

## Наноламинатни резистори за тензочувствителни прибори

**В. Ставров<sup>1</sup>, П. Витанов<sup>2</sup>, Г. Ставрева<sup>1</sup>, Е. Томеров<sup>1</sup>, Хр. Диков<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>АМГ Технолоджи ООД, ИЗМЕ, 2140, Ботевград, България

<sup>2</sup>Централна лаборатория по слънчева енергия и нови енергийни източници, Българска академия на науките, бул. Цариградско шосе 72, 1784 София, България

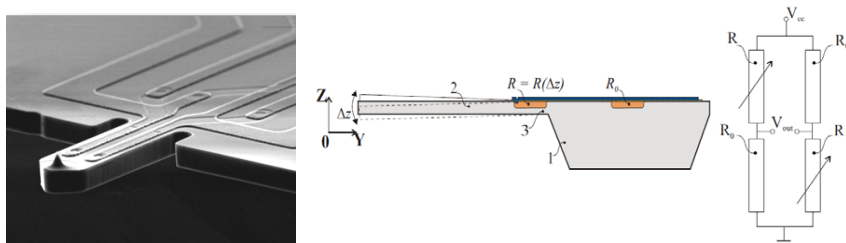
**Резюме.** В последните години нараства интересът към микроелектромеханичните системи (МЕМС), използващи вградени сензори за обратна връзка на огъването на отделните елементи. Такива прибори се използват напр. в сканиращата атомно-силова микроскопия, за химически сензори, за измерване на сила/преместване и др. Пиезорезисторите са сред най-предпочитаните варианти за сензори за обратна връзка поради високия тензоефициент, отличното съотношение сигнал/шум и съвместимост със съвременните технологии за интегрални схеми. В същото време, за тях са присъщи и недостатъци. Те могат да бъдат получавани само в полупроводников материал и се структурират в микроконзоли с относително голяма дебелина, което ги прави неподходящи за измерване и анализ на меки материали. Затова са необходими алтернативни подходи за създаване на тензочувствителни елементи.

Целта на тази работа е да бъдат интегрирани сензорни елементи, използващи електронната проводимост на материали с метални гранули, вградени в диелектрична матрица, за детекция на механичните напрежения в микроелектромеханични прибори. Чрез вариране на размера и разстоятието между металните гранули се променя електронната проводимост на структурите. По-конкретно, тук са представени резултатите от интегрирането на нано-ламинатни слоеве тип диелектрик-метал-диелектрик (ДМД) в силициеви четириконзолни микросензори. Тънките слоеве последователно се отлагат чрез високочестотно (ВЧ) магнетронно разпръскване, като са използвани мишени, различни диелектрични материали – оксиди на силиций, титан и алуминий. Анализирани са съвместимостта на ултра-тънки (гранулатни) слоеве от металите алуминий, хром и сребро, с процесите за lift-off структуриране на слоевете ДМД.

## 1 Задача на изследването: разработка на нови тензочувствителни елементи за вграждане в микросистеми

За детекция на огъването на еластични елементи на микросистеми се използват различни явления и методи, като: определяне на позицията на петното на отразен колимиран сноп светлина върху позиционно чувствителен фотопроемник, индуктивни, капацитивни и др. методи. Всеки от тях има предимства за едни приложения в практиката, и е неподходящ за други. Затова намирането на алтернативи за точна и прецизна детекция на споменатото огъване е важно условие за развитието на съвременни микросистеми и устройствата, които ги използват.

Независимо от подобрените характеристики на устройствата за измерване и анализ съществува трайна тенденция на снижаване на тяхната цена. Изискванията към съвременните уреди и системи са за точност, надеждност, лесно обслужване при ниска себестойност на едно отделно измерване или анализ. Възможните подходи за максимално удовлетворяване на изискванията е създаването на интегрирани елементи, които освен микромеханични еластични елементи съдържат вградени сензори за обратна връзка. По тази причина във фирма „АМГ Технологии“ са разработени набор от микросистеми с интегрирани детектори на огъването на съответните елементи, от които пиезорезистивните микроконзолни сензори са важна група. Микрофотография, получена със сканираща електронна микроскопия на такъв сензор за сканираща атомно-силова микроскопия (АСМ), е показан на Фиг. 1(а), а надлъжен разрез през областта на пиезорезисторите е показан на Фиг. 1(б). Сензорът се състои от тяло 1 с дебелина в диапазона от около  $200 \mu\text{m}$  до над  $500 \mu\text{m}$ , с



Фиг. 1: (а) Микрофотография със сканираща електронна микроскопия на микроконзолен сензор с пиезорезистивна детекция на огъването; (б) Схематично представяне на надлъжен срез на микроконзолен сензор и еквивалентна схема на свързване на резисторите в мост.

### Наноламинатни резистори за тензочувствителни прибори

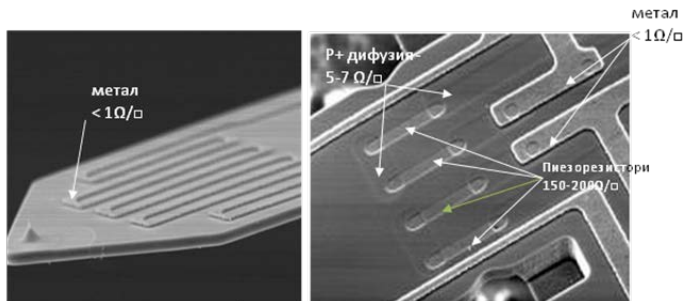
излизаща от него микроконзола 2 с дебелина от 0.5 до около 10  $\mu\text{m}$ , а в областта 3 на основата ѝ са разположени пиезорезисторите  $R$ . В свободния край на микроконзолата 2 е формирана сонда с остър връх с радиус на кривината под 15 nm, който локализира областта на взаимодействие с образеца.

При взаимодействие на сондата с повърхността на образеца микроконзолата се огъва в направление Z, създават се механични напрежения в областта 3, което води до промяна на стойността на съпротивлението на резисторите  $R$ . За детектиране на тази промяна се използва мостовата схема с четири резистора, показана на фиг. 1(б). За целта в тялото 1 на микроконзолните сензори се формират пасивни резистори  $R_0$  със същите характеристики както пиезорезисторите в недеформирано положение на микроконзолата.

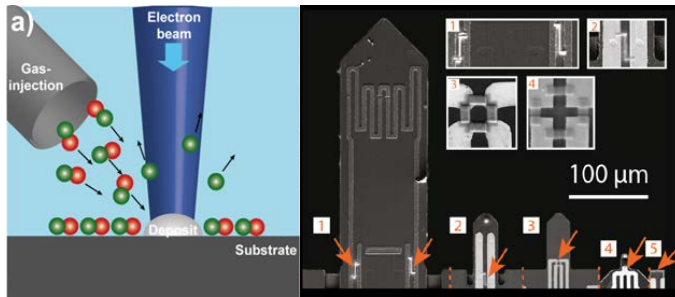
За постигане на висока чувствителност на описаните сензори микроконзолите са с голяма механична коравина, което ги прави неподходящи за детектиране на малки сили особено за изследване на меки материали, каквито са биологичните обекти. За преодоляване на ограниченията на пиезорезистивните микроконзолни сензори е необходимо да бъдат разработени алтернативни сензорни елементи, чувствителни към механичните напрежения. Тъй като тензосензорите са най-популярните прибори, използвани за тази цел, тяхното наименование често се използва за обобщено описание на всички подобни сензори и в това изследване се придържаме към тази практика.

Освен за детектиране на огъването в конструкцията на микросистеми се използват и други проводящи структури с различни характеристики, каквито примери са показани на Фиг. 2. Така например на Фиг. 2(а) е показан тънкослоен микронагревател, за получаването на който обичайно се използват метални слоеве. Въпреки относително малката си дебелина от порядъка до 2  $\mu\text{m}$  тези структури формират стъпала, които са проблемни при осигуряване на непрекъснатата проводимост и контакт на други особено тънки структури. На Фиг. 2(б) са показани проводящи елементи, необходими за реализиране на пиезорезистори – метални шини с листово съпротивление  $R_s < 1 \Omega/\square$ , подобни на вече описания микронагревател, свързващи области с листово съпротивление  $R_s \approx 5-10 \Omega/\square$ , както и същински пиезорезистори с листово съпротивление  $R_s > 50-100 \Omega/\square$ . Всяка от тези проводящи структури се получава в отделни обработки с голям температурен бюджет – напр., свързващите области и пиезорезисторите се легират при температури около 1000°C, което ограничава използваемите материали и методи за обработка.

Един обещаващ алтернативен вариант за тензочувствителни еле-



## Наноламинатни резистори за тензочувствителни прибори



Фиг. 3: а) Схематично представяне на FEBID метода за получаване на наногранулатни материали; (б) Микрофотографии на микроконзолни сензори с различни геометрични размери и нано-гранулатни резистори, използвани за детектиране на огъването на микроконзолите.

лучените проводящи структури, като за стабилизирането се изисква допълнителни обработки и дълго време за релаксация.

Конкретната технологична цел на настоящото изследване е разработката на наноламинатни ДМД структури, алтернатива на наногранулатните тунелни резистори, получени по метода FEBID, но без недостатъците им.

### 2 Метод за получаване на наногранулатни слоеве и структури

Предмет на това изследване са структури от типа диелектрик-метал-диелектрик (ДМД) и по-конкретно интегрирането на такива сензорни елементи, използващи електронната проводимост на материали с метални гранули, вградени в диелектрична матрица, за детекция на механичните напрежения в микромеханични прибори [2,3].

За получаване на тънки слоеве в настоящото изследване бяха използвани два метода: центробежно разстилане на золен разтвор или вакуумно нанасяне чрез високочестотно (ВЧ) магнетронно разпръскване. При основната част от експериментите беше използвана система за вакуумно нанасяне, като обработваните подложки са разположени на въртящ се диск, експонирайки последователно подложките на потока разпръскани частици от мишената.

Тънките слоеве са получени чрез последователно ВЧ магнетронно разпръскване от мишени на различни диелектрични материали като: силициев оксид, титанов оксид и алуминиев оксид, а за получаване на проводящите наноламинатни структури са използвани наночастици от алуминий, хром и сребро. В процеса на разпръскване,

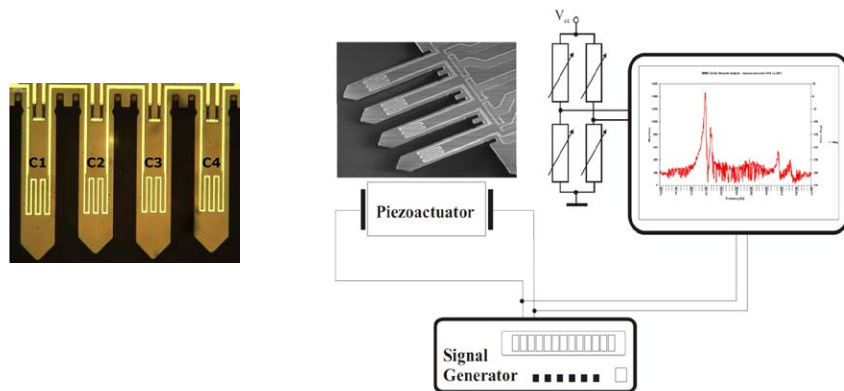
обичайно се използва аргон (Ar) като инертен газ, тъй като той се осигурява добра скорост на нанасяне на тънките слоеве, плазменият разряд е устойчив, не образува съединения и не замърсява подложките и вакуумната камера и, не на последно място – той е навтиният инертен газ.

Чрез вариране на ефективната дебелина на металния слой се променя размерът и разстоятието между металните гранули, което води до промяна на електронната проводимост на структурите. Така чрез вариране на ефективната дебелина на металния слой, се реализират слоеве и структури с различно листово съпротивление.

За структурирането на слоевете ДМД бяха използвани различни подходи, като основната задача бе да се анализира съвместимостта на получените ултратънки (гранулатни) слоеве от метали с процесите за lift-off структуриране на слоевете ДМД и целия микроконзолен прибор.

### 3 Тестов прибор и метод на детекция на тезочувствителност

За доказване на тензочувствителността на структурите ДМД бе използван съществуващ микроелектромеханичен прибор [4], показан на Фиг. 4(а), като конструкцията му бе модифицирана за провеждане на настоящото изследване. Приборът се състои от четири микроконзоли с еднаква ширина и дебелина, но с различна дължина и за-



Фиг. 4: (а) Микрофотография на четириконзолна структура с вградени тензочувствителни елементи; (б) Типична амплитудно-честотна характеристика на четириконзолен микросензор; (в) Блок-схема на експерименталната установа за детекция на тензочувствителността на структурите ДМД.

### *Наноламинатни резистори за тензочувствителни прибори*

това те притежават различни резонансни честоти. Във всяка от четирите микроконзоли с различна резонансна честота е вграден по един ДМД тензочувствителен резистор, като те са свързани в пълен мост. Тъй като ДМД резистори са еднакви, в изходно положение и при синхронно огъване на микроконзолите, мостът е балансиран и изходният сигнал е равен на нула. При резонанс балансът на моста се нарушава и се детектират резонансните честоти, както е показано на Фиг. 4(б). Експерименталната установка за детектиране на тази чувствителност е показана на Фиг. 4(в).

Пикът в изходния сигнал при асинхронно огъване на микроконзолите например, когато микроприборът бъде принудително осцилиран с честота близка до някоя от резонансните честоти на микроконзолите, е индикация за тензочувствителността на ДМД структурите.

#### **4 Експериментални резултати за наноламинатни слоеве**

По време на технологичните експерименти бяха разработвани ДМД наноламинатна структура за постигане на различни стойности за съпротивлението на микрорезистори. Бяха експериментирани два метода за нанасяне на диелектрични слоеве: чрез центробежно разстилане на зол-гел разтвори и високочестотно вакуумно разпръскване. За тази цел бяха използвани материалите  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ , както и смеси на  $Al_2O_3$  и  $B_2O_3$  с различно съдържание на компонентите.

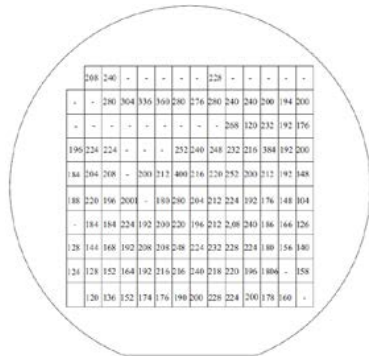
За получаване на ултратънките метални слоеве бе използван методът на високо-честотно вакуумно разпръскване на металите алуминий (Al), хром (Cr) и сребро (Ag).

Листовото съпротивление на ДМД наноламинатните слоеве бе измерено чрез четиризондов метод или с използването на специализирана тестова структура, която е описана в [3]. Бяха разработени ДМД структури, разпределени в три групи по листово съпротивление:  $5 \pm 2 \Omega/\square$ ,  $50 \pm 20 \Omega/\square$  и  $> 200 \Omega/\square$ .

За оценка на стабилността на структурите бяха проведени периодични измервания на листовото съпротивление, целящи да се определят големината на неговото изменение при престой на въздух за различни периоди от време, по-големи от 30 дни. При тези експерименти не беше регистрирано съществено изменение на съпротивлението с времето, като разликата е под 5%, което е в рамките на точността на измерване, която се определя от контакта с острието на сондата и съответния натиск. Тези данни доказаха, че новите ДМД наноламинатни слоеве са значително по-устойчиви от аналозите, получени посредством алтернативния FEBID метод [1].

Друг наблюдаван ефект беше по-голямата неравномерност на разп-

В. Ставров, П. Витанов, Г. Ставрева, Е. Томеров, Хр. Диков



Фиг. 5: Карта на разпределението на листовото съпротивление със стойност  $> 200 \Omega/\square$ .

ределението на листовото съпротивление по площта на подложките, когато то е  $> 200 \Omega/\square$ . Пример за такова неравномерно разпределение е показан на Фиг. 5.

В този случай, голямото отклонение на стойността на контролирания параметър се дължи на много краткото време за отлагане на металните гранули при обичайно използвания процес на разпрашване с йони на газ аргон ( $Ar_2$ ). По-конкретно, времето за разпрашване на металния слой е от 3 до 5 s в зависимост от вида на избрания метал, което го направи неконтролируем.

За да се получи равномерно отлагане на металните гранули, е необходимо времето за разпрашване да бъде по-голямо от около 20 s. Избраният технологичен подход бе със замяна на обичайно използвания газ аргон (Ar) с хелий (He), което намали скоростта на разпрашване с един порядък. В литературата не бяха открити примери за аналогична замяна, което е една от новостите в настоящото изследване.

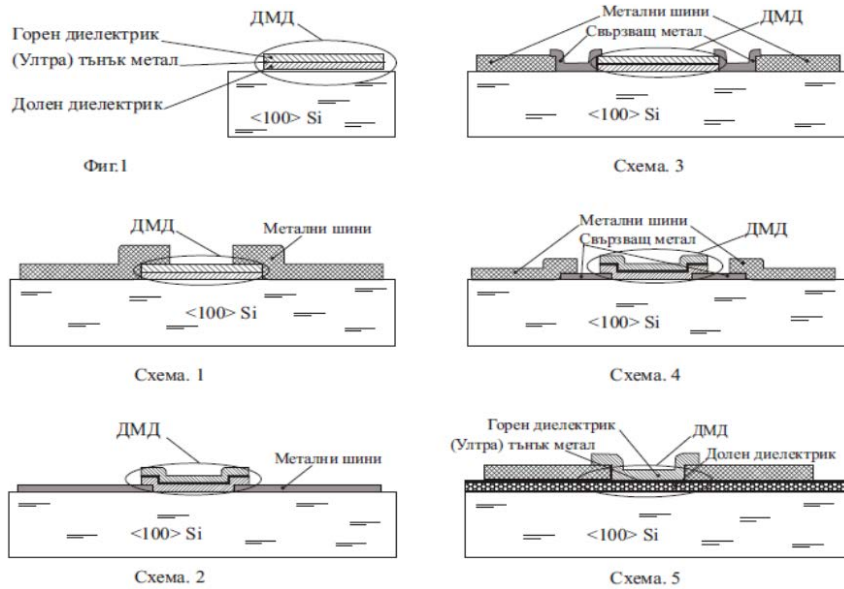
В резултат бяха разработени процеси за получаване на ултратънки метални слоеве чрез метода на ВЧ магнетронно разпрашване за всички целеви диапазони по параметъра листово съпротивление.

## 5 Експериментални данни за ДМД проводящи структури с метални контакти

За интегриране в микромеханични сензори ДМД проводящите слоеве се структурират като резисторни структури с микронни размери, към които се формират контакти с тънки метални шини. При тази технологична последователност получените ДМД структури се подлагат на различни въздействия при химичните обработки, които се извършват след момента на тяхното получаване. За да се оцени влиянието и да се избегне деградацията на параметрите при спомен-



### Наноламинатни резистори за тензочувствителни прибори



Фиг. 6: Варианти за реализация на структури ДМД с електрически контакти.

натите по-горе обработки, бяха изследвани различни варианти на технологичната последователност на процесите. При това както за диелектричните, така и за проводящите слоеве бяха използвани два метода на фотолитографско структуриране – ецване през защитна маска от фоточувствителен материал и т.нар. метод lift-off.

В горната лява част на Фиг. 6 е показан общ вид на напречното сечение на ДМД структура, получена върху полирана силициева пластина. Когато върху тази подложка бъде формиран диелектричен слой, от получените резултати може да се оцени поведението на ДМД структури върху изолиращи подложки от различни материали. Освен това на фигурата са показани и напречните сечения на пет различни варианта на реализиране на структурирани метални контакти към ДМД структури. Във всички варианти електрическите връзки са формирани от тънък слой алуминий.

Всеки от показаните варианти се характеризира с различно време на третиране на ДМД структури с различни по състав химикали. Допълнително при проведените експерименти бяха варирани дебелините на двата диелектрични слоя на ДМД структурите. Освен това бяха проведени експерименти с всички споменати по-горе метални и диелектрични слоеве.

Въпреки показаните положителните резултати при получаване на

ДМД слоеве по метода на центробежно разстилане на зол-гелни разтвори, този подход се оказва неподходящ при насянето на тънките слоеве през фотолитографски структурирана маска. По тази причина всички експерименти за интегриране на ДМД структури в микроелектромеханични прибори бяха реализирани с високочестотно вакуумно разпрашване.

## **6 Реализиране на тензочувствителни резистори, интегрирани в микросензор**

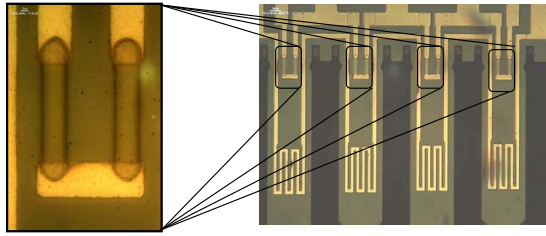
За получаването на прототипи бяха използвани двустранно полирани пластини от *n*-тип монокристален силиций с ориентация (100). С помощта на стандартно фотолитографско структуриране върху двете страни на подложките са формирани маркери за съвместяване. След това, подобно на технологичната последователност, описана в [4], за формиране на мембрани с дебелина в диапазона от 2 до около 10  $\mu\text{m}$  е структуриран защитният слой от силициев диоксид върху задната повърхност на подложките. На горната повърхност, върху слой силициев диоксид, се формират ДМД структури с електрически връзки от тънък слой алуминий, като бяха експериментирани всички варианти за формиране на контакти, показани на фиг. 6. Биморфният нагревател, показан на фиг. 2(а), е използван за актюиране на микроконзолите.

След свалянето на фоторезистивната маска за формирането на ДМД структури и металните връзки се нанася нов слой фоторезист за последното структуриране на микроконзолите. Задната страна на силициевата пластина се защитава с фоторезистивна маска, през която се извършва изтъняване на микроконзолните области чрез ецване на силиция в разтвор от калиев основа (КОН). Процесът се прекратява при достигане на предварително определената дебелина на мембраната. Накрая през фоторезистивната маска на лицевата страна на подложката се извършва сухо (плазмено) ецване на мембраната за оформяне на микроконзолите, както е показано на фиг. 7. Последната стъпка е сваляне на фоторезистивната маска от лицевата страна, след което отделните сензори се отделят от подложката за финалните операции за монтаж и тестване.

При тези обработки ДМД структурите са подложени на въздействието на химикалите, използвани за проявяване и сваляне на фотолитографски структурираната маска, които могат да бъдат изпълнявани в течни разтвори или в среда на кислородна плазма.

Първият важен експериментален резултат бе установяването на много силен деградационен ефект на проявителите на споменатите фоторезисти, дори когато те са безалкални. От друга страна, бе ус-

## Наноламинатни резистори за тензочувствителни прибори

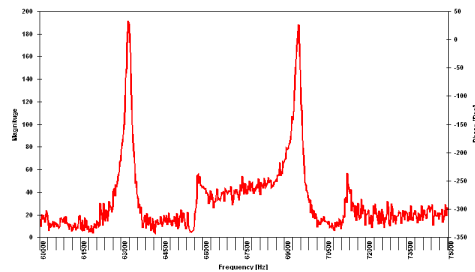
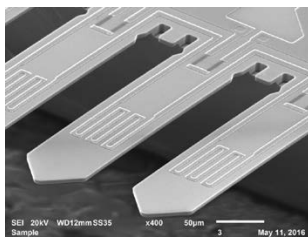


Фиг. 7: Микрофотографии на пример за реализация на структури НЛС с електрически контакти върху четириконзолен сензор: ляво – проводяща НЛС от две части с листово съпротивление  $R_s \approx 150 \Omega/\square$ ; дясно – четири микроконзоли, всяка съдържаща по една проводяща НЛС.

тановено, че ДМД структурите деградират напълно, дори при кратки обработки с кислородна плазма. Този факт бе интерпретиран като индикация за поръзността на горното диелектрично покритие, както и за високата химическа активност на металните гранули. Ето защо при всички обработки за сваляне на фоторезисти бяха използвани мокри процеси.

Всичко това доведе до усложняване на технологичната последователност и до прилагането на неконвенционални техники за изпълнение на стандартни обработки. В резултат, в рамките на изследването, бяха получени варианти на четириконзолми микросензори с интегрирани ДМД структура, каквито са показани на Фиг. 7.

Микрофотография със сканиращ електронен микроскоп на микроконзолен сензор с вградени ДМД структури е показана на Фиг. 8 – ляво. Една характерна амплитудно-честотната характеристика на че-



Фиг. 8: Ляво – микрофотография със сканиращ електронен микроскоп на четириконзолен сензор с вградени НЛС; Дясно – амплитудно-честотна характеристика на такъв сензор.

*В. Ставров, П. Витанов, Г. Ставрева, Е. Томеров, Хр. Диков*

тириконзолен сензор е показана на фиг. 8 – дясно. Наличието на четири максимума на амплитудно-честотната характеристика, аналогично на варианта на такъв прибор с пиезорезистивна детекция [4], доказва тензо-чувствителността на получените микроприбори с интегрирани ДМД структури.

## **7 Заключение**

Разработен е метод за получаване на ДМД нано-ламинатни слоеве без използването на високотемпературни обработки върху изолиращи подложки. Слоевете са микроструктурирани за интегриране в микросхеми. Експериментално е доказана тензочувствителността на ДМД наноламинатните структури.

По-нататъшни експерименти ще бъдат насочени към: определяне стойността на тензоефициента, детайлно изучаване на механизма проводимост и динамиката на дрейфа на съпротивлението. Особено важно е да се изследва температурният ход на съпротивлението и да се разшири обхвата на използваемите материали за слоевете – метали и диелектрици.

## **Благодарности**

Авторите са благодарни за частичната финансова подкрепа в рамките на проекта по програма Erasmus+: №562206-EPP-1-2015-1-BG-EPPKA2-KA/ Micro Electronics Cloud Alliance (МЕСА).

## **Литература**

- [1] M. Dukic, M. Winhold, J. Adams, C. Schwalb, V. Stavrov, M. Huth, and G. Fantner, Direct write nanoscale printing of nanogranular tunnelling strain sensors for sub-micrometer cantilevers for the next generation high-speed atomic force microscopy, *Nature Communications* 7, 12487 (2016)
- [2] П. Витанов, Х. Диков, Г. Станчева, Заявка за патент № 111911/27.01.2015 публикувана в бюлетин № 7 на Патентно ведомство от 29.07.2016.
- [3] H. Dikov, P. Vitanov, T. Ivanova, V. Stavrov, Optical and electrical properties of nanolaminate dielectric structures, *Journal of Physics: Conference Series*, 700 (1), art. no. 012054, (2016).
- [4] Stavrov V., Vitanov P., Tomerov E., Goranova E., Stavreva G. Novel piezoresistive e-NOSE sensor array cell. Proc.e International Conference on Multi-Material Micro Manufacture (4M2007), Borovetz, Bulgaria, 3-5 October, 2007, Dimov S., Menz W. and Toshev Y. (Eds.), Whittles Publishing Ltd., pp. 347-349.