziens viselkedésének nagyfelbontású fázisérzékeny termográfiai módszerrel végzett elemzése alapján a dekonvolúciós hálózatidentifikációs módszeren alapuló T3STER eszközzel meghatározott időállandó spektrumok és struktúrafüggvények segítségével igazoltam, hogy a mikrofűtőtest

szerkezet leírható a javasolt egy dimenziós kompakt termikus hálózati helyettesítő képpel. [F.2, F.3, F.6, F.8, K.14]

4.a. tézis: A felfüggesztett fűtőtestek termikus szimulációjával és fázisérzékeny termográfiai analízisével kísérletileg kimutattam, hogy egészen 100-150Hz frekvenciatartományig kalorimetrikus alkalmazások számára kiváló működési tulajdonságokkal rendelkeznek. [F.8, K.14]

Lock-in termográfiai mérések és hőáram-hálózatos szimulációk segítségével meghatároztam a fűtőfelületre leválasztott katalizátortartalmú kerámiabevonat hatását az eszköz termikus jellemzőire. Megállapítottam, hogy az eszköz válaszüzeje ugyan közel egy nagyságrenddel romlik a katalizátortartalmú réteg hatására ($t_{90} \sim 32.4\text{ms}$), de a rendeltetésszerű alkalmazás 10Hz frekvenciáig nem kétséges.

4.b. tézis: A termikus szimulációk és a fázisérzékeny termográfiai mérések alapján kvalitatíve igazoltam, hogy a 2D fázistérképek a 3D szerkezet (pl. katalitikus gázérzékelő) morfológiai és anyagi felépítéséhez hozzárendelhetők. A termográfias eredmények termikus modellek segítségével történő értelmezésén alapuló roncsolásmentes vizsgálat kiválóan alkalmas MEMS eszközök gyors minősítésére. [F.8, K.14]

Kísérleti eredmények és a FEM szimuláció eredményeinek összevetése alapján elemeztem a pórusos szilícium réteg mechanikai és termikus tulajdonságait. Az irodalmi adatok tükrében megállapítottam, hogy a pórusos réteg termikus anyagjellemzői ($\lambda \sim 0.2-50\text{W/Km}$) kritikusnak fűgnek a létrehozott morfológiától, vagyis az előállítás körülményeitől.

5. tézis: Adszorpciós-deszorpciós elven működő passzívált felületű pórusos Si érzékelők (pl. nedvességszenzor) dinamikus viselkedésének elméleti, és kísérleti vizsgálatán keresztül optimalizáltam a regenerációs ciklust, amelynek segítségével az eszközök működési sebessége növelhető. Megállapítottam, hogy az általunk fejlesztett struktúra esetén a regeneráció során alkalmazandó hőmérséklet 40-45°C, ami egy percen belüli visszaállást eredményez. [F.5]

6.a. tézis: Mivel a mikroeszközök mérettartományában (10-100 μm) az áramlástan folyamatok alacsony Reynolds-számmal jellemezhetők, így az áramlás az eszköz környezetében laminárisnak tekinthető. Ennek ismeretében a makroszkopikus folyamatok leírására elterjedten használt CFD (folyadékdinamikai numerikus szimulációs) program segítségével, hőmérsékletfüggetlen bemenő adatokkal is jól jellemezhető a kalorimetrikus mikroeszközök működésének jellege. [K.9, K.13]

6.b. tézis: Számításokkal és kísérletekkel igazoltam, hogy amennyiben az áramlásba helyezett eszköz méretei összemérhetőek az áramlásra jellemző határretegek vastagságával, a fizikai folyamatok lefolyása eltér a makroszkopikus esetben tapasztaltaktól. Ezért a hasonlósági elvek alkalmazása csak megfelelő fizikai megfontolások alapján lehetséges. [K.9, K.13]

6.c. tézis: A kalorimetrikus áramlásmérő szerkezetekben fellépő hőátadási folyamatokat vizsgálva megállapítottam, hogy a mikroszkopikus tartományokban döntő szerepe van az áramló közegben lejátszódó hővezetésnek, aminek a modellbe történő beépítésével a mérésekkel jól egyező eredményeket kaptam. Az általam bevezetett termikus helyettesítő kapcsolat segítségével az eszköz dinamikus viselkedése is kielégítően számítható. [K.9, K.13]

5. AZ EREDMÉNYEK HASZNOSÍTÁSA

Kutatási eredményeim tették lehetővé az MFA-ban fejlesztett, nemzetközileg is újdonságot jelentő Si mikrogépészti eszközök (integrált mikropelliszor, pórusos szilícium alapú kapacitív nedvességérzékelő, irányérzékeny kalorimetrikus áramlásmérő) optimalizálását. [F.5, F.6, K.9, K.13]

A dolgozatban ismertetett munka a következő projektek sikerét segítette elő:

1. FP5 – SAFEGAS: Sensor array for fast explosion proof gas monitoring (G1RD-CT-1999-00167)
2. Német-Magyar TÉT együttműködés: Pórusos szilícium alkalmazása mikroszenzor technológiákban
Partner: FH Furtwangen, University of Applied Sciences, Institute of Applied Research – IAF
3. Mikrohullámú PECVD-vel előállított aktív gyémántréteg alkalmazása gázáramlásmérő szenzorokban - OTKA T034821
4. Félvezető szenzorok zajának eredete - OTKA T037706

6. KÖZLEMÉNYEK

Nemzetközi folyóiratokban megjelent közlemények

- [F.1] Zs. Vízváry, P. Fűrjes, I. Bársony: "Thermomechanical Analysis of Hotplates by FEM", Microelectronics Journal 32 (2001) 833-837 (IF 0,333)
- [F.2] P. Fűrjes, Zs. Vízváry, M. Ádám, A. Morrissey, Cs. Dücső and I. Bársony: "Thermal investigation of Micro-filament Heaters", Sensors and Actuators A 99 (2002) 98-103 (IF 0,917)

- [F.3] P. Fűrjes, Cs. Dücső, M. Ádám, A. Morrissey, I. Bársony: „Materials and Processing for Realisation of Micro-hotplates Operated at Elevated Temperature”, Journal of Micromechanics and Microengineering 12 (2002) 425-429 (IF 1,211)
- [F.4] E. Lukács, Zs. Vízváry, P. Fűrjes, F. Riesz, Cs. Dücső and I. Bársony: “Determination of Deformation Induced by Thin Film Residual Stress in Structures of Millimeter Size”, Advanced Engineering Materials Vol. 4 – No. 8 625-627(2002) (IF 0,901)
- [F.5] P. Fűrjes, A. Kovács, Cs. Dücső, M. Ádám, B. Müller and U. Mescheder: „Porous Silicon Based Humidity Sensor with Interdigital Electrodes and Internal Heaters”, Sensors and Actuators B 95 140-144 (2003) (IF 1,44)
- [F.6] Cs. Dücső, M. Ádám, P.Fűrjes, M. Hirschfelder, S. Kulinyi and I. Bársony: „Explosion-proof Monitoring of Hydrocarbons by Micropellistor”, Sensors and Actuators B 95 189-194 (2003) (IF 1,44)
- [F.7] H. Csorbai, P. Fűrjes, Gy. Hárs, Cs. Dücső, I. Bársony, E. Kálmán, P. Deák: “Microwave-CVD diamond protective coating for 3D structured silicon microsensors”, Materials Science Forum 414-4 (2003) 69-73 (IF 0,461)
- [F.8] P. Fűrjes, Cs. Dücső, M. Ádám, J. Zettner, I. Bársony: „Thermal characterisation of micro-hotplates used in sensor structures, Superlattices and Microstructures, elfogadva (IF 0.859)

Szabadalom

- [SZ.1] Verfahren zur Herstellung von Feuchtesensoren (Nedvességérzékelő gyártási módszere), beadva a Német Szabadalmi Hivatalhoz

Konferencia-kiadványokban megjelent értekezések

- [K.1] H. Csorbai, P. Fűrjes, Cs. Dücső, Gy. Hárs, I. Bársony, P. Deák: „Pinhole free diamond film deposited on monocrystalline silicon by MW-CVD method”, Proceedings of the Eurosensors XIV, Copenhagen (2000) 251-252
- [K.2] Zs. Vízváry, P. Fűrjes, I. Bársony: "Three-Dimensional Finite Element Model for Thermomechanical Analysis of Hotplates" Proceedings of the 6th International Workshop on THERMal INvestigations of ICs and Systems (Therminic), Budapest (2000) 253-257
- [K.3] P. Fűrjes, Zs. Vízváry, M. Rácz, I. Bársony: "Temperature measurement in micro-filament heater" Proceedings of the 6th International Workshop on THERMal INvestigations of ICs and Systems (Therminic), Budapest (2000) 262-265

- [K.4] P. Fűrjes, Zs. Vízváry, M. Ádám, Cs. Dücső, A. Tóth, I. Bársony: "Processing and characterisation of integrable microhotplates for gas sensing applications" Book of Abstract, First Conference on Microelectronics, Microsystems, Nanotechnology, MMN 2000, Athén (2000)
- [K.5] P. Fűrjes, Cs. Dücső, M. Ádám, A. Morrissey, I. Bársony: „Materials and Processing for Realisation of Micro-hotplates Operated at Elevated Temperature”, Proceedings of MME 2001, Cork (2001) 191-194
- [K.6] P. Fűrjes, A. Kovács, Cs. Dücső, M. Ádám, B. Müller and U. Mescheder: „Porous Silicon Based Humidity Sensor with Interdigital Electrodes and Internal Heaters”, Proceedings of Eurosensors XVI, Prague (2002) 525-526
- [K.7] Cs. Dücső, M. Ádám, P. Fűrjes, M. Hirschfelder, S. Kulinyi and I. Bársony: „ Explosion-proof Monitoring of Hydrocarbons by Micropellistor”, Proceedings of Eurosensors XVI, Prague (2002) 605-606
- [K.8] Zs. Vízváry, P. Fűrjes: "Thermomechanical Investigation of a Suspended Microhotplate" Proceedings of Third Conference on Mechanical Engineering, Gépészet 2002, Budapest (2002) 302-306
- [K.9] P. Fűrjes, G. Légrádi, Cs. Dücső, A. Aszódi and I. Bársony: „Modelling and Characterisation of a micro gas-flow sensor”, Proceedings of MME 2002, Sinaia (2002) 157-160
- [K.10] Zs. Vízváry, P. Fűrjes, M. Ádám, Cs. Dücső and I. Bársony: “Mechanical Modelling of an Integrable 3D Force Sensor by Silicon Micromachining”, Proceedings of MME 2002, Sinaia (2002) 165-168
- [K.11] I. E. Lukács, P. Fűrjes, Cs. Dücső, Ferenc Riesz and I. Bársony: “Process Monitoring of MEMS Technology by Makyoh Topography”, Proceedings of MME 2002, Sinaia (2002) 283-286
- [K.12] P. Fűrjes, Cs. Dücső, M. Ádám, Jürgen Zettner and I. Bársony: “Thermal characterisation of Micro-Hotplates Applied in Sensor Structures”, Proceedings of Eurotherm 2003 59-60, Reims (2003)
- [K.13] P. Fűrjes, G. Légrádi, Cs. Dücső, A. Aszódi and I. Bársony: „Thermal Characterisation of a Direction Dependent Flow-rate Sensor”, Proceedings of Eurosensors XVII 174-175, Guimarães (2003)
- [K.14] I. Bársony, P. Fűrjes, M. Ádám, Cs. Dücső, J. Zettner and F. Stam: „Thermal response of microfilament heaters in gas sensing”, Proceedings of Eurosensors XVII 510-511, Guimarães (2003)