

## **5. Anàlisi tèrmica i termomecànica de membranes suspeses**

Els substrats micromecanitzats de tipus membrana oberta o suspesa presenten millores en quan al comportament tèrmic en comparació a les membranes tancades d'iguals dimensions [Ross97]. La reducció de part de la membrana mitjançant tècniques d'atac augmenta l'aïllament tèrmic i redueix la massa tèrmica total.

Per altra banda, des del punt de vista mecànic, aquest tipus d'estructures presenten una rigidesa menor ja que l'àrea activa està fixada a la resta de silici només a través dels braços de suspensió. Tot i que aquesta menor rigidesa facilita l'alliberament dels estressos tèrmics a través de la deflexió de l'estructura, pot fer difícil la compatibilitat del substrat amb processos de dipòsit d'òxids metàl·lics en forma de capes gruixudes.

Per últim, la substitució del material que compon la microresistència de polisilici a platí, el qual és molt menys resistiu, permet treballar a voltatges més baixos, la qual cosa pot ser determinant en aplicacions portàtils o que requereixin la integració dels sensors amb altres components electrònics de baix voltatge.

## 5.1 Anàlisi tèrmica de membranes suspeses

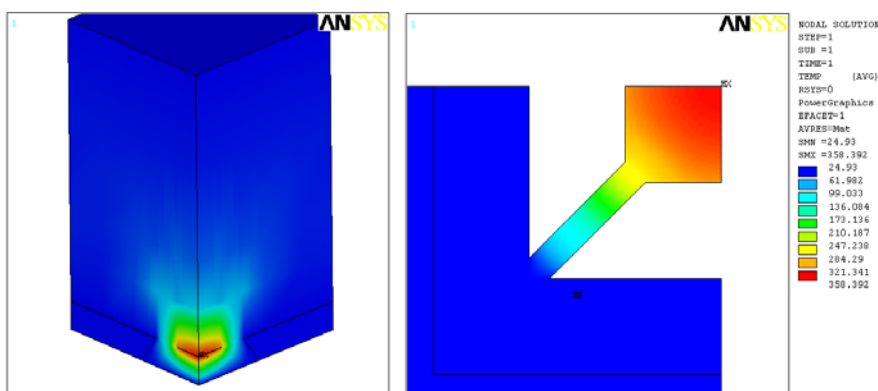
### 5.1.1 Simulacions tèrmiques i termofluídiques.

Seguint la metodologia adquirida en la modelització de membranes tancades s'han realitzat tota una sèrie de simulacions tèrmiques per tal d'analitzar el comportament tèrmic en membranes suspeses.

Inicialment es van realitzar una sèrie de simulacions preliminars lineals, en les que es va incloure les pèrdues a través de l'aire que envolta l'estructura, però considerant la seva conductivitat tèrmica constant. Els resultats obtinguts sobreestimaven el consum en potència, per la qual cosa s'ha completat el model afegint la dependència amb la temperatura de la conductivitat tèrmica. Addicionalment, s'han dut a terme simulacions termofluídiques per tal d'analitzar el paper de la convecció natural en aquest tipus d'estructures.

### 5.1.1.1 Simulacions tèrmiques lineals

Seguint la mateixa metodologia que per les membranes tancades, s'han desenvolupat models 3D de les membranes suspeses per tal de preveure el seu comportament tèrmic mitjançant simulacions en elements finits. Les simulacions preliminars consideren les pèrdues de calor per conducció al llarg dels braços de sustentació i a través del fluid (aire) que envolta el substrat sense tenir en compte la variació de la conductivitat tèrmica de l'aire amb la temperatura. La Figura 5.1 mostra el model FEM 3D i la distribució de temperatures per una potència aplicada de 30mW. S'ha construït un model  $\frac{1}{4}$  de l'estructura tot i que, si no es té en compte la forma de la resistència escalfadora ni la dels elèctrodes, l'estructura té simetria  $\frac{1}{8}$ . Es va simular  $\frac{1}{4}$  de l'estructura ja que ens permetia combinar el fet de simular una part de tota la membrana amb el fet de poder incloure en el model certs detalls de la geometria de la microresistència.

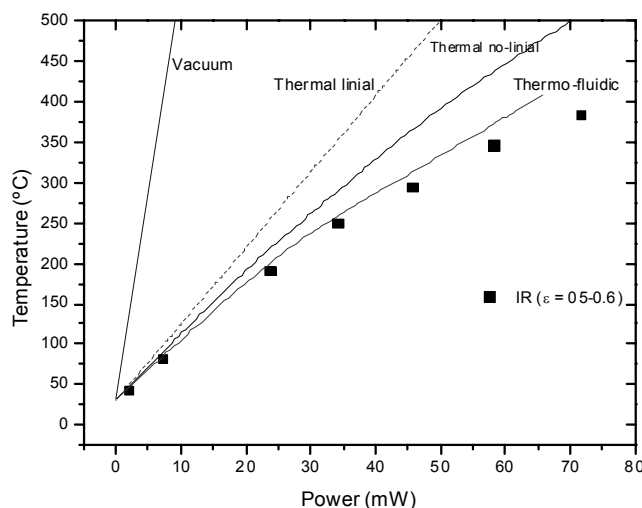


**Figura 5.1:** Distribució de temperatures per una potència de 30mW aplicada a la microresistència. Esquerra: model complet incloent-hi l'aire que envolta la membrana. Dreta: membrana suspesa.

Els resultats obtinguts de les simulacions tèrmiques lineals prediuen un bon comportament en el consum en potència del sensor. Així segons aquestes primeres simulacions es pot assolir 300°C en l'àrea activa aplicant només 30mW a la microresistència (eficiència tèrmica: 10 °C/mW).

### 5.1.1.2 Simulacions tèrmiques no lineials i termoflúidiques

Un cop mesurat el consum en potència d'aquests substrats s'ha observat una discrepància important entre les simulacions tèrmiques lineials i els resultats obtinguts a través de les mesures elèctriques i mitjançant termografia infraroja, tal i com es pot veure en la [Figura 5.2](#). La discrepància entre resultats pot ser deguda a dues causes. Per una banda cal, com en el cas de membranes tancades, incloure la dependència amb la temperatura de la conductivitat tèrmica de l'aire. Per altra, es possible que la convecció natural també jugui un paper important en les pèrdues de calor. Per tal d'avaluar la importància relativa d'aquests dos fenòmens s'han dut a terme diferents simulacions tèrmiques no lineials i simulacions termoflúidiques.



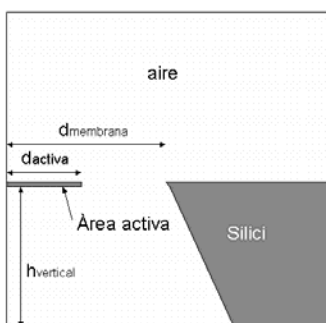
**Figura 5.2:** Consum en potència per les membranes suspeses. Resultats experimentals i obtinguts a través de simulacions tèrmiques i termoflúidiques.

Les simulacions tèrmiques no lineials inclouen la variació de la conductivitat tèrmica de l'aire amb la temperatura. S'obté una corba potència-temperatura molt per sota la predita amb els càlculs lineials, i més ajustada als valors experimentals tal i com es pot veure en la [Figura 5.2](#).

Tot i això, la corba simulada sobreestima la corba experimental. Tenint en compte que la discrepància entre simulacions i mesures es manifesta a temperatures a partir dels 200°C, a on la radiació no és massa important, cal pensar que les pèrdues addicionals han de ser provocades per la convecció natural del fluid.

A partir d'aquests resultats s'ha analitzat el fenomen de convecció natural en les membranes suspeses mitjançant simulacions termoflúidiques acoplades. En aquestes simulacions es resol l'equació de l'energia expressada en funció de la temperatura i les equacions de flux de manera simultània [Ansys]. Així, la variació de la densitat del fluid en funció de la temperatura, provoca el moviment d'aquest, que alhora modifica la transferència de calor al voltant de l'estructura.

S'ha simplificat l'estructura mitjançant un model 2D axisimètric que no permet tenir en compte els braços de suspensió. Així doncs, el model inclou l'àrea activa suspesa a l'aire tal i com es mostra en la [Figura 5.3](#).



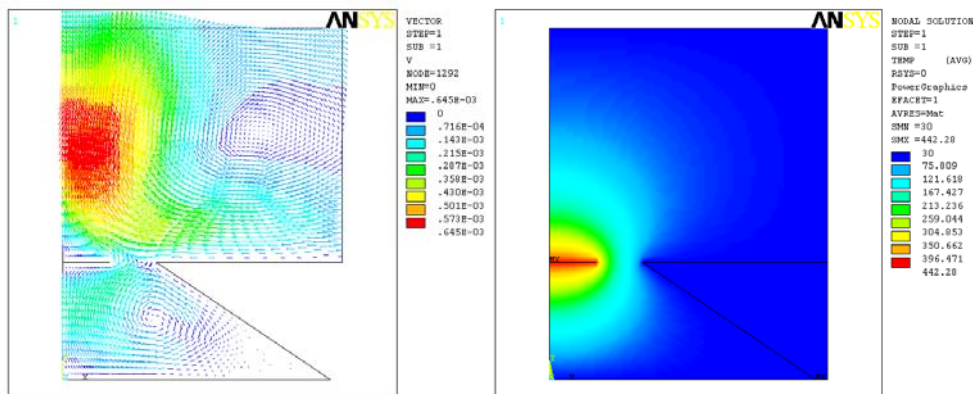
**Figura 5.3:** Esquema del model axisimètric emprat per les simulacions termoflúidiques.

El següent pas ha estat obtenir la corba potència-temperatura mitjançant simulacions termoflúidiques. Degut a que el model axisimètric no inclou els braços de suspensió, les pèrdues per conducció a través d'aquests s'han tingut en compte mitjançant l'expressió 2.1 per a membranes suspeses. Es a dir, les pèrdues per conducció a través dels braços de suspensió es poden calcular com:

$$Q_{membrane} = \frac{4(k_m A_{beam})(T_{hot} - T_{amb})}{l} \quad (2.1)$$

$$G_m = \frac{4A_{beam}}{l}$$

on  $k_m$  és la conductivitat mitja del braç,  $A_{\text{beam}}$  la seva secció,  $l$  la longitud i  $T_{\text{hot}}$  la temperatura en l'àrea activa i  $T_{\text{amb}}$  la temperatura ambient.



**Figura 5.4:** Resultats de les simulacions termofluidiques per una potència aplicada de 65mw (corregida: pèrdues pels braços afegides). Esquerre: Distribució de velocitats (S.I.). Dreta: Distribució de temperatures (°C)

Els resultats indiquen que a partir dels 250°C les pèrdues per convecció natural representen aproximadament un 15-20% de les pèrdues totals. La [Figura 5.4](#) recull la distribució de velocitats i de temperatures amb el model termofluidic per una potència aplicada de 65mW.

Per tal de confirmar els resultats numèrics, s'han repetit les simulacions termofluidiques abans esmentades, aquest cop però considerant la membrana tancada. Els resultats obtinguts mostren que la diferència entre les simulacions tèrmiques i les termofluidiques per a temperatures per sobre els 400°C és de només el 3%. Aquest resultat, que permet menysprear la convecció natural en membranes tancades, concorda bé amb l'obtingut prèviament per Götz [Götz93] i permet validar les simulacions obtingudes per la membrana suspesa.

En el nostre cas, el calor es transfereix de l'àrea activa de la membrana cap a l'aire mitjançant la conducció com en un sòlid i a través del propi moviment del fluid. Aquest moviment pot ser laminar o bé turbulent. Quan les velocitats d'aquest són molt petites o menyspreables la conducció és el mecanisme de transport de calor predominant. Per velocitats majors la calor també es transfereix per convecció natural.

Per tal de determinar si la convecció natural és important, cal determinar el valor de la constant de Rayleigh. Així, de forma adimensional, el criteri d'inestabilitat i l'aparició de cel·les de convecció natural en l'estructura es produeix per un valor crític del nombre de Rayleigh, que per plaques horitzontals està al voltant de 1100-1700 [Götz93,Mill94]. El nombre de Rayleigh es determina com:

$$Ra_L = \frac{\rho g \gamma \Delta T L^3}{\eta D_{th}} = 1100 - 1700 \quad (5.2)$$

$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	1.177
$\gamma$ (1/K)	$3.67 \cdot 10^{-3}$
$\eta$ (N·s/m <sup>2</sup> )	$18.4 \cdot 10^{-6}$
$D_{th}$ (m <sup>2</sup> /s)	$22.32 \cdot 10^{-6}$

a on  $Ra_L$  és la constant de Rayleigh pel fluid,  $\rho$  és la densitat,  $g$  la gravetat,  $\gamma$  el coeficient volumètric d'expansió tèrmica,  $\Delta T$  la diferència de temperatura,  $\eta$  la viscositat dinàmica,  $D_{th}$  la difusivitat tèrmica i  $L$  una longitud característica de l'estructura a analitzar.

El punt crític està en la determinació de la longitud característica  $L$ . En concret, per una diferència de temperatura de 300°C, cal una distància característica d'uns 3mm per tal de que la constant de Rayleigh prengui el valor crític.

En vista dels resultats obtinguts, queda clar que  $L$  no pot ser una longitud lateral, ja que, tant les membranes tancades com les suspeses tenen longituds laterals molt similars i en canvi la convecció natural en membranes suspeses és més important.

Com s'ha vist en les simulacions, l'obertura de la membrana provoca la formació de línies de corrent d'aire que van des de la base de l'encapsulat fins la zona situada per sobre de la membrana. Sembla doncs raonable considerar aquesta longitud vertical, com la característica del problema.

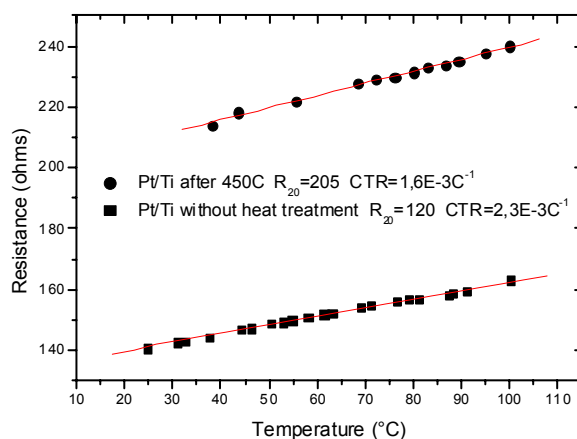
Com es veurà més endavant, mitjançant termografia infraroja s'han pogut validar qualitativament aquests resultats.

### 5.1.2 Calibració de les microresistències de Pt-Ti

Com en el cas de les membranes tancades, s'ha fet servir la microresistència de Pt-Ti, prèvia calibració electro-tèrmica, com a element termòmetre.

La calibració de les microresistències de Pt-Ti de les membranes suspeses s'ha dut a terme emprant el mateix sistema experimental que l'utilitzat per les membranes tancades.

El resultat de la calibració es mostra en la [Figura 5.5](#). El valor nominal de la resistència està al voltant dels 120Ω i s'ha obtingut un coeficient tèrmic de resistivitat (CTR) de  $2.3 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Aquest valor concorda bastant bé amb els valors obtinguts per altres autors tal i com es mostra en la [Taula 5.1](#).



**Figura 5.5:** Dependència de la resistència elèctrica de Pt/Ti amb la temperatura després del seu procés de fabricació i després d'un recuit a 450°C.

L'estabilitat de la microresistència es manté per temperatures de treball per sota els 400-450°C. Per temperatures per sobre s'han mesurat importants variacions en la resistència nominal i en el CTR que, com es veurà més endavant, estan produïdes per canvis químics i microestructurals de la capa de Pt-Ti. Com és d'esperar, aquest tipus de canvis de les propietats elèctriques no és desitjable, ja que invalida les característiques tèrmiques imposades en el procés de disseny del sensor.



**Taula 5.1:** CTR per a metalitzacions de Pt, Pt/Ti i Pt/Ta.

Referència	CTR ( $\cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ )	Microresistència	$^\circ\text{T}$ màxima de treball
Present treball	2.3	Pt (200nm)-Ti (20nm)	< 450 $^\circ\text{C}$
Götz93	2.0	Pt (30nm) *	550 $^\circ\text{C}$
Lee96	2.1	Pt (300nm)-Ti (30nm)	375 $^\circ\text{C}$
Pike97	2.03	Pt (200nm)-Ta (10nm)	600 $^\circ\text{C}$
Briand00	2.0	Pt (250nm)-Ta (20nm)	> 400 $^\circ\text{C}$
Mo01	2.4	Pt (100nm)-Ti (20nm)	< 400 $^\circ\text{C}$

\*[Götz93] diposita Pt 30nm al damunt directament de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  i posteriorment fa un recuit a 600 $^\circ\text{C}$  en aire.

A partir dels 450 $^\circ\text{C}$  l'augment del voltatge aplicat, amb el corresponent augment de la temperatura, provoca la disminució del CTR i l'augment de la resistència nominal. Els valors mesurats es mantenen fixos si en endavant no es supera el voltatge (temperatura) màxim que ha produït el canvi, de manera que per temperatures per sota, la microresistència es comporta de manera estable.

La [Figura 5.5](#) mostra la calibració de la microresistència de Platí-Titani abans i després d'un escalfament de la pròpia microresistència a través del corresponent voltatge (4 volts) que corresponen a una temperatura mitja d'uns 450 $^\circ\text{C}$ . En aquest cas el valor mesurat concorda bé amb l'obtingut per Esch sota un tractament tèrmic semblant ( de 15min a 8h a 450 $^\circ\text{C}$ ) [Esch02].

Finalment, el valor de la resistència nominal després d'un recuit a 600 $^\circ\text{C}$  durant 3h és de 330 $\Omega$ , amb un CTR de  $1 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ .

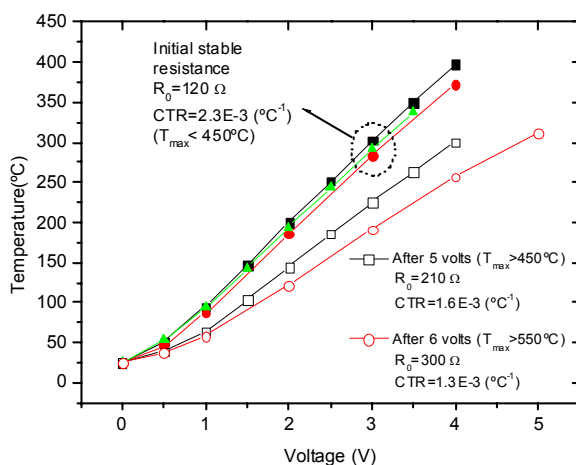
La [Taula 5.2](#) resumeix aquests resultats.

**Taula 5.2.** Propietats elèctriques de les microresistències de Pt.

	Inicial	450 $^\circ\text{C}$ 15min	600 $^\circ\text{C}$ 3h
R(T=20 $^\circ\text{C}$ ) $\Omega$	120 $\Omega$	205 $\Omega$	330 $\Omega$
CTR ( $^\circ\text{C}^{-1}$ )	$2.3 \cdot 10^{-3}$	$1.6 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$

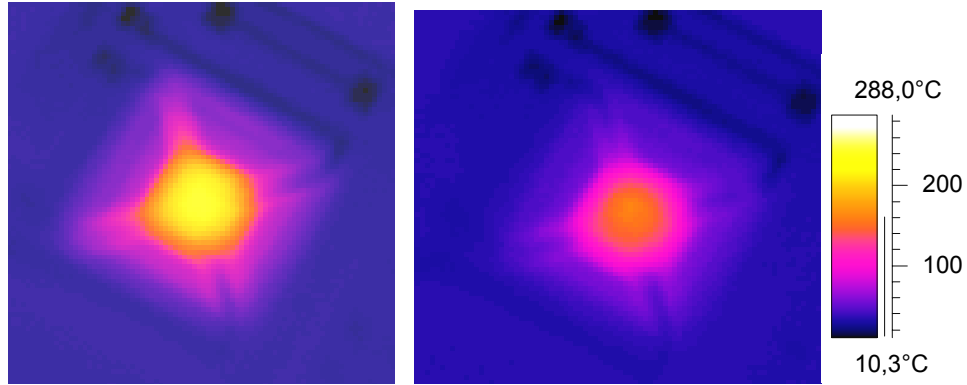
### 5.1.3 Consum en potència i distribució de temperatura

L'augment del valor de la resistència després del procés tèrmic fa que per assolir una temperatura determinada en l'àrea activa es requereixin voltatges majors tal i com es mostra en la [Figura 5.6](#). Així, un cop fabricats i sense passar dels 450°C, els substrats permeten assolir prop de 200°C aplicant 2 volts a la microresistència, mentre que, després d'un recuit a 450°C i aplicant el mateix voltatge, s'assoleixen poc més de 120°C.

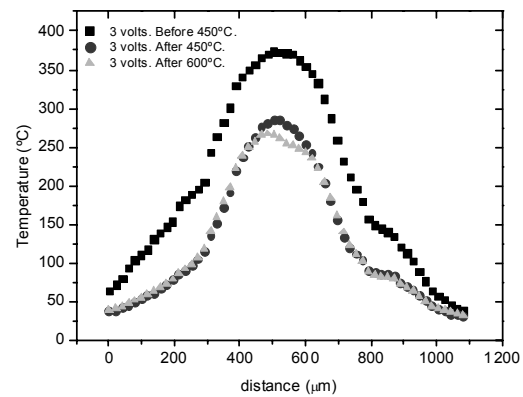


**Figura 5.6:** Relació entre la temperatura mitjana en la microresistència en funció del voltatge aplicat per als sensors abans i després de ser sotmesos a temperatures per sobre dels 450°C.

Les mesures amb termografia infraroja han permès altre cop comprovar el bon grau d'aïllament que ofereixen els substrats micromecanitzats. Així, mentre l'àrea activa del substrat es troba típicament a centenars de graus, la vora del silici es manté sempre per sota els 60°C tal i com es veu a la [Figura 5.7](#) i [5.8](#). A mesura que ens allunyem d'aquesta zona, la temperatura cau dràsticament a la temperatura ambient.

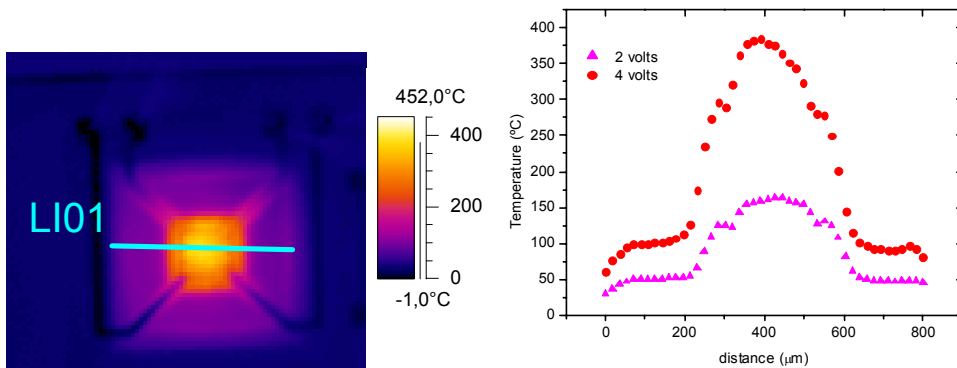


**Figura 5.7:** Membrana suspesa: 2 volts. Esquerra: Després del procés de fabricació (CNM) ( $R=120\Omega$ ) Dreta: després d'un tractament tèrmic a  $450^\circ\text{C}$  ( $R=205\Omega$ ).



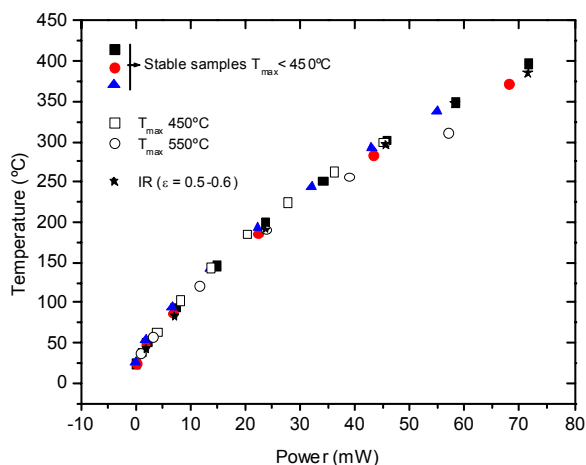
**Figura 5.8:** Perfil de temperatura al llarg de la diagonal de la membrana suspesa. Voltatge aplicat 3 volts.

La [Figura 5.9](#) permet veure el grau de confinament tèrmic d'aquest tipus d'estructures.



**Figura 5.9:** Distribució de temperatures un cop estabilitzada la microresistència després d'escalfar-la fins els 450°C.

La [Figura 5.10](#) mostra el consum en potència obtingut pels diferents substrats investigats. Cal remarcar una bona repetibilitat entre el comportament dels sensors. Les diferències observades són degudes a diferències geomètriques en els braços de suspensió. Cal notar, a més, que la corba Temperatura-Potència presenta una desviació del comportament linial a partir dels 200°C, més important que no pas en els cas de les membranes tancades.



**Figura 5.10:** Consum en potència per les membranes obertes abans i després del escalfament de la microresistència per sobre els  $450^{\circ}\text{C}$ .

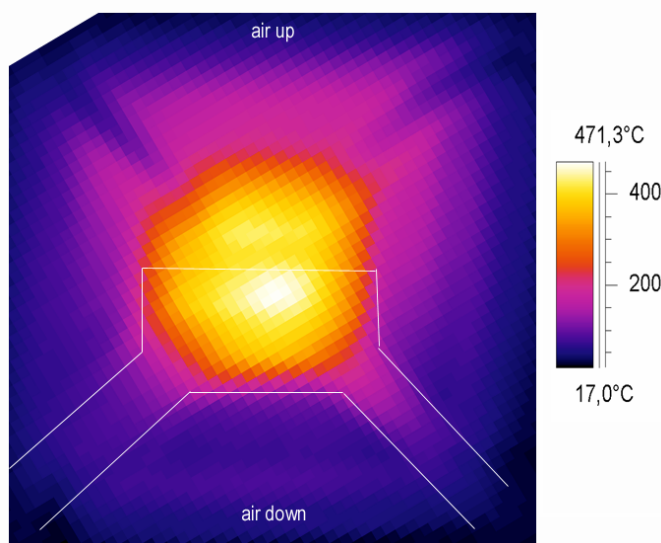
L'augment de la resistivitat de la capa Pt-Ti pot fer pensar que la conductivitat tèrmica mitja del conjunt de fases que formen la microresistència pot haver canviat. Tenint en compte que gran part de les pèrdues per conducció són a través dels braços de suspensió, i que dins d'aquests, a través del Pt (tèrmicament molt més conductor que no pas els dielèctrics) caldria esperar un canvi, encara que petit, en el consum en potència del sensor.

La Figura 5.10 mostra el consum en potència dels substrats abans i després del escalfament de la microresistència per sobre els  $450^{\circ}\text{C}$ . Com es pot observar, no hi ha una reducció apreciable en el consum en potència un cop s'ha produït el canvi microestructural en les capes Pt-Ti. Es conclou doncs, que el canvi en les propietats tèrmiques un cop s'han produït els canvis químics i microestructurals en els metalls, no és important, podent assumir les mateixes conductivitats tèrmiques inicials.

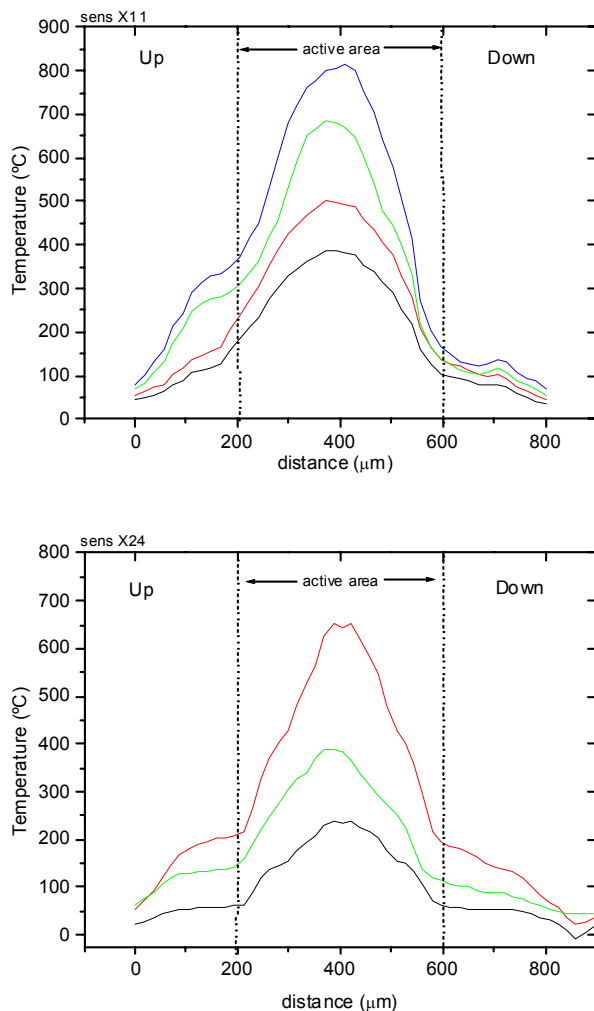
### 5.1.4 Convecció natural en membranes suspeses

Com s'ha vist, les simulacions termoflúidiques prediuen que la convecció natural en aquestes estructures micromecanitzades, per temperatures per sobre els 250°C representa un 15-20% de les pèrdues totals. Aquests resultats es poden validar qualitativament a través de mesures mitjançant termografia infraroja de l'estructura quan es troba en posició vertical.

En la [Figura 5.11](#) es pot veure com l'aire que envolta la membrana suspesa no es manté tot ell a la mateixa temperatura. Així, l'aire de la part superior és molt més calent que no pas el de la part inferior, indicant així els fenòmens convectius en l'estructura. Amb més detall, la [Figura 5.12](#) recull el perfil de temperatures al llarg de la meitat de la membrana suspesa, per diferents substrats mesurats.



**Figura 5.11:** Distribució de temperatures. Es pot veure l'efecte de la convecció natural al voltant de l'estructura. Per claredat s'ha marcat esquemàticament la posició de 2 dels braços de suspensió de la membrana.



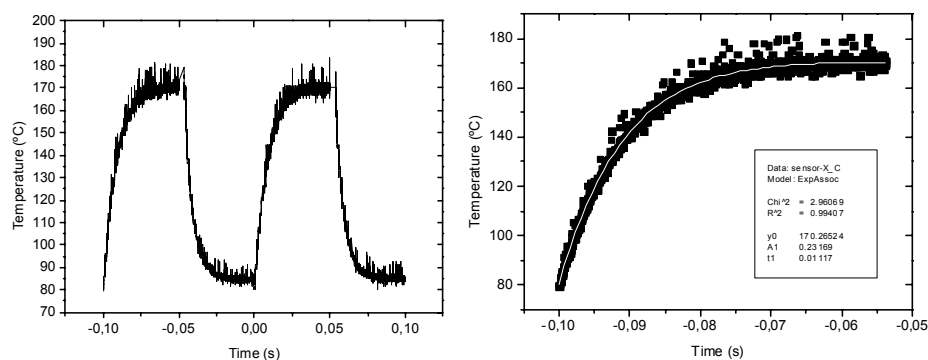
**Figura 5.12:** Evolució de la convecció natural per diferents temperatures en l'àrea activa de la membrana per el cas de dues membranes diferents.

Els resultats indiquen que fins els 250-300°C de mitja en l'àrea activa, el perfil de temperatures es manté pràcticament simètric, indicant així que el moviment de l'aire es menyspreable. Ara bé, a partir dels 300°C el moviment de l'aire que envolta l'estructura modifica el perfil de temperatures mesurat. Aquests resultats concorden bé amb les simulacions termoflúidiques.

### 5.1.5 Comportament tèrmic dinàmic

El comportament dinàmic de les membranes obertes ha estat obtingut mitjançant un pont de Wheastone com en el cas de les membranes tancades.

La [Figura 5.13](#) mostra el comportament dinàmic de la membrana oberta per a un pols de 2 volts amb un offset d'un volt. La temperatura mitjana obtinguda en la microresistència va dels 80 als 170°C. Una anàlisi més detallada, que és mostra també en la [Figura 5.13](#) permet obtenir una constant de temps  $\tau$  al voltant dels 11 ms.

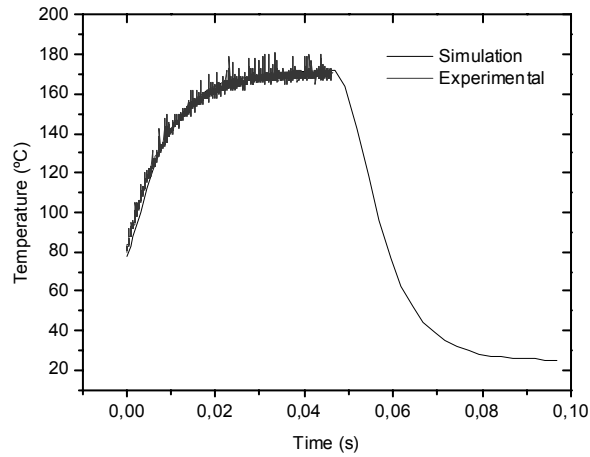


**Figura 5.13:** Comportament dinàmic de la membrana oberta per a un tren de polsos de 2 volts amb un offset d'un volt.

La substitució del material de la microresistència de polisilici a platí, el qual és molt més dens, fa augmentar la dinàmica del sensor. Ara bé, aquest increment en el temps de resposta, es veu compensat amb la reducció de tot el material dielèctric de la membrana excepte l'emprat com a braços de subjecció de l'àrea activa.

S'obté un bon acord entre les simulacions tèrmiques dinàmiques i els resultats experimentals tal i com es pot veure en la [Figura 5.14](#).





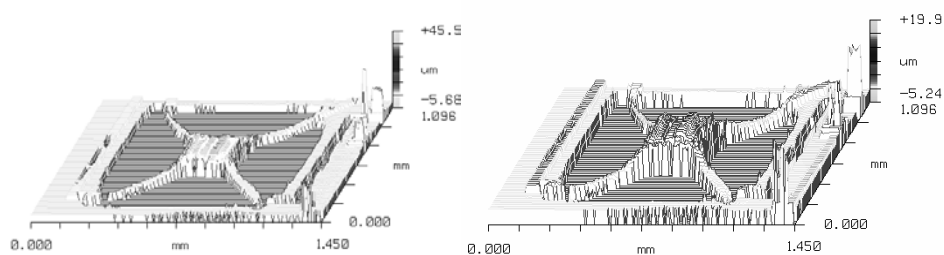
**Figura 5.14:** Simulació i resultat experimental de la resposta dinàmica de la membrana oberta.

Altre cop la dinàmica del substrat és molt més ràpida que la dinàmica associada als canvis de conductivitat elèctrica que tenen lloc en el material sensor. Per tant, cal descartar la influència del substrat en el comportament dinàmic del sensor.

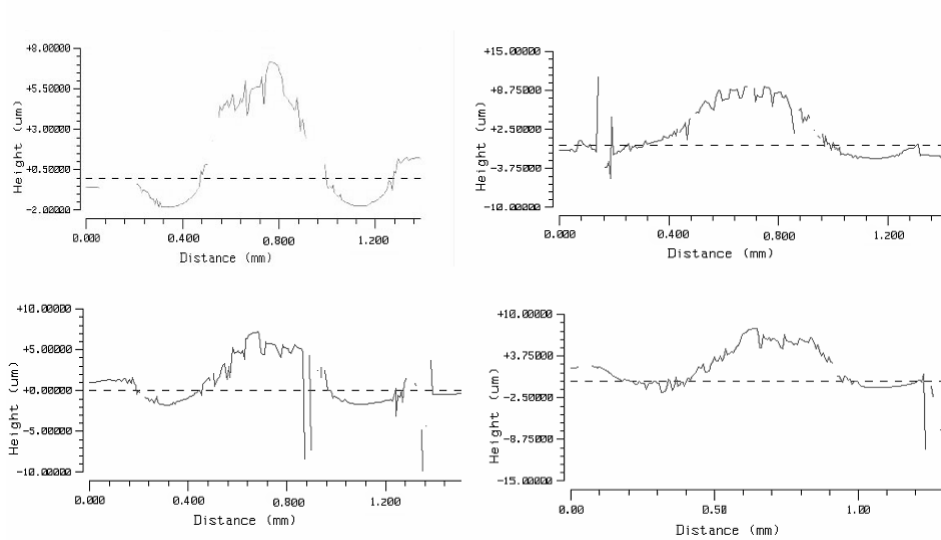
## 5.2 Anàlisi termomecànica de membranes obertes

### 5.2.1 Deformació residual

La [Figura 5.15](#) mostra el mapa de deflexió residual de dues de les membranes obertes analitzades. Els valors de deflexió en les mostres analitzades presenten un bon grau de repetibilitat, com es mostra en el conjunt de resultats presents en la [Figura 5.16](#). Per a totes les mostres mesurades, respecte el nivell del marc de silici, l'àrea activa es deflexa de forma convexa mentre que els braços de suspensió ho fan de manera còncava. Els valors de deflexió varien entre les 4 i les  $6\mu\text{m}$  per l'àrea activa, i entre  $-1$  i  $-2\mu\text{m}$  en la part mitja dels braços.



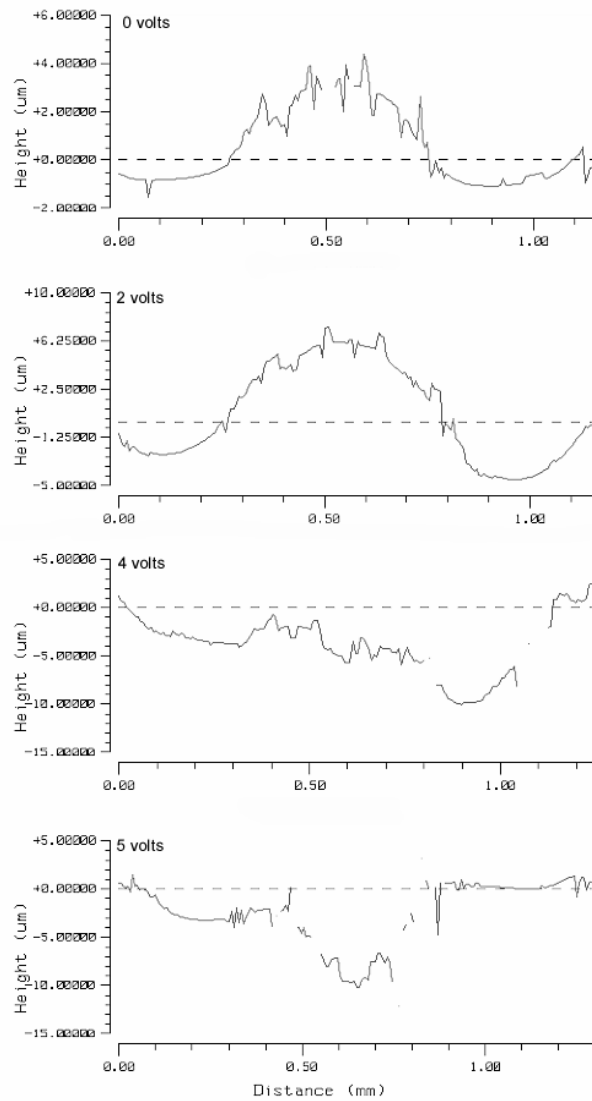
**Figura 5.15:** Imatge topogràfica obtinguda per interferometria de la deflexió residual de les membranes suspeses.



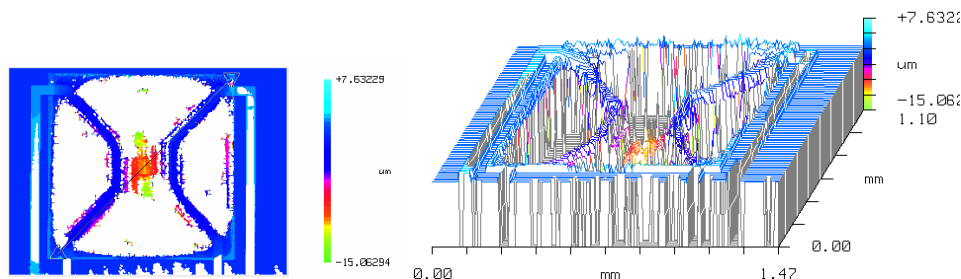
**Figura 5.16:** Perfil de la deflexió residual de les membranes obertes a llarg d'una de les diagonals.

### 5.2.2 Deformació a diferents temperatures

En la [Figura 5.17](#) es pot veure la seqüència de deflexió d'una de les membranes obertes per a diferents voltatges aplicats a la microresistència. El mapa complet de deflexió als 5 volts es mostra en la [Figura 5.18](#).



**Figura 5.17:** Seqüència de deflexió de la membrana oberta al llarg d'una de les diagonals per a diferents voltatges aplicats.



**Figura 5.18:** Mapa de la deflexió de la membrana per a un voltatge aplicat de 5 volts.

El comportament mecànic de les membranes obertes es qualitativament similar a l'observat en les membranes tancades tot i la diferència en la geometria i en el material que configura la microresistència. Inicialment, l'àrea activa es troba deflectada de manera convexa mentre que els braços ho fan de forma còncava. Al incrementar el voltatge en la microresistència el grau de deflexió també augmenta en ambdues zones. Aquest comportament es manté fins els 3 volts aproximadament que equivalen a uns 330°C en l'àrea activa respectivament. A partir d'aquest punt, l'efecte bimetal·lic indueix altre cop el canvi de sentit en la deflexió de l'àrea activa passant aquest a ser còncav.

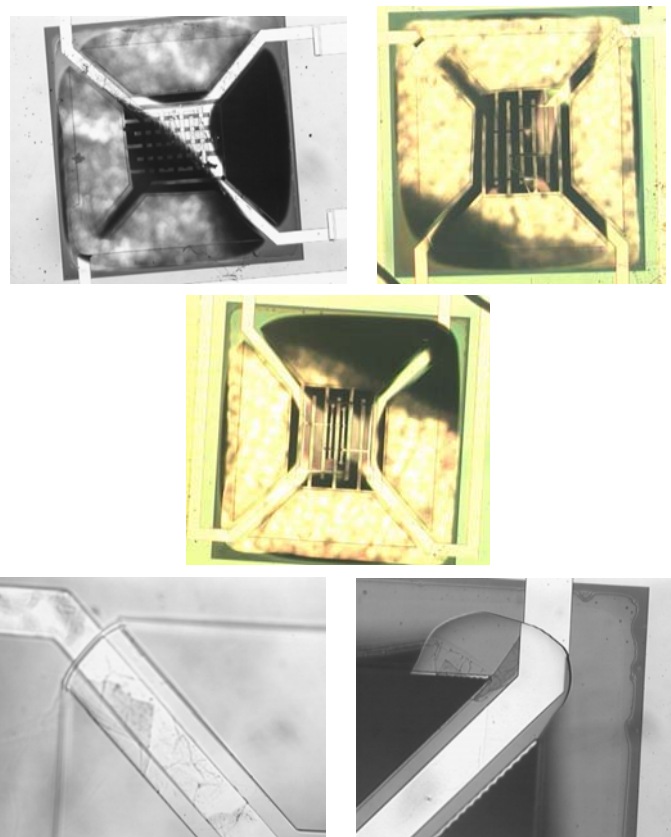
Cal notar que la temperatura a que es produeix el canvi de sentit de la deflexió es bastant menor que en el cas de les membranes tancades. Això es degut a dos factors: la membrana oberta presenta una rigidesa a flexió menor que no pas la membrana tancada, i per altra banda l'efecte bimetal·lic es més acusat en les membranes tancades degut a que el coeficient d'expansió tèrmica del Pt emprat en la microresistència, és tres vegades major que no pas el del polisilici.

Un cop produït el canvi en el sentit de la curvatura de la membrana, eliminant el voltatge aplicat, el perfil de deflexió de l'estructura esdevé pràcticament pla amb fluctuacions per sota la micra.

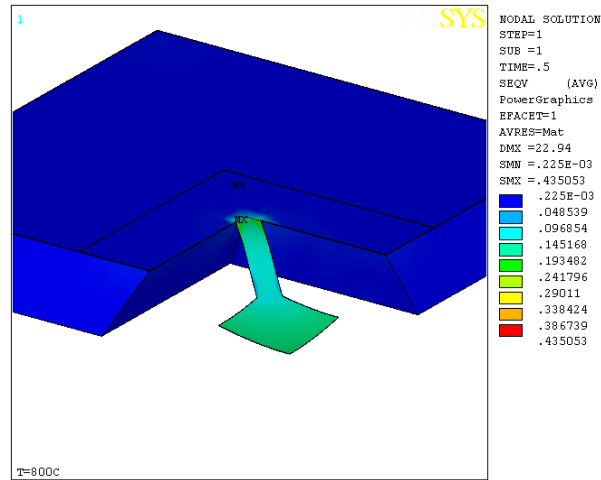
Com en el cas de les membranes tancades, hi ha hagut una relaxació dels estressos residuals al llarg de l'escalfament de la membrana, que redueix la deflexió de l'estructura. Altre cop, el canvi microestructural en el Pt-Ti conjuntament amb mecanismes plàstics en el SiO<sub>2</sub> són els responsables de la relaxació de l'estructura.

### 5.2.3 Fractura de la membrana

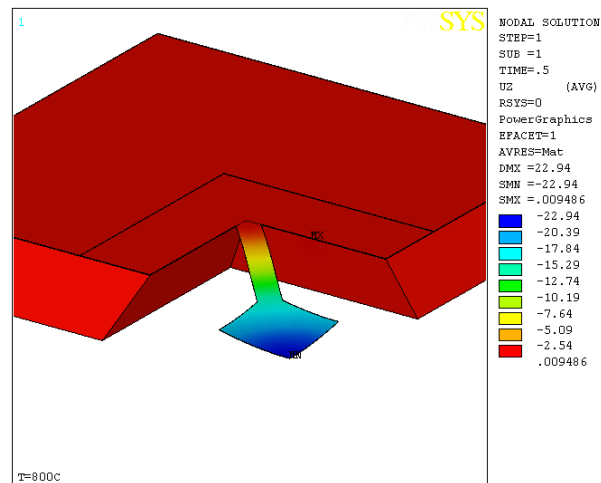
Un cop establitzada la microresistència, la ruptura de la membrana oberta es produeix al voltant dels 900°C. La deflexió màxima mesurada abans de la fractura està al voltant dels 25µm. Totes les mostres observades es trenquen en el punt d'anclatge dels braços de suspensió de l'àrea activa, tal i com es pot veure en la seqüència d'imatges de la [Figura 5.19](#).



**Figura 5.19:** Membranes suspeses fracturades despres de treballar per sobre els 800°C.



**Figura 5.20:** Distribució d'estressos (GPa) en la capa d'òxid de silici per una temperatura mitja en l'àrea activa de 900°C.



**Figura 5.21:** Deflexió vertical ( $\mu\text{m}$ ) de la membrana per una temperatura mitja en l'àrea activa de 900°C.

Les simulacions termomecàniques prediuen el desenvolupament d'estressos compressius en el Pt a mesura que la temperatura del substrat augmenta. Degut a que el Pt té el coeficient d'expansió tèrmica major indueix estressos tensils a la resta de capes. La simulació de l'estructura per una temperatura mitja en l'àrea activa d'uns 900°C preveu estressos compressius per sobre els 500MPa en la microresistència de Pt-Ti. Els valors tensils en el nitrur estan al voltant dels 400-500MPa en l'àrea activa molt propers als valors residuals. Pel que fa a l'òxid, la [Figura 5.20](#) recull la distribució d'estressos en aquesta capa per a una temperatura de 900°C. En la zona de l'àrea activa es tenen valors tensils al voltant els 200MPa mentre que en el punt d'anclatge s'obtenen pics per sobre els 400MPa. La màxima deflexió de la membrana és de 22µm ([Figura 5.21](#)) que concorda bastant bé amb les 25µm mesurades abans de la fractura.

Els resultats de l'estrès en les capes suggereixen, que, com en el cas de les membranes tancades, l'òxid de silici sota un estat tensil combinat amb un tallant molt local en la zona de l'anclatge pot produir la fractura del braç de suspensió.

## 5.2.4 Comportament termomecànic de membranes suspeses cobertes amb microgotes

La menor rigidesa de les membranes suspeses permet treballar fins temperatures mitges al voltant dels 900°C.

Ara bé s'ha vist que aquests substrats no són compatibles amb òxids metàl·lics dipositats sobre la membrana mitjançant tècniques de capa gruixuda com pot ser el microgoteig. En aquests casos s'ha observat que la major part dels substrats es fracturen en el mateix procés de dipòsit o bé durant les primeres operacions del sensor [Cerd03].

Per tant, tal com està concebut aquest disseny només es viable amb materials sensors de tipus capa prima.



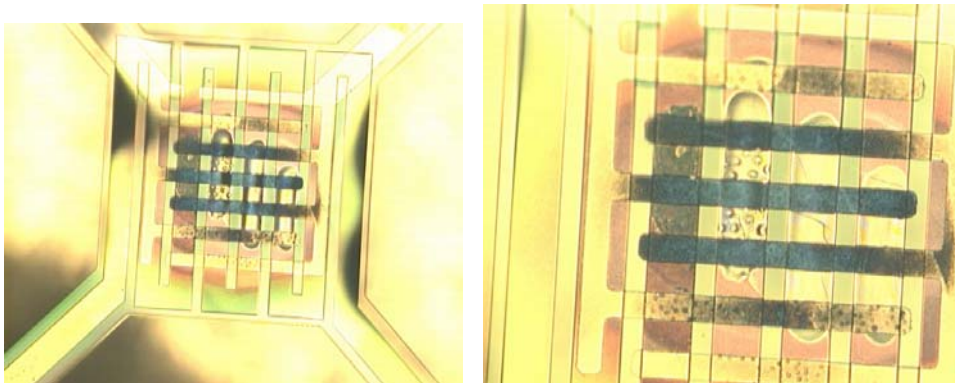
## 5.3 Degradació del Pt-Ti a altes temperatures

Com s'ha discutit anteriorment, a mesura que augmenta la temperatura en l'àrea activa també ho fan els estressos compressius en la microresistència de Pt-Ti.

La combinació d'aquests estressos compressius en el Pt-Ti amb les altes temperatures generades en l'àrea activa provoca la degradació de les capes. Així, a altes temperatures superiors als 400-450°C, el Ti tendeix a migrar dins del Pt a través dels límits de gra i posteriorment s'oxida [Sree94,Fox95,Park95,Kweo01,Esch02,Song02,Mill03,Puig03b]. Aquest fet provoca, en primer lloc la reducció de Ti en la interfície amb els dielectrics, la qual cosa disminueix l'adherència del Pt, tal i com s'ha discutit en el [capítol 3](#) referent a la degradació dels electrodes de Pt en membranes tancades. Per altra banda, la difusió del Ti també indueix estressos compressius en la capa que es sumen als induïts tèrmicament i provoquen la formació de protuberàncies [Park95,Nam00,Kweo01,Puig03b] com les observades en la [Figura 5.22](#). Aquesta degradació de la microresistència és la que produeix el canvi de coeficient de resistivitat mesurat i provoca la degradació superficial observada en la [Figura 5.22](#). De manera més important, cal destacar que en aquestes figures s'aprecien protuberàncies al damunt de la microresistència i que, a més, la degradació es localitza només en les zones a on hi ha presència de Pt. No es descarta la degradació en forma de microporus en les zones més calentes de l'àrea activa, tal i com ha estat observat per altres autors [Fire98,Song02]

Per tal d'avaluar amb més precisió aquest fenomen de degradació en les metal·litzacions de Pt-Ti s'han dut a terme mesures d'Espectroscopia electrònica Auger mitjançant l'equip PHI SAM-670 als serveis científicotècnics de la Universitat de Barcelona [SCT].

S'han analitzat els substrats directament després d'un escalfament aplicant 5 volts, que equivalen inicialment a uns 450°C de mitja en l'àrea activa.



**Figura 5.22:** Degradació observada en la part central de l'àrea activa per temperatures per sobre els 450°C.

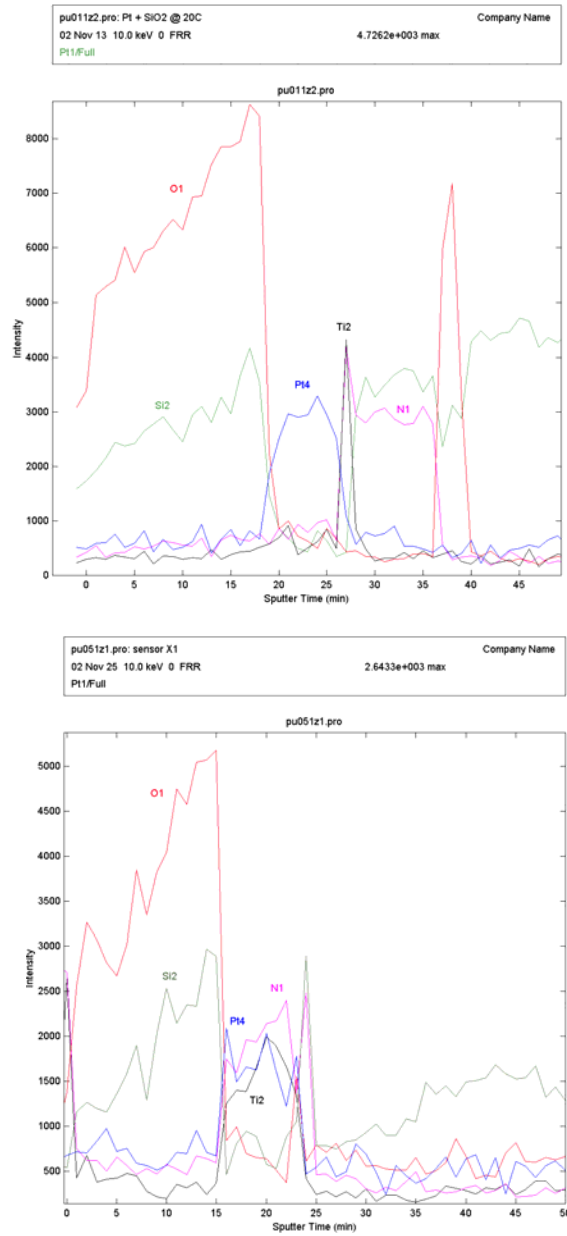
Mitjançant espectroscopia de fotoelectrons (EAS) s'han analitzat dues zones d'un dels sensors. La primera zona analitzada comprèn la microresistència enterrada entre les capes dielèctriques. La segona zona, investiga la degradació dels electrodes en la superfície de la membrana, al damunt de les capes de  $\text{SiO}_2$  i  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Els resultats es mostren en la [Figura 5.23](#). El perfil inicial mostra una clara separació entre materials al llarg del gruix de la membrana. Els gruixos de les capes corresponen bé als mesurats tenint en compte que la velocitat de penetració es d'uns 40nm /minut.

Després del tractament tèrmic, les mesures EAS recollides en la [Figura 5.23](#), indiquen la presència del Ti i d'O dins el Pt, indicant així la difusió del Ti tal i com s'ha discutit anteriorment.

A part d'aquest fet, cal destacar l'increment de gruix de la capa que constitueix la microresistència modificada. Aquest augment de gruix es degut al creixement de gra del Pt que alhora es accentuat per la difusió del Ti [Song02].

Un altre fet remarcable dels resultats obtinguts és el desplaçament del senyal corresponent al nitrogen que conformava la capa de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  per sota la microresistència envers la zona del Pt. Aquest resultat sembla coincidir amb resultats previs d'estructures Pt/ $\text{TiO}_2$ / $\text{Si}_3\text{N}_4$ / $\text{SiO}_2$  recuïtes a 800°C, a on s'ha observat que la metal·lització esdevé porosa i hi ha un canvi important en la morfologia de l'estructura que principalment s'atribueix a la inestabilitat del  $\text{Si}_3\text{N}_4$  a altes temperatures [Song02].

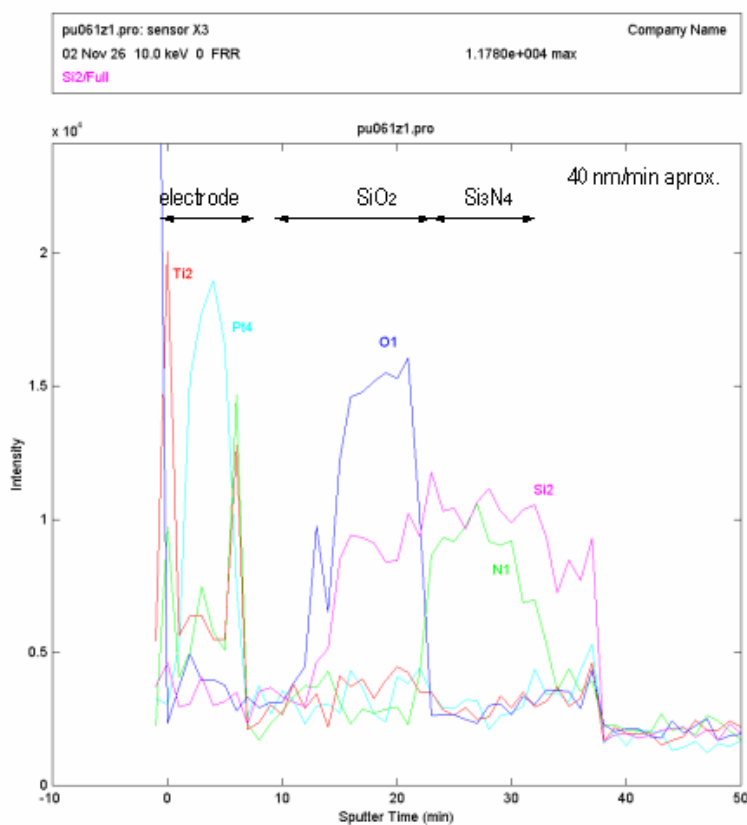


**Figura 5.23:** Perfils obtinguts mitjançant espectroscòpia electrònica Auger. Dalt: mostres sense recoure. Baix: membrana oberta escalfada per la pròpia resistència per sobre els 450°C (15min).

Pel que fa als resultats obtinguts en l'electrode del Pt-Ti presentats en la [Figura 5.24](#), també s'observa a través de les mesures Auger dutes a terme, la difusió del Ti a través del Pt fins la superfície de la mostra.

També es detecta nitrogen en la zona del Pt, aquest cop però, l'estructura de les capes dielèctriques  $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$  que conformen la membrana es manté inalterada.

Finalment s'ha detectat la presència de O i Ti en la superfície del electrode, la qual cosa indica la presència de fases de  $\text{TiO}_2$ , també detectades en altres treballs [Sree94,Fox95,Park95].



**Figura 5.24:** Perfil obtingut mitjançant espectroscòpia electrònica Auger. Zona que comprèn l'electrode al damunt de les capes de  $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$  després de l'escalfament de la membrana per la pròpia resistència per sobre els  $450^\circ\text{C}$  (15min).

En vista als resultats obtinguts i tenint en compte els treballs revisats en la bibliografia podem concloure que:

- La difusió del Ti dins el Pt té lloc a temperatures a partir dels 400°C, al llarg dels límits de gra. Posteriorment el Ti s'oxida dins el Pt induint estressos compressius que es sumen als induïts tèrmicament i provoquen la formació de protuberàncies [Park95,Nam00,Kweo01,Puig03b].
- La reducció del Ti en la interfície disminueix l'adherència entre el metall i els dielèctrics, provocant delaminacions i degradacions que han estat observades òpticament i mitjançant AFM (veure capítol 3) [Puig03b].
- La difusió del Ti va acompanyada de la formació de diferents fases que depenen de la temperatura i dels gruixos del Pt i del Ti. La formació de fases  $Pt_xTi_{1-x}$  (sobretot  $Pt_3Ti$ ) [Olow93,Fox95,Park95] provoca l'augment de la resistència nominal i la reducció del coeficient tèrmic de resistivitat obtingut a través de mesures I-V i discutit anteriorment.
- Per a temperatures per sobre els 600°C, a part de l'alta interdifusió dels materials presents, no es pot descartar l'instabilitat tèrmica del  $Si_3N_4$  que provoca canvis més importants en les capes, com poden ser la formació de forats o l'aglomeració de material [Park95,Fire98,Song02].

L'estabilització dels valors de resistivitat després dels processos tèrmics indiquen l'estabilització química de les metal·litzacions. Aquesta estabilització permet seguir treballant amb els substrats tot i el canvi en els valors de la resistència nominal i el coeficient tèrmic de resistivitat.

Les alternatives a les metalitzacions de Pt-Ti poden ser:

- La majoria dels treballs sobre la degradació de metalitzacions de Pt-Ti conclouen que la difusió del Ti es pot reduir considerablement deixant oxidar el Ti previ al diposit del Pt. S'ha vist que una capa de  $\text{TiO}_2$  millora l'estabilitat del Pt a altes temperatures[Sree94,Kweo01,Mill03].
- Una altra alternativa passa per la substitució del Ti com a capa d'adherència entre el Pt i els dielèctrics pel Tàntal [Pike97,Bria02] o bé TaSi [Götz01]. S'ha vist que aquest metall no forma compostos amb el Pt després de processos tèrmics a altes temperatures i que les mostres Pt que inclouen Ta mostren una millor adherència que no pas amb el Ti [Fire98]. De fet, aquesta alternativa és la que s'està investigant actualment en col·laboració amb el Centre Nacional de Microelectrònica (Bellaterra, Barcelona) per tal d'obtenir metal·litzacions més estables a altes temperatures.

## 5.4 Referències

- [Ansys] ANSYS Engineering System, Swanson Analysis System Inc. [www.ansys.com](http://www.ansys.com)
- [Bria00] D. Briand, a. Krauss, B. Van der Schoot, U. Weimar, N. Barsan, W. Göpel, N. F. de Rooij, "Design and fabrication of high-temperature micro-hotplates for drop-coated gas sensors" *Sens. Actuators B* 68 (2000) 223-233.
- [Bria02] D. Briand, S. Heimgartner, M. Dadras, N. F. de Rooij, "On the reliability of a Platinum heater for microhotplates" *Eurosensors XVI. European Conference on Solid-State Transducers*. Praga. Rep. Checa. (2002) 474-477.
- [Cerd03] J. Cerdà "Integrated gas sensors for combustion control in domestic boilers" Tesis Doctoral. Universitat de Barcelona (2003).
- [Esch02] H. Esch "Production of thin-film tin oxide gas sensors and their sensitivity to ethene" Tesis Doctoral, IMEC (2002).
- [Fire98] S. L. Firebaugh, K. F. Jensen, M. A. Schmidt, "Investigation of high-temperature degradation of platinum thin films with an in situ resistance measurement apparatus" *J. Microelectromechanical Systems* 7 1 (1998) 128-135.
- [Fox95] G. R. Fox, S. Troler-McKinstry, S. B. Krupanidhi "Pt/Ti/SiO<sub>2</sub>/Si substrates" *J. Mater. Res.* 10 6 (1995) 1508-1515.
- [Götz01] A. Götz, I. Gràcia, J. A. Plaza, C. Cané, P. Roetsch, H. Böttner, K. Seibert, "A novel methodology for the manufacturability of robust CMOS semiconductor gas sensor arrays" *Sens. Actuators B* 787 (2001) 395-400.
- [Götz93] A. Götz, "Analysis of the heat distribution and power consumption in metal-oxide-semiconductor and catalytic gas sensors with the aim of optimisation" Diploma Tesis, Universitat Friedrich-Alexander Erlangen-Nürnberg (1993).
- [Kweo01] S. Y. Kweon, S. K. Choi, S. J. Yeom, J. S. Roh, "Platinum hillocks in Pt/Ti film stacks deposited on thermally oxidized Si substrate" *Jpn. J. Appl. Phys.* 40 (2001) 5850-5855.
- [Lee96] D-D. Lee, W-Y. Chung, M-S. Choi, J-Mu. Baek, "Low-power micro gas sensor" *Sens. Actuators B* 33 (1996) 147-150.
- [Mill03] C. Millon, C. Malhaire, C. Dubois, D. Barbier, "Control of the Ti diffusion in Pt/Ti bottom electrodes for the fabrication of PZT thin film transducers" *Materials Science in Semiconductor Processing* 5 (2003) 243-247.
- [Mill94] A. F. Mills, "Transferencia de calor" McGraw-Hill / Irwin (1994).
- [Mo01] Y. Mo, Y. Okawa, M. Tajima, T. Nakai. "Micromachined gas sensor array based on metal film microheater". *Sens. Actuators B* 79 (2001) 175-181.
- [Nam00] H-J. Nam, D-K. Choi, W-J. Lee, "Formation of hillocks in Pt/Ti electrodes and their effects on short phenomena of PZT films deposited by reactive sputtering" *Thin Solid Films* 371 (200) 264-271.
- [Olow93] J. O. Olowolafe, R. E. Jones, A. C. Campbell, R. I. Hegde, C. J. Mogab, "Effects of anneal ambients and Pt thickness on Pt/Ti and Pt/Ti/TiN interfacial reactions" *J. Appl. Phys.* 73 4 (1993) 1764-1772.
- [Park95] K.H. Park, C.Y. Kim, Y. W. Jeong, H.J. Kwon, K.Y. Kim, J.S. Lee, S.T. Kim "Microstructures and interdiffusions of Pt/Ti electrodes with respect to annealing in the oxygen ambient" *J. Mater. Res.* 10 7 (1995) 1790-1794.
- [Pike97] A. Pike, J. W. Gardner, "Thermal modelling and characterisation of micropower chemoresistive silicon sensors" *Sens. Actuators B* 45 (1997) 19-26.
- [Puig03b] J. Puigcorbè, D. Vogel, B. Michel, A. Vilà, I. Gràcia, C. Cané, J. R. Morante, "High temperature degradation of Pt/Ti electrodes in microhotplate gas sensors" *J. Micromech. Microeng.* 13 (2003).

- [Ross97] C. Rossi, E. Scheid, D. Estève. "Theoretical and experimental study of silicon micromachined microheater with dielectric stacked membranes". *Sens. Actuators A* 63 (1997) 183-189.
- [SCT] Serveis Científicotècnics de la Universitat de Barcelona. [www.sct.ub.es](http://www.sct.ub.es)
- [Song02] Z. Song, N. Chong, L. H. W. Chan, C. Choy, C. Lin, "Thermal stability of electrode stacks for applications in oxide film devices" *Thin Solid Films* 406 (2002) 268-274.
- [Sree94] K. Sreenivas, I. Reaney, T. Maeder, N. Setter, "Investigation of Pt/Ti bilayer metallization on silicon for ferroelectric thin film integration" *J. Appl. Phys.* 75 (1) (1994) 232-239.