



Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas de Gipuzkoa

INFORME FINAL DEL PROYECTO

PROTOTIPO MICROSENSOR PARA LA DETECCIÓN DE MONÓXIDO DE CARBONO

Cod. documento: IFINAL / 5133 / R1

Donostia- San Sebastián

ELABORADO:	REVISADO:
Firma: Gemma García Mandayo	Firma: Enrique Castaño
Fecha: 25/09/02	Fecha: 25/09/02

ÍNDICE

1	PROCESO DE DISEÑO Y FABRICACIÓN	4
1.1	Etapa de diseño de prototipos	4
1.2	Proceso de fabricación de prototipos.....	7
1.2.1	Descripción del proceso de fabricación.....	9
1.2.2	Resultados estructurales y prototipos	15
2	CARACTERIZACIÓN DE PROTOTIPOS	18
2.1	Consumo de potencia.....	18
2.1.1	Influencia de la geometría del calefactor y espesor de la membrana en el consumo	18
2.1.2	Conclusiones de los resultados obtenidos y comparación de consumos con los de otros dispositivos.....	22
2.2	Sensibilidad y su estabilidad a largo plazo	24
3	BIBLIOGRAFÍA	28

En este informe final, y de acuerdo con el plan de trabajo explicitado en la memoria inicial de proyecto, se explica el proceso de fabricación de un dispositivo para la detección de monóxido de carbono basado en los conocimientos previos de técnicas de fabricación del departamento de Microelectrónica y Microsistemas del CEIT, así como en el estudio particular sobre material sensor de monóxido de carbono llevado a cabo en este trabajo.

Para ello se diseña un proceso de fabricación que haga compatibles los diferentes procesos de fabricación en sala limpia con el diseño realizado. Las tecnologías utilizadas comprenden los depósitos de película delgada por *sputtering*, los tratamientos térmicos, micromecanizado de silicio y pegado anódico, así como el encapsulado y microsoldado de prototipos.

Se han desarrollado seis diseños en planta diferentes combinando varios modelos de electrodos interdigitados y de calefactores, y se han realizado varios ensayos para establecer las especificaciones de funcionamiento del mismo, principalmente la potencia consumida, sensibilidad, selectividad y estabilidad en el tiempo.

1 PROCESO DE DISEÑO Y FABRICACIÓN

1.1 ETAPA DE DISEÑO DE PROTOTIPOS

Los prototipos finales se han diseñado con unas dimensiones de conjunto de $5 \times 5 \text{ mm}^2$ de superficie y 2,18 mm de espesor, de los cuales 0,38 mm corresponden al espesor del sustrato de silicio y 1,8 al soporte de vidrio *pyrex* que se utiliza para conferir robustez al dispositivo, tal y como muestra esquemáticamente la figura 1 (el dibujo no está a escala).

El dispositivo sensor, del que se ha incluido uno de los diseños en planta en la figura 1, se sitúa sobre una membrana micromecanizada en silicio de $2 \times 2 \text{ mm}^2$ de superficie centrada en el chip. Se estudian varios espesores de membrana para evaluar su influencia en la potencia consumida, así como varios diseños de interdigitados para medida de resistencia en el SnO_2 , combinándolos con diseños diferentes de calefactor.

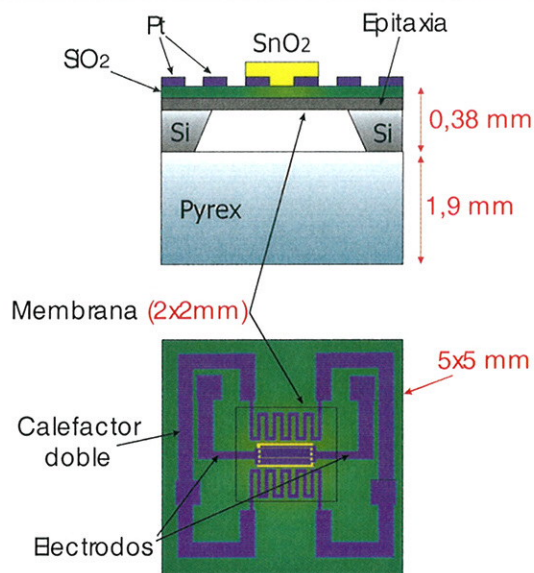


Figura 1 Esquema del diseño y dimensiones del prototipo final

Se han realizado dos diseños de calefactor, y por cada uno de ellos se ha diseñado también un chip con un termistor en el lugar que debe ocupar la película sensible, para la calibración de la temperatura en el área donde se va a ubicar en SnO_2 :

- Calefactor simple: situado en el centro de la membrana calienta lateralmente la película de óxido de estaño.
- Calefactor doble: situado a ambos lados de la película de óxido de estaño, calienta por ambos lados dicha película.

El calefactor es de diseño en superficie, con lo cual su fabricación tiene lugar al mismo tiempo que la de los electrodos interdigitados. Esto acorta notablemente el proceso de fabricación al evitar la obtención de una capa aislante, con las dificultades que conlleva.

Por otra parte se han contemplado tres geometrías de electrodos:

- 25 μm de ancho de pista de Pt y 25 μm de separación entre ellas
- 25 μm de ancho de pista de Pt y 50 μm de separación entre ellas
- 50 μm de ancho de pista de Pt y 50 μm de separación entre ellas

Combinando ambos diseños obtenemos 6 tipos de muestras a los que se suman dos diseños de termistor, uno por cada tipo de calefactor (tabla 1).

1C25-25	Calefactor simple, 25 μm pista de Pt, 25 μm de separación
1C25-50	Calefactor simple, 25 μm pista de Pt, 50 μm de separación
1C50-50	Calefactor simple, 50 μm pista de Pt, 50 μm de separación
2C25-25	Calefactor doble, 25 μm pista de Pt, 25 μm de separación
2C25-50	Calefactor doble, 25 μm pista de Pt, 50 μm de separación
2C50-50	Calefactor doble, 50 μm pista de Pt, 50 μm de separación
TERM1	Termistor para calibración de temperatura con calefactor simple
TERM2	Termistor para calibración de temperatura con calefactor doble

Tabla 1 Denominaciones asignadas a los diseños realizados como prototipos

Estos diseños se muestran en la figura 2, señalándose en verde la zona con óxido de estaño sobre los electrodos interdigitados. Las dimensiones exteriores de cada chip son de 5x5 mm².

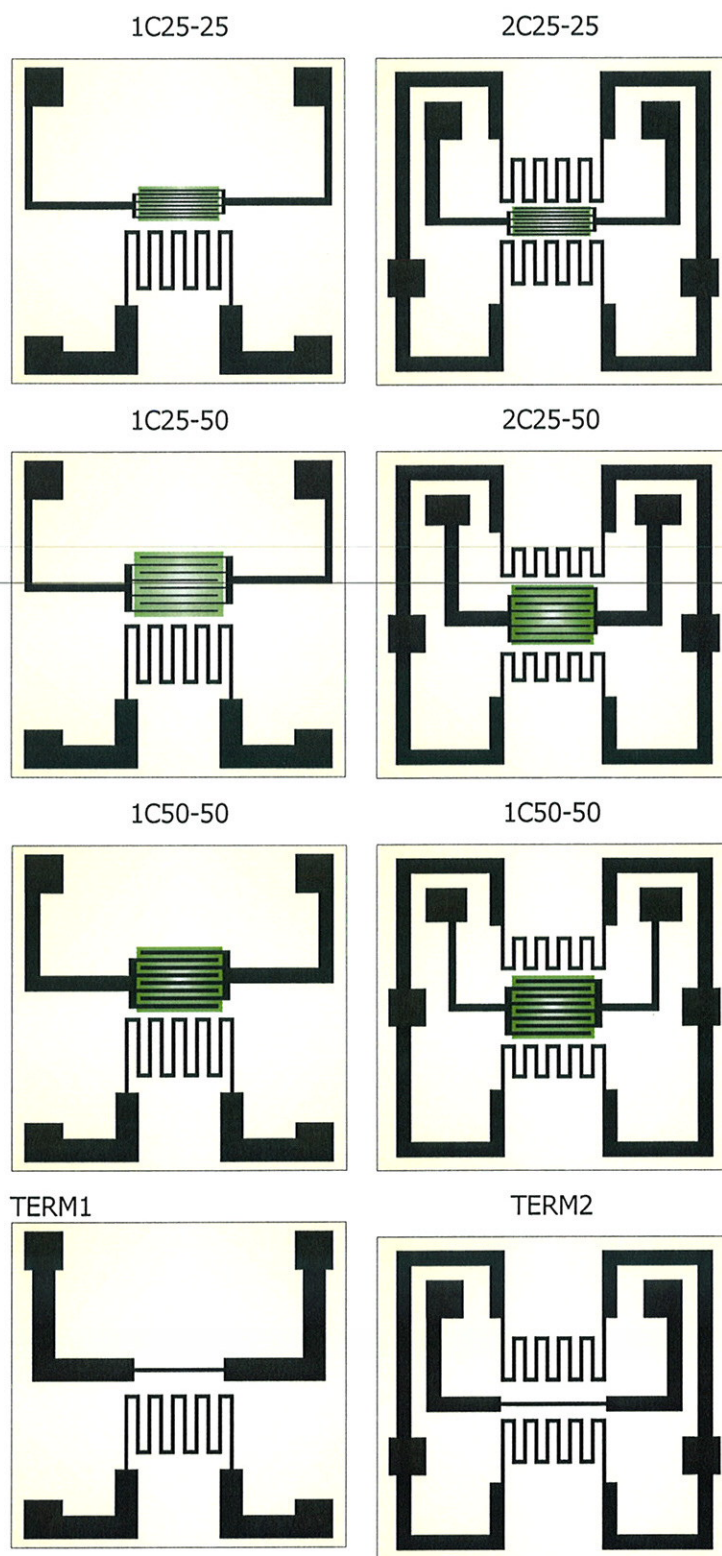


Figura 2 Diseños en planta de prototipos y termistores

Todos los diseños tienen en común las dimensiones totales, así como el espesor y las dimensiones superficiales de la membrana. Varía de unos a otros por un lado el diseño del calefactor, por tanto el número de cuadrados que conforman el mismo y su resistencia total, y por otro el área sensible de SnO_2 y la geometría de electrodos interdigitados. La geometría de electrodos confiere a la resistencia medida una relación de aspecto L/w , o lo que es lo mismo, el número de cuadrados medido por los contactos, es decir, el factor en el que disminuye la resistencia medida en la película de SnO_2 .

Denominación	Calefactor simple			Calefactor doble		
	1C25-25	1C25-50	1C50-50	2C25-25	2C25-50	2C50-50
Área sensible (mm^2)	0,5	1	1	0,5	1	1
L/w (SnO_2)	394	205	205	394	205	205
nº (Calefactor)	197	197	197	350	294	294

Tabla 2 Variantes de parámetros de diseño entre los diferentes prototipos

1.2 PROCESO DE FABRICACIÓN DE PROTOTIPOS

Todos los prototipos siguen el mismo proceso de fabricación y los diferentes espesores de membrana se alcanzan mediante epitaxias tipo N de diferentes grosores. El proceso se realiza con obleas ya epitaxiadas.

Los procesos microelectrónicos empleados en particular en la fabricación de este dispositivo son los siguientes:

- **Oxidación térmica** seca y húmeda para aislamiento y máscara de ataque
- **Sputtering**, para depósito de películas delgadas de platino, óxido de estaño (en este caso reactivo) y aluminio.
- **Fotolitografía convencional** (para ataque al SiO_2) y **por lift-off** para las geometrías de platino, óxido de estaño y aluminio.
- **Micromecanizado** del silicio para obtención de la membrana.
- **Pegado anódico** de silicio contra pyrex para conferir robustez al dispositivo final.
- **Encapsulado** y microsoldado de muestras para realización de pruebas.

La figura 3 muestra en un diagrama de flujo el proceso completo de fabricación, especificando el orden en el que se han llevado a cabo los procesos previamente enumerados. Se señalan asimismo las cuatro máscaras empleadas en cada proceso fotolitográfico.

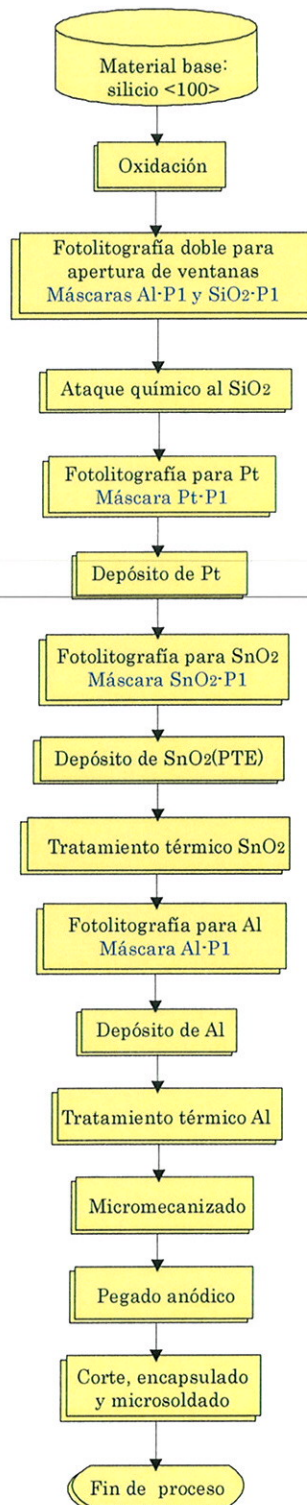


Figura 3. Diagrama de flujo del proceso de fabricación de prototipos

1.2.1 Descripción del proceso de fabricación

A continuación se pasa a describir detalladamente cada uno de los procesos, indicando los parámetros empleados en cada uno de ellos:

- ✓ **Oxidación térmica.** Se parte de obleas de silicio tipo P epitaxiadas (epitaxia tipo N del espesor con el que se desee la membrana), con orientación cristalográfica $\langle 100 \rangle$ y $380 \mu\text{m}$ de espesor. Se procede a la oxidación térmica en horno de tubos de cuarzo a temperatura de 1000°C en atmósfera oxidante. La finalidad es la obtención de óxido de silicio térmico que actúe como aislante dieléctrico. La secuencia de oxidación seguida es de 15 horas de oxidación seca + 4 horas de oxidación húmeda + 17 horas de oxidación seca para obtener $2 \mu\text{m}$ de óxido térmico.

Oblea	Atmósfera	T ($^\circ\text{C}$)	Tiempo	Espesor SiO_2
Si $\langle 100 \rangle$	Oxígeno	1000°C	15h(h)+4h(s)+17h(s)	$2 \mu\text{m}$

Tabla 3 Proceso de oxidación térmica

- ✓ **Fotolitografía convencional de doble cara.** Esta fotolitografía requiere cubrir las dos caras de la oblea con la fotorresina, y por tanto un alineamiento de doble cara, para obtener una serie de geometrías. Para ello se emplea la máscara máscara SiO_2 -P1 para la cara posterior y la Al-P1 para la cara anterior. Las ventanas de la cara posterior tienen la finalidad de abrir pasos en el SiO_2 para el proceso micromecanizado de silicio. Las de la cara anterior sirven también para abrir ventanas en el óxido, para depositar aluminio sobre ellas y obtener así un contacto óhmico con el sustrato de silicio en el proceso de micromecanizado.

Fotorresina	OCG HPR 504
Velocidad y tiempo de <i>spinning</i>	3000 rpm durante 30s
<i>Prebake(1)+Prebake (2)</i>	25 min a 90°C + 25 min a 90°C
Insolado	36 s cara ant.+ 18 s cara post.
Revelado	70 s en LSI/ H_2O 1:1
<i>Postbake</i>	30 min a 100°C

Tabla 4 Parámetros del proceso de fotolitografía de doble cara para ataque de óxido

- ✓ **Ataque al óxido de silicio.** Se lleva a cabo para la obtención de membranas delgadas. Dichas membranas son en este caso de forma cuadrada, y su dimensionado se ha realizado teniendo en cuenta la reducción de área que se produce entre el principio y el final del ataque debido al ángulo inherente al ataque anisotrópico por lo que las dimensiones laterales de los cuadrados en la máscara para lograr membranas de 2×2 son $l=2,53 \text{ El}$

ataque químico al óxido de silicio se lleva a cabo a temperatura ambiente, sumergiendo las obleas durante 40 minutos en un atacante compuesto por:

- 28 ml HF
- 170 ml H₂O
- 113 g NH₄F

Tras finalizar el ataque se sumergen las obleas en agua destilada para la eliminación total del atacante y a continuación se elimina la resina mediante un disolvente adecuado.

- ✓ **Fotolitografía para lift-off de Pt.** Esta fotolitografía tiene la finalidad de definir las geometrías del calefactor de Pt y de los electrodos interdigitados que miden la resistencia del óxido de estaño. Los parámetros de la misma se reflejan en la tabla 5.

Fotorresina	OCG HPR 504
Velocidad y tiempo de <i>spinning</i>	3500 rpm durante 30s
<i>Prebake</i>	30 min 100°C
Insolado	18 s
Revelado	3 min en LSI/H ₂ O 1:3
<i>Postbake</i>	35 min a 110°C

Tabla 5 Parámetros del proceso de fotolitografía de doble cara para *lift-off* de Pt

- ✓ **Depósito de platino por DC sputtering.** Se realiza un depósito de platino de unos 150 nm de espesor, con un depósito corto previo de cromo para asegurar la adherencia del platino al sustrato. Los parámetros del mismo se exponen en la tabla 6.

Vacío previo	8·10 ⁻⁷ mbar
Sputter-Clean	5 min a 100 W / atmósfera Ar / 5·10 ⁻³ mbar
Presputter Cr	3 min a 0,1A (320V) / atmósfera Ar / 3·10 ⁻³ mbar
Sputter Cr	3 min a 0,1A (331V) / atmósfera Ar / 3·10 ⁻³ mbar
Presputter Pt	3 min a 0,1A (386V) / atmósfera Ar / 3·10 ⁻³ mbar
Sputter Pt	19 min a 0,1A (386V) / atmósfera Ar / 3·10 ⁻³ mbar
Tasa de depósito de Pt	8 nm/min

Tabla 6 Parámetros del proceso de *sputtering* de Pt

- ✓ **Lift-off de Pt.** Se realiza en acetona a 40° C durante 1 h, para obtener las geometrías de electrodos y calefactor marcadas mediante la resina.
- ✓ **Fotolitografía de SnO₂.** Se utiliza también el *lift-off* como técnica fotolitográfica en este caso. Los parámetros concretos utilizados en cada paso del proceso fotolitográfico se exponen en la tabla 7. La fotolitografía en este caso no requiere *postbake* y la máscara utilizada es la SnO₂-P1.

Fotorresina	OCG HPR 504
Velocidad y tiempo de <i>spinning</i>	3000 rpm durante 30 s
<i>Prebake</i>	30 min a 100°C
Insolado	18 s
Revelado	3 min en LSI/H ₂ O 1:1

Tabla 7 Parámetros del proceso de fotolitografía para *lift-off* de SnO₂

- ✓ **Depósitos de óxido de estaño con Pt enterrado como aditivo: SnO₂(PTE).** Los depósitos se han llevado a cabo por *DC sputtering* reactivo a partir de un blanco de Sn y con atmósfera de 100% de oxígeno para el SnO₂, y en atmósfera de Ar para el Pt. En el caso del Pt el depósito se realiza en condiciones especiales, ya que se obtura parcialmente el cátodo para reducir la cantidad de material que alcanza el sustrato. En la tabla 8 se expone el proceso de depósito de óxido de estaño con Pt enterrado (PTE) describiéndolo de modo secuencial.

Vacío previo	7·10 ⁻⁷ mbar
Sputter-Clean	5 min a 100 W / atmósfera Ar / 5,2·10 ⁻³ mbar
Presputter SnO₂	5 min a 0,1A (356V) / atmósfera O ₂ / 3,2·10 ⁻³ mbar
Sputter SnO₂	30 min a 0,1A (350V) / atmósfera O ₂ / 3,2·10 ⁻³ mbar
Presputter Pt	3 min a 0,05A (546V) / atmósfera Ar / 5·10 ⁻³ mbar
Sputter Pt	90 s a 0,05 (546V) / atmósfera Ar / 5·10 ⁻³ mbar
Sputter SnO₂	90 min a 0,1A (350V) / atmósfera O ₂ / 3·10 ⁻³ mbar
Tasa de depósito de SnO₂	1,6 nm/min

Tabla 8 Parámetros del proceso de *sputtering* de SnO₂(PTE)

- ✓ **Tratamiento térmico al óxido de estaño.** Se efectúa a una temperatura de 600° C durante 10 h en un flujo de aire sintético, con el fin de alcanzar los parámetros estructurales establecidos.
- ✓ **Fotolitografía para lift-off de Al.** Esta fotolitografía sirve para definir las geometrías los contactos de aluminio sobre las ventanas abiertas en el SiO₂. Estos depósitos de aluminio, realizados por tanto directamente sobre el silicio, tienen por objeto proveer el contacto eléctrico de carácter óhmico necesario para el proceso de micromecanizado de silicio. Los parámetros utilizados se reflejan en la tabla 9.

Fotorresina	OCG HPR 504
Velocidad y tiempo de <i>spinning</i>	3500 rpm durante 30s
<i>Prebake</i>	30 min 100°C
Insolado	18 s
Revelado	70 s en LSI/H ₂ O 1:1
<i>Postbake</i>	35 min a 120°C

Tabla 9 Parámetros del proceso de fotolitografía de doble cara para *lift-off* de Pt

- ✓ **Depósito de Al por DC sputtering.** El depósito se realiza para obtener aproximadamente una micra de espesor de aluminio sobre las ventanas abiertas en el óxido de silicio. Los parámetros utilizados se pueden consultar en la tabla 10.

Vacío previo	8·10 ⁻⁷ mbar
Sputter-Clean	5 min a 100 W / atmósfera Ar / 5·10 ⁻³ mbar
Presputter Al	3 min a 0,4A (358V) / atmósfera Ar / 3·10 ⁻³ mbar
Sputter Al	120 min a 0.4A (367V) / atmósfera Ar / 3·10 ⁻³ mbar

Tabla 10 Parámetros del proceso de *sputtering* de Al

- ✓ **Lift-off de Al.** Se realiza en acetona a 40° C durante aproximadamente 2 h, para obtener la geometría de cuadrada de los contactos de aluminio.
- ✓ **Tratamiento térmico al Al.** Se efectúa a una temperatura de 450° C durante 1 h en atmósfera reductora, con el fin de que el aluminio difunda hacia el interior del silicio y provea de este modo un buen contacto eléctrico con el mismo.
- ✓ **Micromecanizado de silicio.** El micromecanizado se realiza por ataque anisotrópico con parada electroquímica para conseguir una membrana del espesor marcado por el de la

epitaxia tipo N difundida en la oblea. Para el control de la parada se monitoriza la intensidad eléctrica que circula por la oblea hacia el electrolito (figura 4). Cuando la corriente alcanza un pico abrupto, en este caso de unos 4,3 mA y empieza a descender su valor, quiere decir que se ha alcanzado la epitaxia y el proceso se da por finalizado. Las condiciones del ataque son las siguientes:

- Temperatura: 80° C
- Electrolito: KOH al 20% en agua
- Agitación magnética a 800 rpm

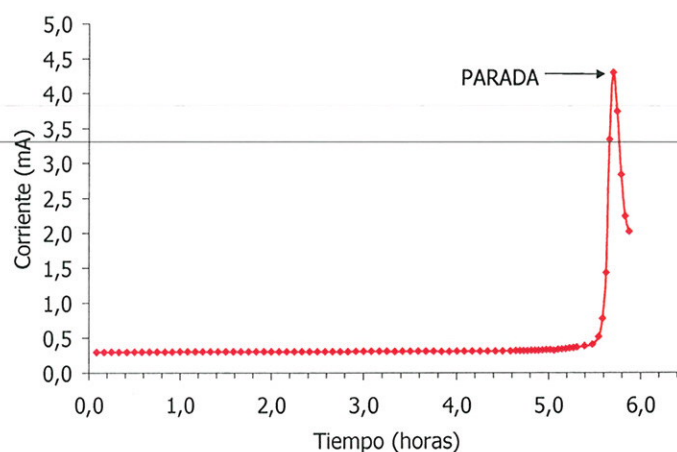


Figura 4 Monitorización de la corriente durante el proceso de micromecanizado

- ✓ **Pegado anódico.** Este proceso consiste en el pegado del silicio con una oblea de vidrio *pyrex* para reforzar el dispositivo y actuar como aislante térmico entre el silicio, muy conductor del calor, y el metal del encapsulado. Para realizar el pegado la fuente de calor ha de estar estabilizada previamente en la temperatura exacta. Una vez colocada la oblea de silicio y el *pyrex* sobre la misma, se procede a subir paulatinamente la tensión hasta alcanzar los 900 V. Las condiciones en las que se lleva a cabo el proceso se enumeran a continuación:
 - Temperatura: 350° C
 - Tensión: 900 V
 - Tiempo: 20 minutos
- ✓ **Corte, encapsulado y microsoldado.** El corte de las obleas sobre sustrato de *pyrex* en cuadrados de 5x5 mm² se ha efectuado en una cortadora automática MicroACE serie 3 de Loadpoint Limited. Se han encapsulado prototipos en dos tipos de soportes: un soporte DIP (*Dual-in-line-package*) de 24 pines y un soporte tipo TO de 12 pines. Los contactos se han obtenido mediante un sistema de microsoldado por ultrasonidos Kulicke & Soffa 4523 con hilo de Al-Si(1%) de 50 micras de diámetro.

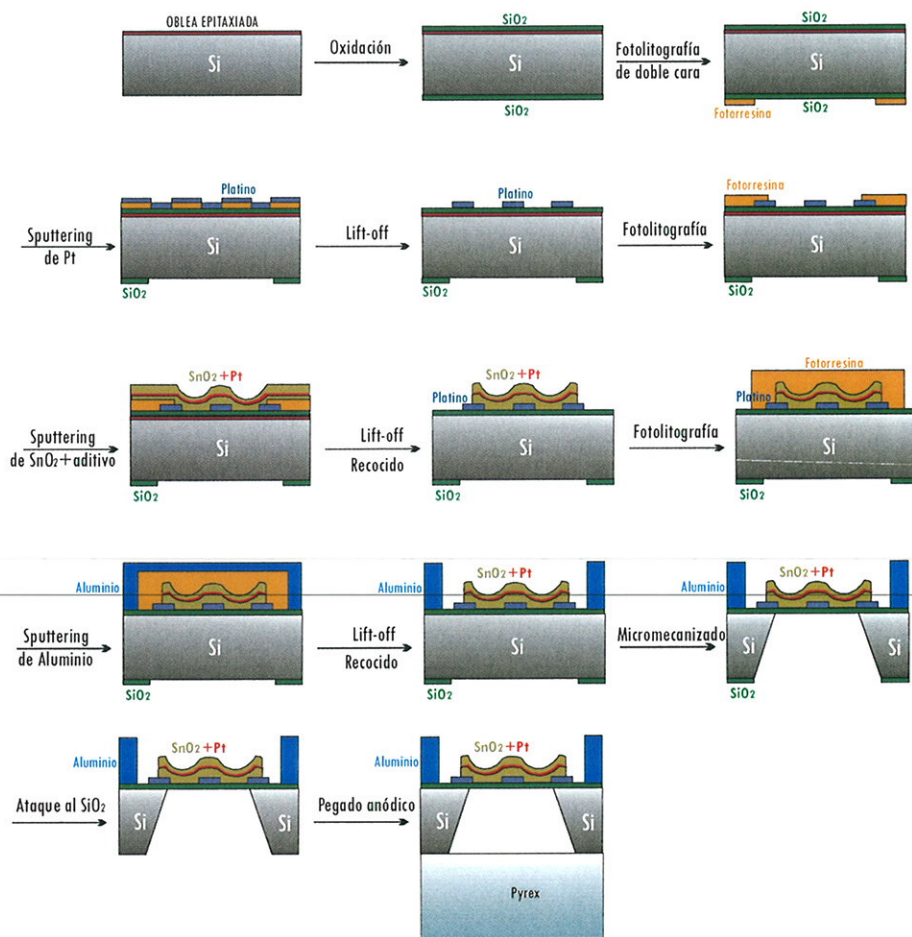


Figura 5 Evolución en sección del proceso de fabricación de prototipos

El proceso completo, exceptuando los pasos finales de encapsulado y microsoldado, queda esquematizado mediante la evolución de la sección de la figura 5.

1.2.2 Resultados estructurales y prototipos

Se han fabricado varias series cortas de prototipos sobre obleas de tres pulgadas, cada una de las cuales con 48 prototipos. La figura 6 muestra un ejemplo de oblea procesada antes del corte de prototipos. Los cuadrados centrales y exteriores de color uniforme son los contactos de aluminio para el micromecanizado.

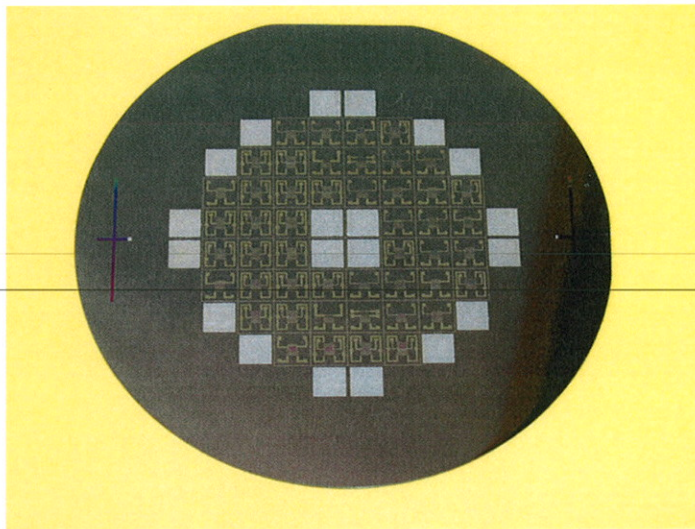


Figura 6 Oblea procesada

Con ayuda del microscopio óptico se pueden observar detalles de una geometría completa 1C25-25 antes de depositar la capa de óxido de estaño sobre la misma, figura 7, y con platino como único material depositado.

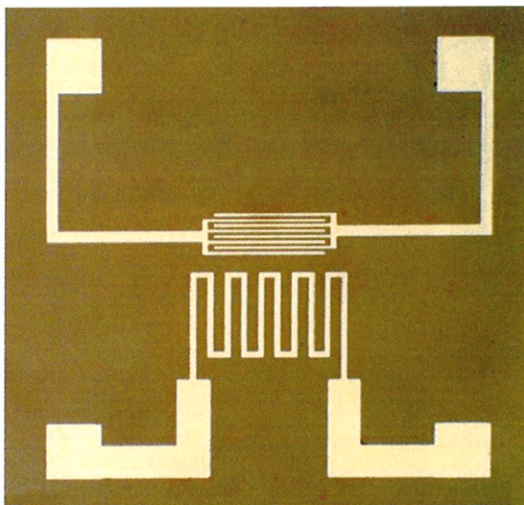


Figura 7 Micrografía del prototipo 1C25-25

En la figura 8 se incluyen los prototipos terminados, en los que ya se puede ver la geometría rectangular de óxido de estaño, que ofrece un aspecto semitransparente sobre los contactos interdigitados de platino. Se observa por un lado (parte superior) la geometría 2C25-50 como ejemplo de calefactor doble y por otro la 1C50-50 como ejemplo de calefactor simple (parte inferior).

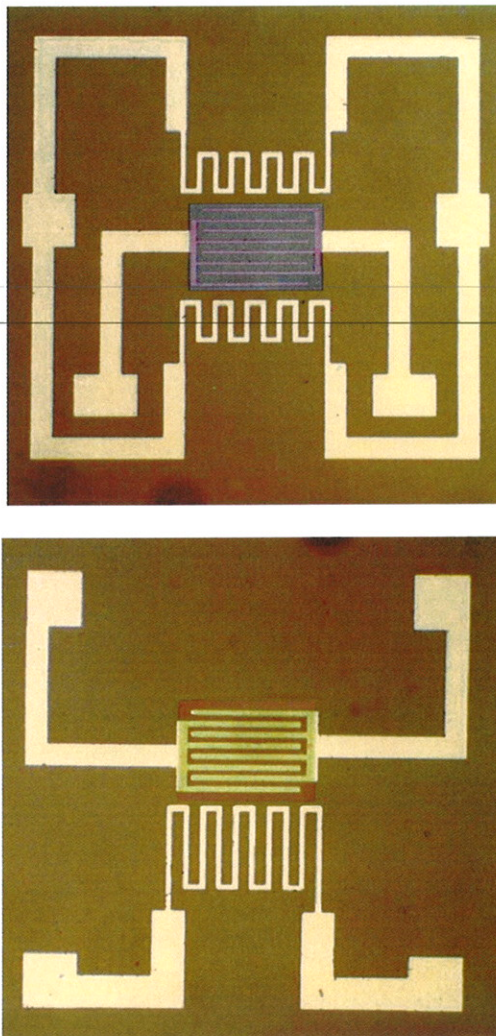


Figura 8 Micrografías de los diseños 2C25-50 y 1C50-50

La figura 9 presenta los prototipos sensores de gas, en encapsulado DIP en la parte superior y en TO en la parte inferior. En la fotografía superior se pueden apreciar las microsoldaduras realizadas sobre los *pads* de Pt para alimentar tanto sensor como calefactor y tomar medidas eléctricas del mismo.

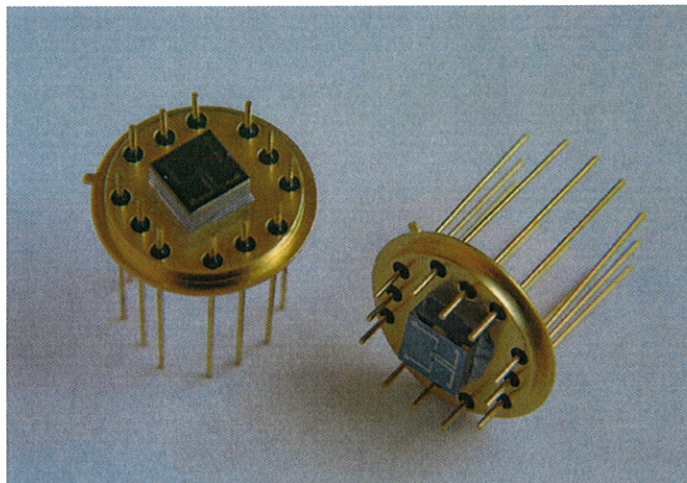
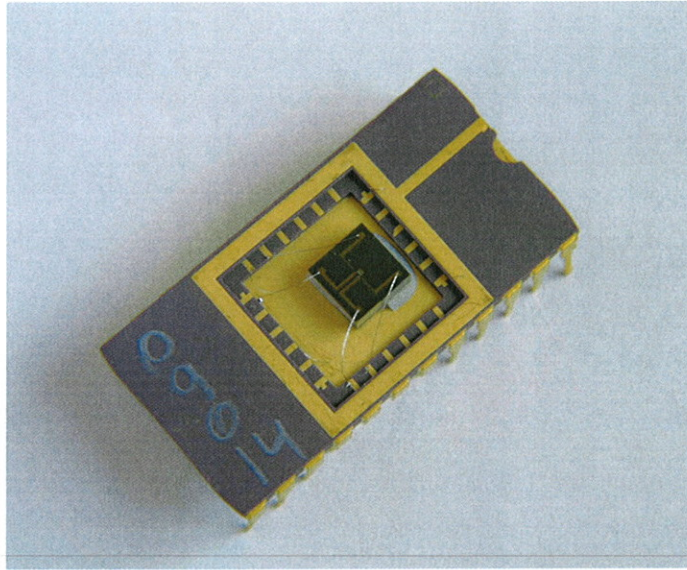


Figura 9 Prototipos encapsulados

2 CARACTERIZACIÓN DE PROTOTIPOS

Las pruebas que se han realizado específicamente con el sensor acabado, han sido las que conciernen a su funcionamiento como dispositivo y no tanto al comportamiento del material, que ya ha sido analizado y discutido previamente. Los aspectos estudiados han sido los siguientes:

- ✓ Consumo de potencia
- ✓ Sensibilidad y su estabilidad a largo plazo

2.1 CONSUMO DE POTENCIA

2.1.1 *Influencia de la geometría del calefactor y espesor de la membrana en el consumo*

Los chips diseñados para el cálculo de la temperatura alcanzada en el sensor en función de la potencia aplicada en el calefactor superficial se han llamado TERM1 (en el diseño con calefactor simple) y TERM2 (cuando el calefactor es doble). El esquema del montaje de medida se muestra en la figura 10.

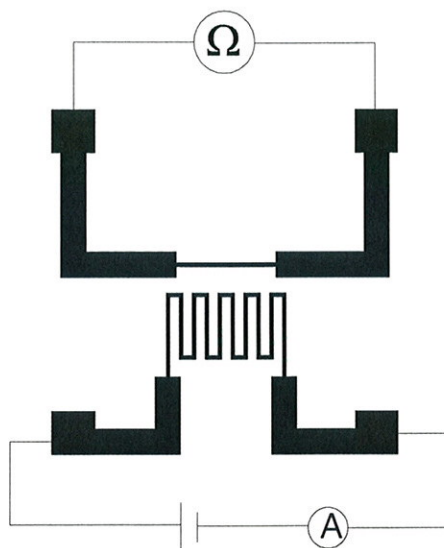


Figura 10 Esquema de medida utilizado para el cálculo de la curva temperatura vs potencia en los prototipos sensores

El sistema utilizado es el siguiente: se mide a temperatura ambiente la resistencia tanto de la geometría de Pt utilizada para medida de temperatura, como en el propio calefactor y se toman como valores iniciales R_0 . A continuación se aplica tensión en el calefactor y se va aumentando su valor paulatinamente, midiendo la corriente que consume para el cálculo de la potencia. La magnitud de la resistencia de medida, permite calcular mediante la expresión [1] la temperatura a la que se encontraría el sensor ubicado en esa misma posición. Al mismo

tiempo, se puede calcular mediante la misma expresión, la temperatura que alcanza el propio calefactor.

$$T = T_0 + \frac{\frac{R}{R_0} - 1}{TCR} \quad [1]$$

$T_0 = 22^\circ \text{C}$, temperatura ambiente

$TCR = 2070 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$, coeficiente térmico resistivo del platino

R , resistencia en el elemento resistivo (calefactor o resistencia de calibración) donde se desee estimar la temperatura (Ω)

R_0 , resistencia inicial en el elemento resistivo (Ω)

Se ha realizado en primer lugar un estudio de la influencia de la geometría de calefactor utilizada, mediante las geometrías TERM1 y TERM2. Las membranas obtenidas presentan 20 micras de espesor en ambos casos. Como conclusión al estudiar la gráfica, en la que se incluyen las regresiones lineales de las relaciones temperatura-potencia, se puede señalar que al comparar la influencia de la geometría del calefactor en la potencia consumida, se observa que el calefactor doble presenta un consumo menor que el calefactor simple, aunque la diferencia no es significativa. Este particular se puede comprobar en los datos de la tabla 11, que muestran la potencia consumida en cada uno de los diseños para alcanzar una temperatura de 300°C , observándose que la diferencia de consumos es únicamente de un 4%.

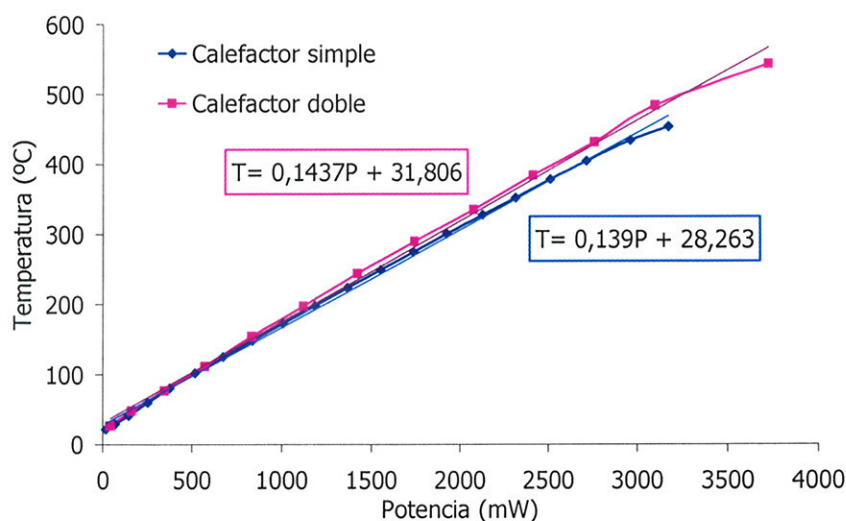


Figura 11 Temperatura en el sensor en función de consumo de potencia en calefactor simple y calefactor doble

	calef. simple	calef. doble
P para 300°C	1954 mW	1866 mW

Tabla 11 Comparación de potencias necesarias para alcanzar 300° C con geometrías de calefactor diferentes

Se ha realizado también un estudio comparativo de la potencia consumida para alcanzar una cierta temperatura en dispositivos con tres espesores diferentes de membrana. Para efectuar esta comparación se han fabricado prototipos de 20 micras de espesor con la geometría utilizada por [Olaizola 99], que se presentan en la micrografía de la figura 12, y no la diseñada para este trabajo, de modo que se puede establecer una relación con sus resultados con espesores de 10 y 15 micras, que son los que han precedido a este diseño. En este caso el calefactor ocupa un área menor en el centro de la membrana de 3x3 mm², de tal modo que el área sensible de óxido de estaño se sitúa rodeando al calefactor en forma de U, y ocupando un área de unos 2 mm² alrededor del mismo.

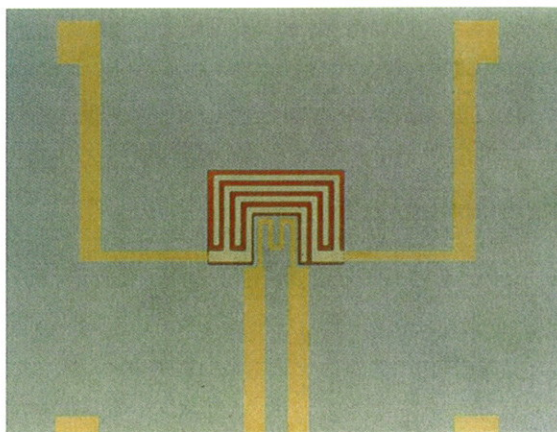


Figura 12 Micrografía de diseño de calefactor empleado para la comparación de consumos con varios espesores de membrana

La gráfica que muestra la evolución del consumo a medida que aumenta la temperatura en dispositivos con este diseño al variar los espesores de membrana micromecanizada, se puede ver en la figura 13. Se han obtenido regresiones lineales para las expresiones que relacionan la temperatura alcanzada con la potencia consumida, que se incluyen en la propia gráfica.

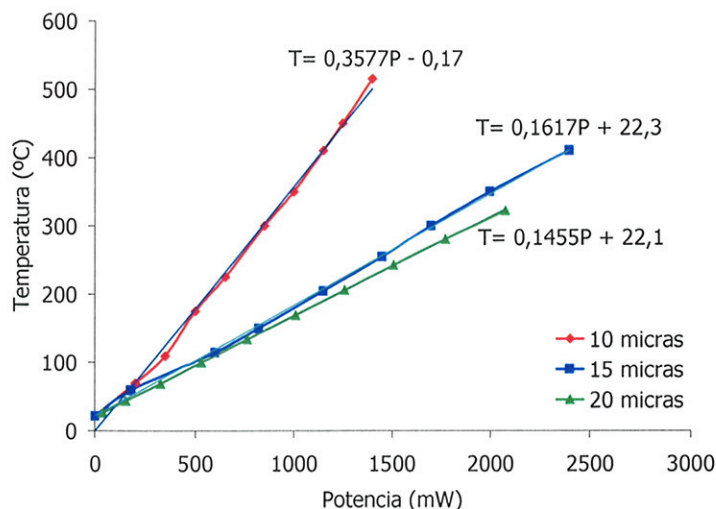


Figura 11 Consumo de potencia vs temperatura para diferentes espesores de membrana micromecanizada

Si se considera la potencia necesaria con cada una de las membranas para alcanzar 300° C, se obtienen los datos de la tabla 12.

	10 micras	15 micras	20 micras
P para 300°C	839 mW	1717 mW	1910 mW

Tabla 12 Potencias necesarias para alcanzar 300° C con los 3 espesores de membrana considerados

Como es de esperar, a mayor espesor de membrana, existe un mayor consumo de potencia porque el volumen de material a calentar es superior. Además, debido a la elevada conductividad térmica del silicio, la conducción de calor hacia los alrededores se incrementa también al aumentar el espesor. Los datos de conductividades térmicas de la tabla 13 [Simon 01] confirman este extremo, corroborando además que la pérdida de potencia de calentamiento más acusada se produce mediante la conducción a través del silicio y no por la convección superficial con la atmósfera circundante.

Material	Conductividad térmica en W/(m·K)
Silicio	150
Óxido de silicio	1,4
Nitruro de silicio	9-30
Aire	0,044

Tabla 13 Conductividades térmicas de diferentes medios [Simon 01]

Si se comparan los resultados de potencia necesaria para alcanzar los 300° C (tablas 11 y 12) en el sensor en los tres dispositivos con espesores de 20 micras (calefactores doble y simple del presente diseño y calefactor de la figura 12), se puede apreciar que la relación área sensible/ área de membrana no influye en el consumo de potencia, al menos con este espesor de membrana.

Los trabajos realizados en [Olaizola 99] analizan además la influencia del espesor del vidrio pyrex utilizado como soporte del chip. La utilización del *pyrex* de mayor espesor también disminuye el consumo de potencia, por evitar en mayor medida la disipación de calor hacia los encapsulados metálicos, ya que su conductividad térmica es baja. A pesar de conocer este extremo, se ha desestimado el uso de espesores mayores por las dificultades que entrañan a la hora del corte de las obleas.

2.1.2 Conclusiones de los resultados obtenidos y comparación de consumos con los de otros dispositivos

El objetivo general de los sustratos micromecanizados en sensores de gas es, además de la reducción del consumo de potencia, obtener una distribución uniforme de la temperatura y unas buenas propiedades mecánicas que confieran resistencia a la membrana y eviten las tensiones producidas por el calentamiento de la misma.

La tecnología existente permite reducir los consumos, mediante diseños optimizados de membranas micromecanizadas, en los que se reducen los caminos de disipación de calor separando la membrana del sustrato al utilizar membranas suspendidas.

En el caso de las denominadas membranas cerradas, como la utilizada en este caso, las pautas a seguir en el diseño son las siguientes:

- ✓ Adelgazamiento del espesor en la mayor medida posible.
- ✓ Ajuste de la relación área de calefactor/ área de la membrana a una relación de 1:3 (recogida como óptima por [Simon 01]).
- ✓ Reducción del área a calentar.

Los problemas que puede acarrear el seguimiento de estas directrices son varios:

- ✓ No siempre se puede reducir el área sensible todo lo que se desea, debido por una parte a las limitaciones que suponen los medios de fabricación empleados en cada caso, y por otra el hecho de que los materiales sensibles suelen ser altamente resistivos, por lo que disminuir su resistencia a valores susceptibles de medida supone el uso de un mínimo de contactos interdigitados.
- ✓ Tampoco es posible agrandar la membrana todo lo que se desee, porque se volvería estructuralmente frágil, sin olvidar las tensiones que se producen en la misma al calentarla.
- ✓ En los calefactores superficiales es importante que el área de óxido de estaño esté lo más próxima posible al calefactor. Lo contrario supone un gradiente de

temperatura acusado entre sensor y calefactor, lo que podría llegar a dañar este último.

Si se contrastan los datos con los aportados por la bibliografía en cuanto a dispositivos micromecanizados, se pueden ver los consumos de potencia recopilados en la tabla 14, obtenidos mediante las técnicas y con los parámetros estructurales señalados.

Referencia	Consumo (T^a)	Material calef.	$A_{\text{sensible}}/A_{\text{membrana}}$	Espesor membrana	Tecnología membrana
[Lee 96]	60 mW (250°C)	Pt Poli-Si	$(0,4 \times 0,4) \text{ mm}^2 / (3 \times 3) \text{ mm}^2$	2,7 μm	cerrada, ataque KOH
[Tang 98]	30 mW (300°C)	Poli-Si	—	1,5 μm	suspendida, ataque EDP
[Popescu 96]	60 mW (300°C)	Poli-Si	$(0,1 \times 0,1) \text{ mm}^2 / (0,3 \times 0,3) \text{ mm}^2$	0,2 μm	suspendida, ataque KOH + plasma
[Guidi 98]	8 mW (300°C)	Pt	$(0,75 \times 0,75) \text{ mm}^2 / (1,5 \times 1,5) \text{ mm}^2$	2,7 μm	cerrada, ataque KOH
Resultados propios	$\cong 1900 \text{ mW}$ (300°C)	Pt	$1 \text{ ó } 0,5 \text{ mm}^2 / (2 \times 2) \text{ mm}^2$	20 μm	cerrada, ataque KOH
	$\cong 840 \text{ mW}$ (300°C)	Pt	$2 \text{ mm}^2 / (3 \times 3) \text{ mm}^2$	10 μm	

Tabla 14 Resultados de consumos con micromecanizados diferentes

Resulta evidente que la reducción del consumo de potencia radica básicamente en el adelgazamiento de la membrana, así como en la eliminación del silicio en la mayor medida posible, debido a su elevada conductividad térmica. En el presente trabajo no se encontraba entre los objetivos la reducción del consumo de potencia, dado que ya se conocían de antemano las limitaciones en la optimización de este aspecto mediante las técnicas utilizadas.

A continuación se extiende la comparación de consumos a dispositivos comerciales, incluyendo en este caso sensores fabricados mediante tecnologías diferentes a las de película delgada. Los datos se incluyen en la tabla 15.

Tecnología	Marca	Modelo	Consumo	Otros datos
Sinterizado	FIS [FIS 02]	SB-500	120 mW (max)	T^a pulsada
Pel. gruesa	Figaro [Figaro 02]	TGS-2412	1012 mW (max) 14 mW (med)	T^a pulsada
Pel. delgada	Microsens [Microsens 02]	MGS3000	37,8 mW	Membrana suspendida $A_{\text{sensible}}/A_{\text{membrana}} = (1,6 \times 1,6) \mu\text{m}^2 / (500 \times 500) \mu\text{m}^2$ Calefactor de Pt

Pel. delgada	MICS	MICS1110	85 mW	Tª pulsada
	[MICS 02]			Membrana cerrada

Tabla 15 Comparación de consumos de sensores de CO comerciales

Tanto los dispositivos de película delgada como los fabricados mediante otras tecnologías tratan de utilizar tácticas que permitan la reducción en el consumo. Como ya se ha mencionado, una de las prácticas habituales es la utilización de temperatura pulsada, es decir, el calentamiento de la película únicamente durante intervalos limitados de tiempo.

2.2 SENSIBILIDAD Y SU ESTABILIDAD A LARGO PLAZO

Se ha efectuado el ensayo de estabilidad temporal realizando una primera estabilización de las muestras durante 14 horas a 550° C (figura 12), a continuación de la cual se sitúa el sensor a 300° C y se dejan transcurrir 8 días hasta efectuar la primera medida de respuesta ante gas. Las pruebas se efectúan con concentraciones de 100 ppm de CO, 1% de metano y 750 ppm de etanol respectivamente, en las condiciones de humedad estándar (40% rh), y se repiten cada 7 días.

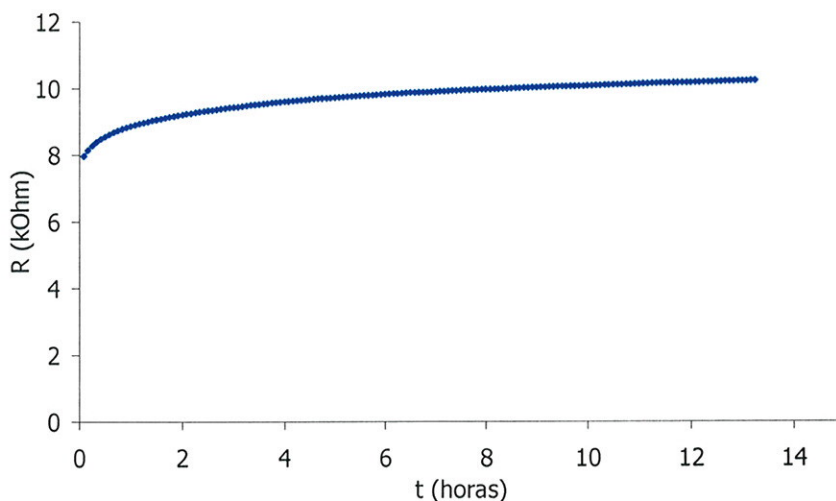


Figura 12 Primera estabilización de la resistencia del sensor a 550° C

Los resultados referentes a la evolución de la respuesta del sensor a los tres gases en las concentraciones señaladas, se muestran en la figura 13.

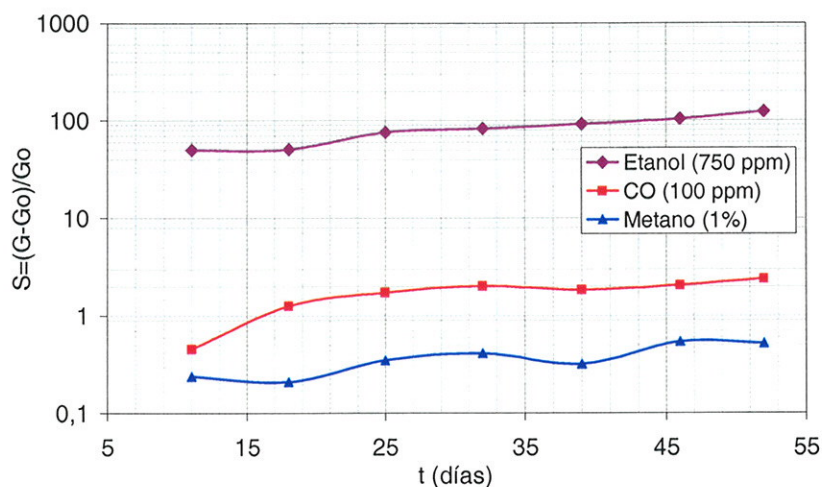


Figura 13 Resultados de la evolución temporal de la respuesta a los gases indicados

Se observa una tendencia a la estabilización de los valores de la respuesta en los tres casos, aunque aún no se alcanza por completo, debido probablemente a la baja temperatura de funcionamiento establecida. La respuesta a 100 ppm de CO en particular se estabiliza en un valor de $S=2$. La respuesta del sensor al etanol es elevada, dado que el prototipo se ha fabricado con material PTE, sin filtro de película gruesa incluido. Esta falta de estabilización temporal se ve confirmada por una tendencia similar de la línea base de resistencia del sensor, que se muestra en la figura 14, y que en el tiempo señalado aún no ha alcanzado un valor uniforme.

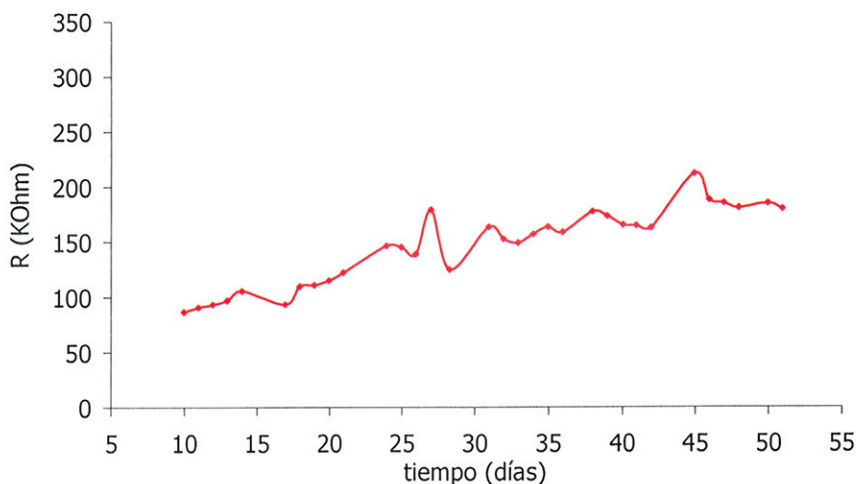


Figura 14 Evolución de la línea base de resistencia del sensor durante el ensayo de estabilidad temporal

En general en todo tipo de películas de SnO_2 , tanto gruesas como delgadas, el alcanzar un valor resistivo poco variable en el tiempo es complejo, por ejemplo en [Nicoletti 99] se

observa que el valor de la resistencia no se estabiliza tras 8 días de calentamiento continuo a 400°C (película obtenida por *pulsed laser ablation*). Del mismo modo, en [Rella 99], con una película obtenida por *sol-gel*, tras 10 días de estabilización se sigue observando una variación de la respuesta a 50 ppm de CO en todas las temperaturas consideradas entre 150 y 450° C.

En nuestro caso la falta de estabilidad inicial se podría asociar a las distorsiones y deformaciones de red aún presentes tras el tratamiento térmico del óxido de estaño a temperatura de 600° C durante 10 horas en aire sintético. Esta inestabilidad temporal es menor [Olaizola 99] en el caso de películas más gruesas (600 nm) en las que la red se ve menos afectada por el sustrato.

La evolución de los valores de selectividad al metano (1%) y al etanol (750 ppm) en presencia de 100 ppm de monóxido de carbono se presentan en la tabla 16. La selectividad al metano, aunque menos estable, muestra un valor siempre alto, mientras que la selectividad al etanol en ausencia de filtro sigue siendo pobre y se mantiene en ese valor a medida que transcurre el tiempo.

Días transcurridos	Sco/Smet	Sco/Set
11	1,92	0,009
18	6,05	0,025
25	4,97	0,023
32	4,93	0,024
39	5,78	0,02
46	3,83	0,02

Tabla 16 Estabilidad temporal de la selectividad al metano y al etanol en los prototipos

Si se comparan estos valores con los de dispositivos comerciales, Microsens en su modelo MSGS 3000 presenta una selectividad a 100 ppm de CO en presencia del 1% de metano de Sel=2,5, menor que la obtenida como promedio por nuestro dispositivo, que utiliza una película PTE.

Los datos que se han encontrado en dispositivos comerciales acerca del etanol, no son comparables a los aquí expuestos, por utilizar en todos los casos encontrados filtros de carbón activo externos al sensor y colocados en la cápsula del mismo.

Por último, si se considera la variación de resistencia que se produce en el elemento calefactor, se mantiene en un valor muy estable a lo largo de todo el ensayo, como se puede apreciar en la figura 15. Esto nos lleva a la conclusión de que la película de platino se encuentra perfectamente estabilizada y de que mantiene su capacidad de calentamiento a lo largo del período considerado.

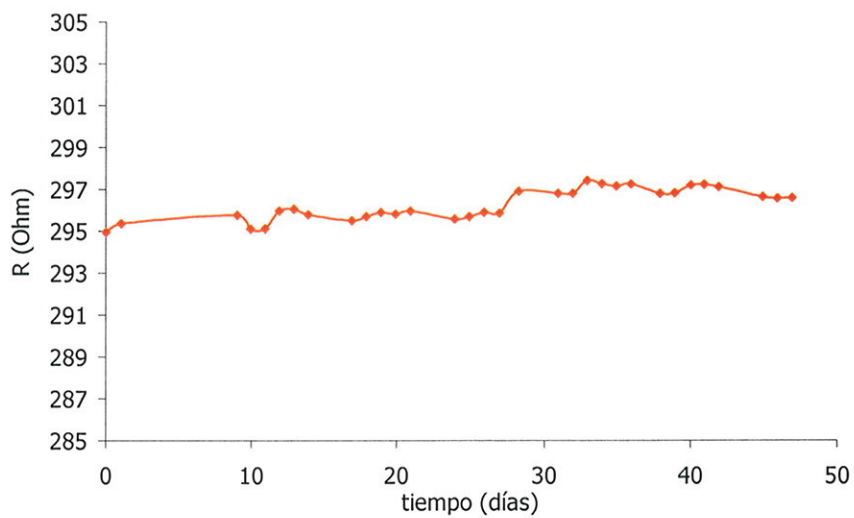


Figura 15 Estabilidad temporal de la resistencia del calefactor

3 BIBLIOGRAFÍA

- [Figaro 02] Información de la compañía Figaro en la página web www.figarosensor.com
- [FIS 02] Información de la compañía FIS en la página web www.fisinc.co.jp
- [Guidi 98] V. Guidi, G.C. Cardinali, L. Dori, G. Faglia, M. Ferroni, G. Martinelli, P. Nelli, G. Sberveglieri, "*Thin-film gas sensor implemented on a low-power-consumption micromachined silicon structure*", Sensors and Actuators B 49 , (1998), 88-92
- [Lee 96] Duk-Dong Lee, Wang-Young Chung, Man-Sik Choi, Jong-Mu Baek, "*Low power micro gas sensor*", Sensors and Actuators B 33 (1996), 147-150
- [MICS 02] Información de la compañía MICS (MicroChemical Systems) en la página web www.microchemical.com
- [Microsens 02] Información de la compañía Microsens en la página web www.microsens.ch
- [Nicoletti 99] S. Nicoletti, L. Dori, G.C. Cardinali, A. Parisini, "*Gas sensors for air quality monitoring: realisation and characterisation of undoped and noble metal-doped SnO₂ thin sensing films deposited by the pulsed laser ablation*", Sensors and Actuators B 60 (1999), 90-96
- [Olaizola 99] S.M. Olaizola, "*Crecimiento de películas delgadas de SnO₂ mediante pulverización catódica para el desarrollo de microsensores de gas metano*", Tesis Doctoral, Universidad de Navarra (1999)
- [Popescu 96] D.S. Popescu, C. Dunare, O. Nedelcu, V. Moagar, D.C. Dascalu, "*Microstructures for chemical gas sensors and for arrays of chemical gas sensors*", Eurosensors X P2.1-227 (1996), 633-636
- [Rella 99] R. Rella, P. Siciliano, S. Capone, M. Epifani, L. Vasanelli, A. Licciulli, "*Air quality monitoring by means of sol-gel integrated tin oxide thin films*", Sensors and Actuators B 58 (1999), 283-288
- [Simon 01] Isolde Simon, Nicolae Bârsan, Michael Bauer, Udo Weimar, "*Micromachined metal oxide gas sensors: opportunities to improve sensor performance*", Sensors and Actuators B 73 (2001), 1-26
- [Tang 98] Zhenang Tang, Samuel K.H. Fung, Darwin T.W. Wong, Philip C.H. Chan, Johnny K.O. Sin, Peter W. Cheung, "*An integrated gas sensor based on tin oxide thin-film and improved micro-hotplate*", Sensors and Actuators B 46 (1998), 174-479