

3. Anàlisi tèrmica i termomecànica de membranes tancades

3.1 Anàlisi tèrmica de membranes tancades

En el primer bloc d'aquest capítol es discuteixen els avantatges i inconvenients de l'estudi tèrmic mitjançant models analítics enfront simulacions emprant el MEF. Posteriorment es presenten els resultats fruit de les simulacions electrotèrmiques i tèrmiques emprant models en 2 i 3 dimensions que simulen les estructures micromecanitzades de tipus membrana tancada, amb i sense la presència d'una microgota de SnO₂ com a material sensor. Mitjançant mesures elèctriques i per termografia infraroja s'han validat els resultats obtinguts. Ambdues tècniques de caracterització són descrites amb detall i es discuteixen els aspectes més particulars relacionats amb les mesures dels substrats micromecanitzats. L'anàlisi tèrmica es finalitza incloent els resultats més destacats obtinguts en la caracterització dinàmica dels sensors.

3.1.1 Model analític enfront simulacions MEF

Solucions analítiques a l'equació del transport del calor existeixen només per a casos determinats amb geometries especials. Sovint estan basades en la reducció de les dimensions del problema aprofitant l'especial geometria i/o simetries del cas a tractar. Aquesta és la base per a l'obtenció d'un model analític unidimensional que permeti obtenir la distribució de temperatures en una membrana micromecanitzada.

En aquest treball s'ha fet servir un model analític desenvolupat per Dillner [Dill94] que té en compte l'estructura multi-capa de les membranes micromecanitzades considerant les conductivitats i capacitats tèrmiques de cada material. En el model s'inclou el flux de calor entre la superfície de la membrana i l'entorn mitjançant conducció i convecció a través del coeficient de transferència de calor h .

La solució semianalítica s'obté després de passar el model tridimensional a un d'unidimensional. Per tal de fer-ho es considera un model 2D equivalent al 3D amb simetria axial. A més, per al cas d'una membrana micromecanitzada, degut a que la raó entre les dimensions laterals i el seu gruix excedeix de llarg la unitat, es poden menysprear els gradients de temperatura en la direcció perpendicular a la membrana. Així doncs, el problema queda reduït a un d'unidimensional. El desenvolupament exhaustiu de les condicions de contorn i les equacions emprades es pot trobar a la referència [Dill94].

La primera dificultat amb la que hom es troba a l'hora d'abordar el problema tèrmic, és la dificultat d'obtenir valors de les propietats tèrmiques dels materials emprats, que puguin ser aplicables al nostre problema concret. En la majoria de casos, aquestes propietats són fortament dependents dels processos de fabricació, i presenten una dispersió important en quan a valors. Aquest fet, limita en part la capacitat de predicció dels models numèrics i obliga a interpretar els resultats amb certa cura.

Un altre problema afegit és l'obtenció de valors del coeficient mitjà de transferència de calor h , que siguin aplicables a la nostra estructura micromecanitzada. Aquest, com es veurà, és el punt més crític degut a la dificultat de fixar un valor concret i pel fet de que aquest paràmetre depèn fortament de la temperatura de treball i de la geometria. De fet, es aquesta problemàtica la que fa poc útil el model analític, sobretot si es vol conèixer el comportament tèrmic al llarg d'un rang de temperatures elevat.

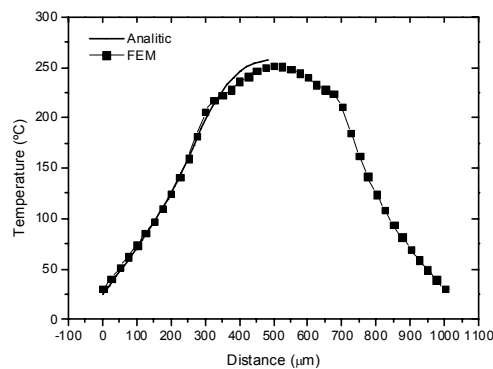


Figura 3.1: Perfil de temperatures al llarg de la secció de la membrana per un voltatge aplicat de 5 volts (30.3mW, disseny 131V) obtingut mitjançant simulacions MEF i el model analític.

La Figura 3.1 mostra el perfil de temperatures a 5 volts (30.3mW) al llarg de la meitat de la membrana obtingut mitjançant simulacions MEF i el model analític desenvolupat per Dillner [Dill94]. El model en elements finits inclou la modelització de l'aire que envolta l'estructura. D'aquesta manera s'evita haver de conèixer el valor de h . Aquest model i les simulacions obtingudes es discutiran en el punt 3.1.2 d'aquest mateix capítol.

Per tal d'ajustar el model analític s'ha utilitzat un coeficient de transferència de calor equivalent igual a $100 \text{ W/m}^2 \text{ K}$ tant per la cara superior com la inferior de la membrana.

En mitja, aquest coeficient coincideix bastant bé amb valors emprats per Astiè [Asti98] per membranes amb àrees actives de $460 \times 460 \text{ } \mu\text{m}^2$. En el seu cas s'emprava un coeficient de $125 \text{ W/m}^2 \text{ K}$ per la cara superior i $60 \text{ W/m}^2 \text{ K}$ per la inferior treballant a temperatures al

voltant dels 400°C. A més, és un valor pròxim als emprats en estudis preliminars [Puig01] validats experimentalment, en els quals s'assumia un valor de 200 W/m² K per la cara superior i 125 W/m² K per la inferior.

Dels avantatges de model analític podem destacar que considera l'estructura multicapa de la membrana tenint en compte les conductivitats i capacitats tèrmiques dels diferents materials que la componen i a més es poden incloure termes corresponents a les pèrdues per conducció i convecció a través del fluid que envolta l'estructura. Ara bé, la introducció en el model d'aquestes pèrdues es fa a través del paràmetre h , es a dir, mitjançant el coeficient de transferència de calor equivalent. Com ja s'ha comentat aquest paràmetre és de difícil obtenció i a més depèn de la temperatura, la qual cosa fa poc operatiu el model analític.

Tot i ser més costosos en temps i esforç, sobretot els models 3D, els models basats en el mètode dels elements finits permeten incloure en el càlcul el fluid que envolta la membrana, de manera que no cal conèixer a priori el valor del paràmetre h . Aquest fet, a més, permet tenir en compte la dependència amb la temperatura de la conductivitat tèrmica del fluid en qüestió. Fins i tot, en els models MEF, es poden incloure les pèrdues per radiació i analitzar el problema des del punt de vista de l'acoblament electro-tèrmic i termomecànic. A més, modelitzar la geometria aproximada de l'estructura permet obtenir la distribució de temperatures en l'àrea activa.

Per altra banda, considerant els models MEF 2D axisimètrics, aquests a més, són de modelització molt més simple que no pas els 3D, i permeten incloure la forma no uniforme (en l'eix Z) de la microgota de SnO₂. Cal dir, que aquest últim avantatge permetrà analitzar la influència de les dimensions de la microgota en el comportament tèrmic del sensor.

3.1.2 Simulacions Electrotèrmiques i Tèrmiques

Les simulacions acoplades electrotèrmiques han permès obtenir el camp de temperatures en la membrana produït per la dissipació per efecte Joule del corrent aplicat a la microresistència. A més, de l'anàlisi elèctric s'han identificat les zones amb alts nivells de corrent susceptibles de patir problemes d'electro i termomigració.

Un dels aspectes més complexos en les simulacions tèrmiques és la modelització de les pèrdues per convecció i la inclusió de fenòmens no-lineals com són la radiació i la dependència amb la temperatura de la conductivitat tèrmica de l'aire. El problema més important en aquest tipus de simulació és la convecció. S'ha assumit que l'aire és estàtic, es a dir, que la contribució de les pèrdues tèrmiques degudes al moviment natural del fluid són menyspreables. Aquesta suposició s'ha basat en simulacions prèvies dutes a terme pel Dr. Götz [Götz97b] i en observacions pròpies dels sensors investigats, que es basen en el comportament linial de la corba potència-temperatura i la no dependència d'aquesta quan el sensor es mesura en posició vertical.

Així doncs, les pèrdues per conducció a través de l'aire s'han simulat incloent en el model l'aire que envolta l'estructura. La condició de contorn de temperatura ambient imposada a la superfície exterior d'aquests elements que simulen l'aire alterarà el valor de la solució si el volum d'aire considerat no es prou gran. L'estratègia utilitzada ha sigut considerar primer petites extensions d'aire al voltant del sensor i veure com afecta en la solució, per després anar augmentant el volum d'aire. A partir de distàncies al voltant de 500-800µm la solució es manté inalterada al augmentar el volum d'aire. Distàncies similars han estat obtingudes prèviament mitjançant simulacions [Götz97b] i mesures [Lang90].

3.1.2.1 Simulacions electrotèrmiques acoplades.

D'entre altres factors, la correcta operativitat del sensor requereix que la microresistència pugui treballar sota règims modulats en temperatura durant el màxim temps possible i que al llarg d'aquesta vida operativa la resistència nominal sigui suficientment estable, es a dir que es mantingui dins d'un rang raonable al voltant del valor inicial. Per canvis grans, l'augment de la resistència nominal no permetria arribar a les temperatures de treball pels voltatges desitjats i per contra, una reducció de la resistència provocaria un sobreescalfament no controlat del sensor.

L'estabilitat de les resistències de polisilici depèn de la temperatura i de la densitat de corrent que hi circula a través. Per altes densitats de corrent ($>1 \cdot 10^{10}$ A/m²) s'obtenen canvis del valor de la resistència degut a la redistribució de les espècies dopants en el material [Dibb90]. Aquesta redistribució està causada pels fenòmens de termo i electromigració. Així, en l'electromigració la col·lisió dels electrons amb els àtoms dopants provoca el moviment d'aquests, mentre que en les zones amb alts gradients de temperatura la termomigració provoca la difusió dels dopants de les parts més calentes del material a les més fredes [Para91].

Treballs previs mostren que per a microresistències de polisilici muntades sobre estructures micromecanitzades s'obtenen canvis importants (30%) en el valor de la resistència elèctrica per densitats de corrent al voltant de $\sim 1 \cdot 10^9$ A/m² (1100°C) [Para91, Cole95].

Part de les simulacions electro tèrmiques es mostren en la [Figura 3.2](#). Els resultats obtinguts permeten veure la concentració de corrent generada en els escaires tancats de la microresistència fruit de la concentració en aquestes zones de les línies de camp elèctric. Els valors màxims de densitat de corrent obtinguts en aquestes zones per règims de treball d'entre 5 i 10 volts, que corresponen a temperatures mitges en l'àrea activa entre 240 i 600 °C, van des de els $3 \cdot 10^8$ fins als $6 \cdot 10^8$ A/m².

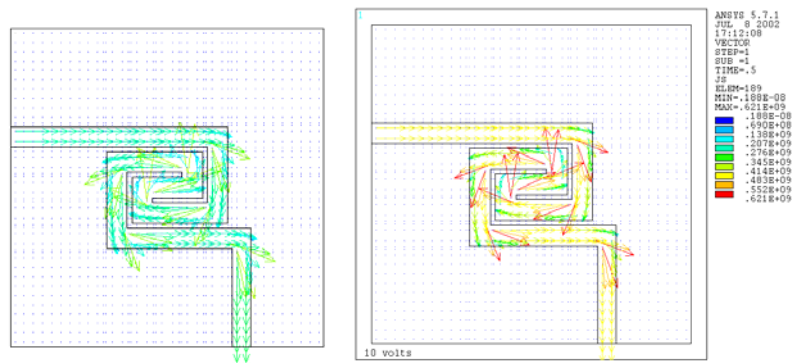


Figura 3.2: Densitat de current al llarg de la microresistència per 5 volts i 10 volts aplicats, respectivament.

S'espera doncs que en els dissenys implementats els fenòmens de termo i electromigració siguin de poca importància sobretot si es treballa per sota els 450°C.

Per temperatures superiors, properes a la temperatura de dipòsit, a aquests problemes s'ha d'afegir, de manera més important els fenòmens de reordenació i creixement dels grans cristal·lins que modifiquen les propietats del polisilici.

La distribució de temperatura s'obté com a resultat de l'equilibri entre la potència generada per efecte Joule per la microresistència i les pèrdues de calor per conducció a través de la membrana, per convecció i radiació. La Figura 3.3 mostra la distribució de temperatures en la membrana per a 5 volts aplicats a la resistència.

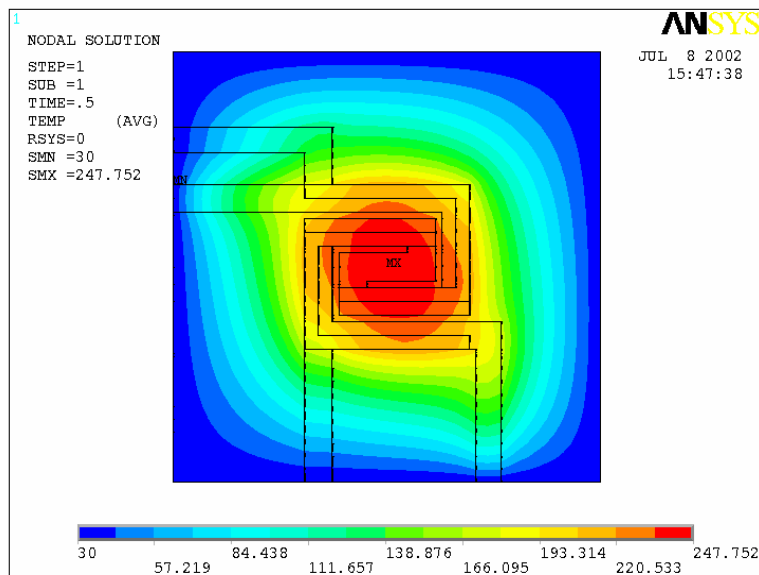


Figura 3.3: Distribució de temperatures per a un voltatge aplicat de 5 volts sense considerar radiació. Sensor 131V.

El resultat de les simulacions revela que la forma semi-espiral de la microresistència permet tenir una bona distribució de temperatures en l'àrea activa. Així, el gradient tèrmic en aquesta zona per a temperatures compreses entre els 200 i els 400°C és de 0.3-0.4 °C·µm⁻¹, i és lleugerament menor que l'obtingut amb microresistències en forma de meandre simple [Götz97b,Bria01]. La temperatura cau abruptament des del final de l'àrea activa fins el marc de silici que s'ha fixat a 30°C. També es pot observar com l'alta conductivitat tèrmica del Platí que forma els electrodes fa que aquests actuïn com a dissipadors de la temperatura en les zones per on hi passen. La presència dels electrodes, provoca una suavització de les temperatures i una lleugera reducció de la temperatura mitja en l'àrea activa. A més tal i com es veurà en el següent apartat, una bona combinació dels electrodes en nombre i

posició geomètrica permet obtenir perfils de temperatura pràcticament plans en l'àrea activa.

3.1.2.2 Simulacions del consum en potència

Una altra característica d'interès en l'estudi del comportament tèrmic dels sensors de gas recau en el seu consum en potència. En aquest treball el consum en potència fa referència a la temperatura mitja obtinguda al llarg de la microresistència en funció de la potencia dissipada per efecte Joule.

El consum en potència dels models que representen els sensors fabricats s'ha obtingut de les simulacions electrotèrmiques. El càlcul de la temperatura mitja en tota la microresistència i en la zona dins de l'àrea activa es porta a terme mitjançant una subrutina aplicada després del càlcul. Aquesta subrutina suma i fa la mitja de les temperatures nodals dels elements que formen part de la microresistència escalfadora.

Bàsicament ens interessarà obtenir la variació de la temperatura mitja al llarg de tota la microresistència i en la part d'aquesta que cobreix l'àrea activa ja que:

- La temperatura mitja al llarg de la microresistència es pot comparar directament amb valors experimentals obtinguts mitjançant mesures elèctriques I-V tal i com es mostrarà en els següents apartats.
- El coneixement del canvi de temperatura mitja en l'àrea activa es de gran utilitat ja que és la zona on es diposita el material sensor. Aquests resultats però per al cas dels dissenys aquí presentats, només es poden validar mitjançant termografia infraroja.

La [Figura 3.4](#) mostra la temperatura mitja al llarg de la microresistència obtinguda mitjançant el model en elements finits (sensor 131V) tenint en compte les pèrdues per conducció en la membrana i la conducció a través de l'aire. També s'inclou en la mateixa gràfica el comportament incloent-hi la dependència de la conductivitat tèrmica de l'aire i les pèrdues per radiació.

Per altra banda, a la [Figura 3.4](#) també es mostra la temperatura mitja al llarg de la microresistència que cobreix l'àrea activa.

En ambdós casos, es pot observar com la desviació del comportament linial comença a ser important a partir dels 350°C. Es a partir d'aquesta temperatura on la conductivitat tèrmica

de l'aire augmenta considerablement respecte el seu valor a temperatura ambient. Aquest efecte incrementa les pèrdues de calor, molt més importants al centre de la membrana, provocant una disminució de la eficiència tèrmica del substrat sensor. Pel que fa a les pèrdues per radiació, són menyspreables per temperatures per sota els 500°C.

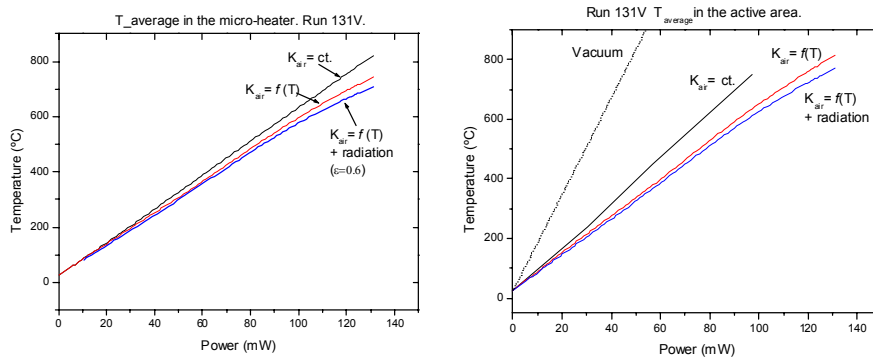


Figura 3.4: Temperatura mitja al llarg de la microresistència (Esquerre) obtinguda mitjançant simulacions amb ANSYS i temperatura mitja en l'àrea activa (Dreta).

Les simulacions indiquen que un 30-35% de les pèrdues és per conducció a través de la membrana, mentre que el 66% aproximadament és per conducció amb l'aire ambient. Les màximes pèrdues per radiació estan al voltant del 2-3%.

3.1.3 Mesures elèctriques I-V

Es pot determinar la potència consumida pels substrats coneixent el voltatge aplicat a la microresistència i mesurant el corrent que hi passa. Un cop coneguda la potència dissipada caldrà conèixer la temperatura a que esta sotmesa l'estructura. Això es pot fer incorporant un sensor de temperatura integrat en el propi disseny o bé, una solució més simple, i per tant, la més utilitzada, és utilitzar la pròpia microresistència com a sensor de temperatura coneixent a priori el seu coeficient de resistivitat tèrmica.

3.1.3.1 Calibració de les microresistències de polisilici

El muntatge utilitzat per a la obtenció del coeficient de resistivitat tèrmica de les microresistències consisteix en una barra metàl·lica acoplada pels extrems a un generador i a un dissipador de potència [Carm00]. D'aquesta manera s'aconsegueix un gradient de temperatures en la barra. Els sensors a calibrar s'introdueixen en un cilindre metàl·lic tancat juntament amb una resistència de Plati la qual actuarà com a termòmetre. Finalment, aquest cilindre es posa en contacte directe amb la barra de manera que variant la seva posició es sotmet a diferents temperatures, més altes quan més a prop del generador.

La mesura de les resistències es realitza utilitzant el mètode de les quatre puntes, de manera que s'elimina la resistència dels cables en la mesura. Cal remarcar que el procés de mesura requereix un temps considerable ja que la dinàmica tèrmica del conjunt cilindre-mostres-termometre és de l'ordre de minuts (temps d'estabilització de la resistència de Pt dins del cilindre).

En la [Figura 3.5](#) i [3.6](#) es mostren la dependència de les microresistències amb la temperatura per a diferents mostres provinents del run 131V i del 131N, respectivament.

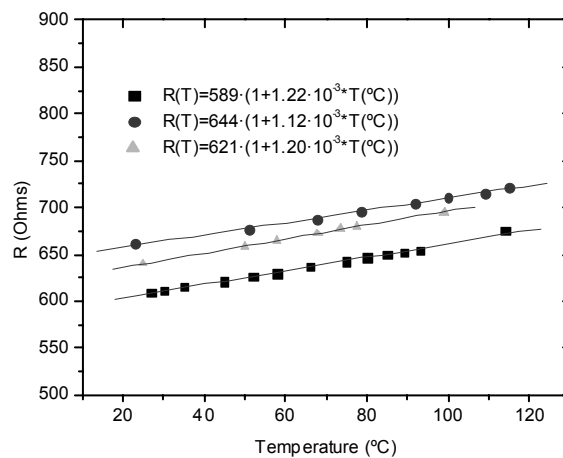


Figura 3.5: Característica resistència-temperatura per les resistències calefactores corresponents al Run 131V.

En la [Taula 3.1](#) es mostren els valors obtinguts de la regressió lineal segons l'expressió:

$$R = R_0 \cdot (1 + \alpha_{CTR} \cdot \Delta T)$$

on R_0 és la resistència a $T = 0^\circ\text{C}$ i α_{CTR} és el coeficient de resistivitat tèrmica.

Els valors obtinguts mostren un comportament molt linial i una bona repetibilitat entre les diferents mostres calibrades.

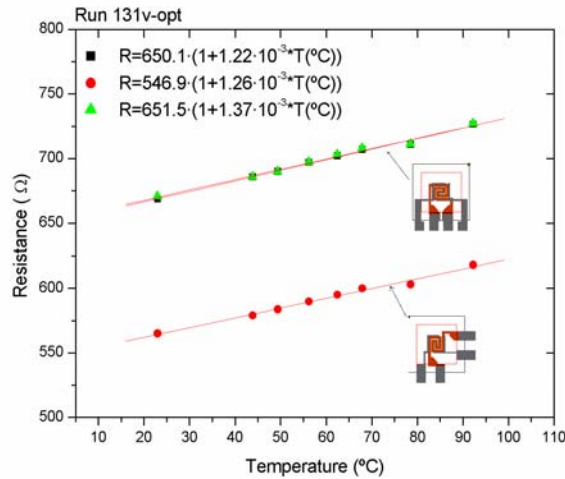


Figura 3.6: Característica resistència-temperatura per les microresistències corresponents al Run 131N. La microresistència del disseny 131N-2 té una pista més i d'aquí que presenti una resistència elèctrica major que el disseny 131N-1.

Taula 3.1: Dependència tèrmica de les microresistències escalfadores.

	$R(T=0^{\circ}\text{C})$	$\alpha_{CTR} (\cdot 10^{-6} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1})$	r
Run 131V	589 ± 2	1226 ± 11	0.9968
	644 ± 2	1120 ± 28	0.9972
	621 ± 2	1209 ± 31	0.9980
Run 131N-1	547 ± 2	1261 ± 54	0.9949
Run 131N-2	650 ± 2	1228 ± 28	0.9946
	651 ± 2	1373 ± 28	0.9964

3.1.3.2 Consum en potència

La dependència de les microresistències amb la temperatura permetrà conèixer el valor de la temperatura mitja per a diferents voltatges. El procediment consisteix en aplicar diferents tensions contínues a la microresistència i mesurar mitjançant un amperímetre col·locat a la sortida de la font, el corrent que entra a la resistència. Cal a més col·locar un voltímetre per tal de mesurar la caiguda de tensió en la resistència. Degut a que la dinàmica tèrmica dels substrats és de l'ordre de desenes de mil·lisegons tal i com es veurà el l'apartat 3.1.6 d'aquest mateix capítol, aquest tipus de mesura es quasi instantània. El valor de la resistència s'obté de l'operació V/I , i havent-la calibrat, podem obtenir la temperatura.

Es important remarcar que la temperatura mitja obtinguda mitjançant aquest mètode (mètode elèctric I-V) correspon a la temperatura mitja al llarg de la microresistència. Per tant doncs, el valor obtingut té en compte també la part de les pistes de la microresistència fora de l'àrea activa (les que enllacen amb els pads). De fet, el material sensible dipositat ocuparà l'àrea activa, i és doncs, en aquesta regió on ens interessa conèixer la temperatura. Per tant doncs, les mesures elèctriques ens aporten una cota inferior de la temperatura en l'àrea activa.

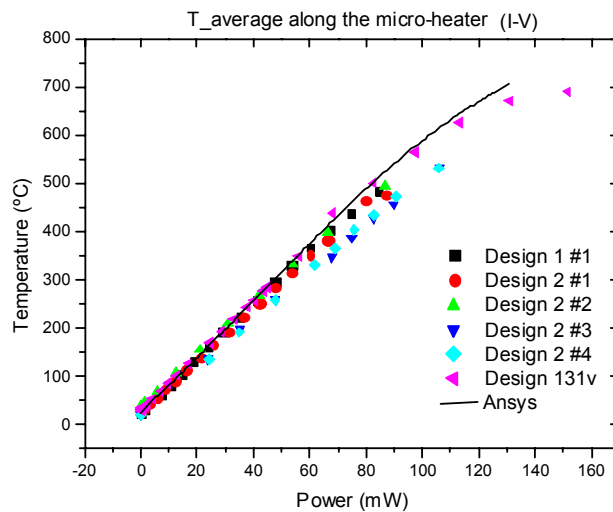


Figura 3.7 : Temperatura mitja al llarg de les microresistències per diferents valors de potència aplicada.

La [Figura 3.7](#) mostra el consum en potència per diferents sensors mesurats. Es mostren, per tal de poder establir comparacions, el comportament dels dissenys 131v, 131N-1 i 131N-2.

Els resultats indiquen un comportament bastant semblant entre els diferents dissenys. Es pot, però, establir petites diferències associades a la geometria de les microresistències. Es a dir, els dissenys 1 i 2 al incloure l'eixamplament de la resistència en la seva part final incrementen lleugerament les pèrdues per conducció és per això que presenten una pitjor corba potència-temperatura (Figura 3.7). Ara bé, com ja s'ha comentat, al eixamplar la part final de la pista es redueix la resistència elèctrica, la qual cosa millora la relació voltatge-temperatura dels sensors tal i com es mostra en la Figura 3.8. Aquesta gràfica presenta la temperatura mitja al llarg de la microresistència per diferents valors de voltatge aplicat. Al reduir el valor de la resistència nominal es millora aquest comportament sempre i quan les pèrdues es mantinguin més o menys constants tal i com és el cas dels dissenys 1 i 2. En el règim linial del comportament temperatura-potència (fins als 350°C) es poden ajustant les dades experimentals mitjançant una recta el pendent de la qual ens dona el valor de l'eficiència tèrmica dels substrats. Les dades obtingudes es mostren en la Taula 3.2 i es comparen amb altres dissenys similars de tipus membrana tancada.

Taula 3.2. Eficiència Tèrmica dels substrats micromecanitzats.

	131V	131N-1	131N-2	[Ross98]	[Bria00]	MGS [Asti00]
Eficiència Tèrmica (°C/mW)	5.78	5.68	5.40	6	5	7.2

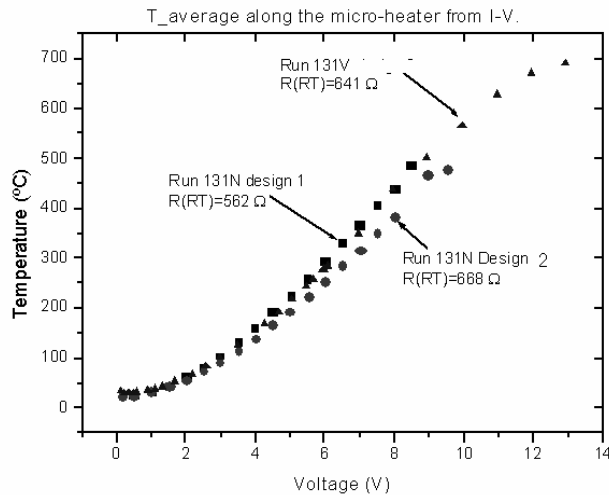


Figura 3.8: Temperatura mitja al llarg de les microresistències en funció del voltatge.

3.1.4 Mesures mitjançant termografia infraroja

Les mesures per termografia infraroja permeten obtenir indirectament la temperatura en la superfície d'un material mitjançant la mesura de la seva energia emesa en forma de radiació en la banda infraroja (longitud d'ona entre 0.75 i 1000 μm), essent aquesta energia funció de la temperatura del material. Els avantatges d'aquesta tècnica de mesura són:

- No és una tècnica de contacte, per la qual cosa no s'interfereix tèrmicament amb l'objecte que volem mesurar.
- El temps de resposta del sistema de mesura és molt ràpid.
- Gran precisió i alta repetibilitat en les mesures.
- Es poden mesurar diferents objectes o mostres alhora i/o diferenciar la temperatura entre zones del objecte a estudiar.

Ara bé, també presenta una sèrie de problemes que cal tenir en compte:

- L'emissió infraroja depèn del factor d'emissivitat de la superfície del objecte a mesurar. Aquest factor varia amb el material, la temperatura i l'estat de la superfície. Una solució habitual per resoldre aquest problema es basa en recobrir la superfície amb una capa uniforme i molt prima d'algun material amb un factor d'emissivitat ben conegut.
- En mostres grans o moderades l'addició d'aquesta capa no afecta de manera important el comportament tèrmic del objecte. Pel contrari, si volem estudiar microestructures i en especial substrats tèrmicament isolats amb dimensions i gruixos micrònics, cal descartar aquest mètode ja que l'addició de la capa de recobriment (sovint molt més gruixuda que la pròpia estructura) canviarà o fins i tot anul·larà el propi comportament tèrmic de l'objecte.
- Altres fenòmens que cal tenir en compte són els de reflexió de la radiació ambient en la superfície de la mostra que sovint fa que es sobreestimi el valor de la temperatura en la superfície. Per altra banda els resultats obtinguts depenen de les condicions ambientals ja que la radiació ha de recórrer la distància des de l'objecte fins la camera. Així la composició de l'atmosfera on es realitzen les mesures, la seva humitat, la radiació ambient, són factors que caldrà tenir en compte i en la mesura que es pugui compensar-los. Finalment la camera i el propi sensor IR emeten també en funció de la seva temperatura.

Per aquest treball les mesures de termografia infraroja van ser dutes a terme al departament de Fiabilitat Mecànica i Micro Materials dins l'Institut Fraunhofer a Berlín. L'equip emprat consta d'una camera de termografia infraroja comercial Thermovision 20900 i el programa IRwin Research v2.01 de tractament i anàlisi de les imatges obtingudes. A través d'aquest software es poden compensar mitjançant la introducció dels corresponents paràmetres, gran part dels factors a tenir en compte, com poden ser els abans citats: la humitat i temperatura ambient, la distància camera-objecte o la transmitància atmosfèrica. La camera treballa en el rang 2-5.6 μm de la banda infraroja amb una resolució de temperatura de 0.2 °C amb 272 pixels per línia que equivalen a una resolució espacial de 22 μm .

El programa de captura d'imatges permet l'extracció i anàlisi de les dades, com pot ser l'obtenció de la temperatura mitja en una zona d'interès, perfils de temperatura, histogrames, etc.

D'aquesta manera es poden obtenir les temperatures mitges en l'àrea activa i al llarg de les microresistències per tal de poder comparar aquests últims resultats amb les mesures elèctriques.

Coneguda la temperatura ambient del laboratori i aproximant l'emissivitat (ϵ) ambient a 0.98 només queda determinar el coeficient d'emissivitat de la superfície de la membrana per tal de conèixer la temperatura a que es troba. Cal tenir en compte que la superfície emissora del substrat micromecanitzat és bàsicament òxid de silici al damunt del qual hi ha els electrodes de Platí. El coeficient d'emissivitat de l'òxid de silici pot variar segons les dades obtingudes a la literatura entre 0.5 i 0.75 [Simo01].

Així, investigacions dutes a terme pel LAAS [Ross97,Asti98] sobre substrats micromecanitzats també amb SiO_2 com a capa superficial, utilitzen un coeficient d'emissivitat de 0.7. Altres grups, independents entre ells, que treballen també amb estructures micromecanitzades per a sensors de gas fan servir coeficients d'emissivitat de 0.5 per l'òxid de silici [Mo01,Zhan02].

Un dels avantatges de l'equip i el software de mesura emprat en aquest treball es que permet obtenir la distribució de temperatures per a diferents coeficients d'emissivitat de la superfície del objecte. Això ens ha permès obtenir les diferents distribucions de temperatura en la membrana per el rang de $\epsilon=0.5-0.7$, tal i com mostren les [Figures 3.9 i 3.10](#). La comparació d'aquestes dades amb les obtingudes mitjançant mesures elèctriques I-V ens permetrà fixar el valor de ϵ pels nostres substrats.

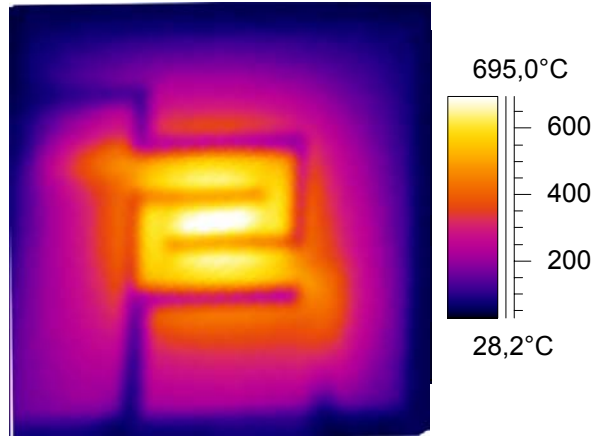


Figura 3.9: Imatge per termografia infraroja del dissenys CNM-131V per un voltatge aplicat de 10 volts per un coeficient d'emissivitat de 0.6.

Degut a que els electrodes de platí tenen un valor d'emissivitat diferent a la de l'òxid de silici, s'obtenen distribucions de temperatura no vàlides, és a dir, tons més freds (blaus) en la Figura 3.9. Aquest fet també explica la sobtada disminució de temperatura que s'obté en el perfil de temperatures de la Figura 3.10 al passar per la zona on estan situats els electrodes.

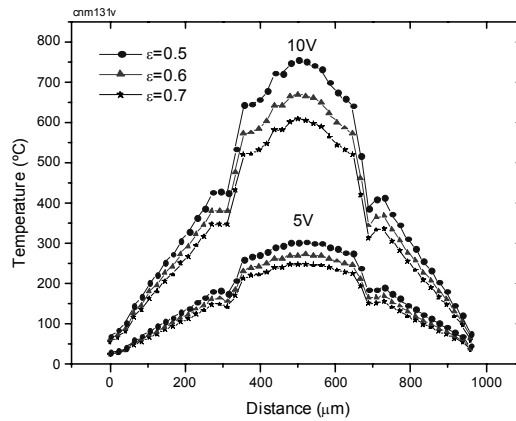


Figura 3.10: Perfil de temperatures mesurat mitjançant termografia infraroja al llarg de la línia que creua pel mig de la membrana.

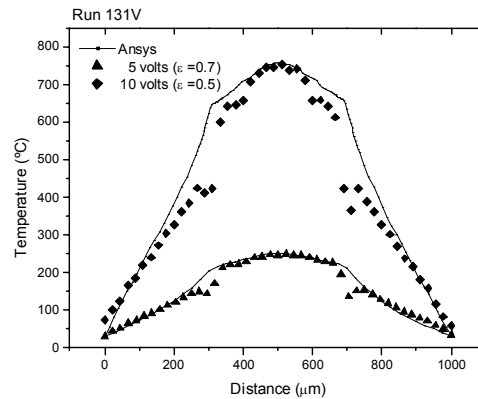


Figura 3.11: Comparació entre perfils de temperatura obtinguts mitjançant termografia i simulacions.

Pel que fa al perfil de temperatures al llarg del centre de la membrana, la [Figura 3.11](#) mostra el bon acord entre les simulacions electrotermiques i els resultats de termografia.

Els resultats de les mesures per termografia mostren una diferència màxima d'uns 50°C a 5 volts i d'uns 100°C a 10 volts entre coeficients d'emissivitat de 0.5 i 0.7. Davant d'aquests resultats és clar que cal fixar amb més exactitud quin d'aquests valors correspon a la superfície de SiO₂ dels substrats. La possibilitat estàndard de l'equip de mesura per tal de fixar el valor d' ϵ consisteix en afegir a la superfície de l'objecte a mesurar un petit adhesiu que té una emissivitat ben coneguda i que ve donada pel fabricant. Pel nostre cas, com ja s'ha comentat, això no es possible degut a les dimensions típiques de l'estructura. Per tant doncs, l'única possibilitat és la comparació de les dades amb les mesures elèctriques. Així, el propi programa de tractament de dades permet calcular la temperatura mitja d'una àrea marcada per diferents valors d'emissivitat. Seleccionant l'àrea coberta per la microresistència podem obtenir la temperatura mitja al llarg d'aquesta i comparar-la amb les corbes potència-temperatura a fi de fixar amb més detall el valor d' ϵ .

La comparació de les corbes potència-temperatura entre les mesures elèctriques i les obtingudes per termografia infraroja per als dissenys 131V i 131N es mostra en la [Figura 3.12](#).

La comparació entre la temperatura mitja al llarg de la microresistència obtinguda mitjançant mesures elèctriques i termografia infraroja mostra que per a temperatures per sobre els 300°C el valor d' ϵ que millor reproduceix les mesures elèctriques és 0.5. Per a temperatures inferiors l'ús d'aquest valor sobreestima el valor de la temperatura mitja.

Aquests resultats suggereixen que pel rang de temperatures de treball cal tenir en compte possibles dependències amb la temperatura del coeficient d'emissivitat del SiO₂.

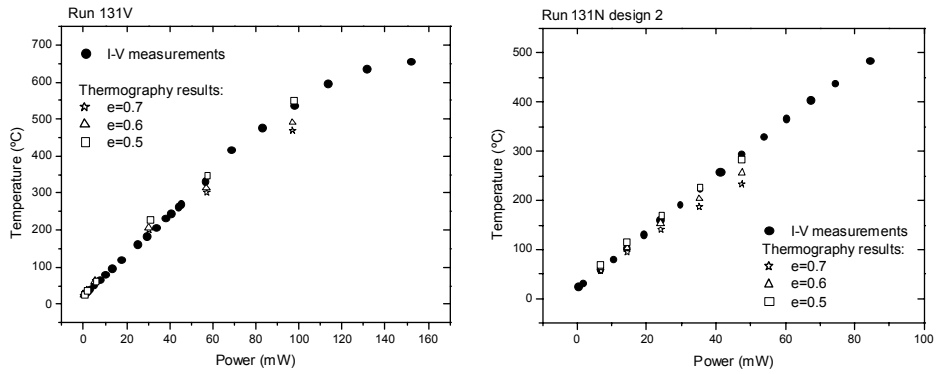


Figura 3.12: Comparació entre la temperatura mitjana al llarg de la microresistència obtinguda mitjançant mesures elèctriques i termografia infraroja per diferents valors d'emissivitat.

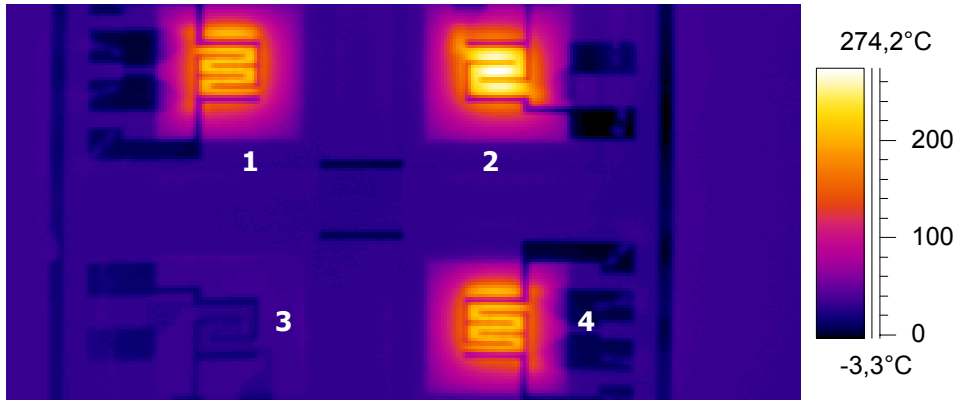


Figura 3.13: Distribució de temperatures per als dissenys del Run 131N. Voltaje aplicat 5 volts.

Com ja s'ha comentat, el disseny dels electrodes té un impacte important en la distribució de temperatures sobretot en l'àrea activa. Això es pot comprovar amb els perfils de temperatura per els dissenys analitzats en aquest estudi i que es mostra en la [Figura 3.13](#) i [3.14](#) respectivament. Mentre que els dissenys 131V i 131N-1 presenten un perfil menys

uniforme en l'àrea activa, amb l'augment del nombre d'electrodes en el disseny 131N-2 s'aconsegueix una distribució de temperatures molt més uniforme en l'àrea activa.

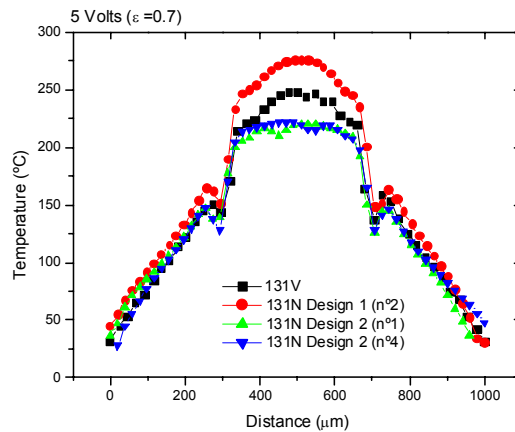


Figura 3.14: Perfil de temperatures al llarg de la meitat de la membrana pels diferents sensors. La numeració dels sensors correspon a la Figura 3.13.

Altres dades d'interès que es poden extreure de les mesures amb termografia infraroja són:

- La temperatura màxima en el marc de silici pot arribar als 60°C, els quals disminueixen ràpidament cap al interior del substrat de silici fins la temperatura ambient. (Veure [Figura 3.13](#)). Això fa que la distribució de temperatures d'un sensor no es veu influenciada pels altres. D'aquesta manera es pot dir que cada un d'ells és tèrmicament independent.
- Considerant un disseny determinat, les diferències en la distribució de temperatures entre sensors diferents està per sota els 10°C. La qual cosa indica un alt grau de repetibilitat en les característiques tèrmiques dels substrats micromecanitzats fabricats al CNM.

3.1.5 Comportament tèrmic de membranes tancades cobertes amb microgotetes de SnO₂

3.1.5.1 Simulacions tèrmiques

La simulació electrotèrmica dels sensors micromecanitzats coberts amb microgotetes de SnO₂ mitjançant models en tres dimensions és un problema massa costós des del punt de vista computacional i de model·lització sobretot si es té en compte que es pot abordar el problema d'una manera molt més simple i efectiva, sense pèrdua important d'informació, utilitzant models amb simetria axial.

El model que s'ha utilitzat en aquest treball té en compte les diferents capes dielèctriques que formen la membrana i al damunt d'aquestes s'inclou la microgota d'òxid d'estany. Aquest model 2D axisimètric, permet resoldre els càlculs d'una manera molt més ràpida, i ha permès a més, portar a terme tota una sèrie de simulacions paramètriques en les que s'ha estudiat la influència de la conductivitat tèrmica i les dimensions de la microgota en el comportament tèrmic del sensor.

Bàsicament dos són els factors que fan difícil la simulació i posterior validació del comportament tèrmic en aquests tipus d'estructures. El primer factor fa referència a la irregularitat geomètrica de les microgotetes des de tots els punts de vista. Es a dir, en primer lloc les microgotetes dipositades no tenen un gruix uniforme i a més el canvi d'aquest al llarg del material pot presentar irregularitats com valls i pics importants. A més, no són del tot esfèriques en el pla, la qual cosa no és pot tenir en compte en un model axi-simètric.

Cal dir també però que les recents millores en el procés de deposició mitjançant microgoteig permeten treballar amb gotes cada vegada més petites, regulars, uniformes i s'aconsegueix un alt grau de repetibilitat en les dimensions geomètriques obtingudes de manera que les dades aportades per les simulacions seran de directe aplicació un cop estandarditzat el procés de deposició [Cire00,Cerd03].

Per altra banda la segona dificultat recau en que cal tenir en compte que el procés d'obtenció d'aquests òxids metàl·lics genera una capa porosa. Ara bé, les propietats materials fan referència al material en forma compacta, es per això que els resultats obtinguts via simulacions han de ser revisats i interpretats amb cura.

a. Influència de la conductivitat tèrmica del SnO₂

La conductivitat tèrmica de l'òxid d'estany està al voltant dels 28.8-30.6 W/m·K [Simo01] i és lleugerament superior a la conductivitat tèrmica dels materials dielèctrics que formen la membrana. Ara bé, el valor de la conductivitat tèrmica obtinguda en la literatura fa referència al SnO₂ convencional en forma compacte. Aquest no és el cas de l'òxid d'estany emprat en aquest treball. Es d'esperar que l'estructura granular, més a prop d'una pols que no pas d'un material compacte, aporti una conductivitat tèrmica més baixa. Per materials molt porosos el flux de calor ha de fluir per conducció a través dels contactes entre grans i per convecció i radiació entre les cavitats intergranulars. Aquest fet genera una reducció important en la conductivitat tèrmica, associada directament al nivell de porositat del material. Mesures experimentals han permès estimar el nivell de porositat del SnO₂ dipositat per microgoteig prop del 20-30% [Cire00], que equivaldria a una conductivitat tèrmica al voltant de 20-24 W/m·K.

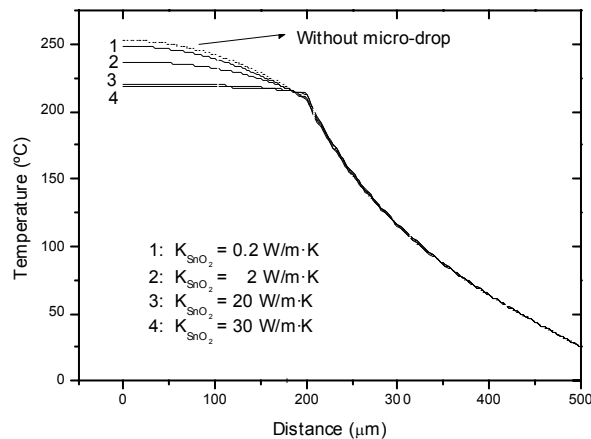


Figura 3.15: Perfil de temperatura des del centre de la membrana fins el marc de silici, considerant una microgota de 400μm de diàmetre per una potència aplicada a la microresistència de 31.3mW equivalents a 5 volts, per a diferents valors de la conductivitat tèrmica de la gota.

Per tal de veure l'impacte del valor de la conductivitat tèrmica del SnO₂ porós, en el perfil de temperatures en l'àrea activa, s'han dut a terme tota una sèrie de simulacions tèrmiques variant la conductivitat tèrmica. Així, en tots els casos s'ha considerat el valor obtingut en la literatura com el valor màxim possible i s'ha anat reduint aquest fins valors de

0.2 W/m·K. La [Figura 3.15](#) mostra el perfil de temperatures al llarg de la membrana per conductivitats tèrmiques del SnO₂ de 0.2, 2, 20 i 30 W/m·K.

Per altes conductivitats tèrmiques la microgota introdueix pèrdues per conducció addicionals que suavitzen el perfil de temperatures en l'àrea activa i redueixen la temperatura mitja global. Calen valors molt baixos per recuperar el perfil obtingut sense la microgota degut al gran gruix d'aquesta (20µm en les simulacions de la [Figura 3.15](#)).

b. Influència del diàmetre de la microgota

Els canvis en la distribució de temperatures en la membrana són molt més importants quan, per a gruixos de la microgota constants, es consideren diferents diàmetres d'aquesta. La [Figura 3.16](#) mostra el perfil de temperatures en la membrana considerant microgotes amb diferents diàmetres i amb un gruix constant de 20µm per una potència aplicada a la microresistència de 50mW.

La presència de microgotes amb radis grans fa que s'augmenti les pèrdues per conducció a través de la membrana ja que s'augmenta la conductivitat equivalent de l'estructura multicapa que forma la membrana.

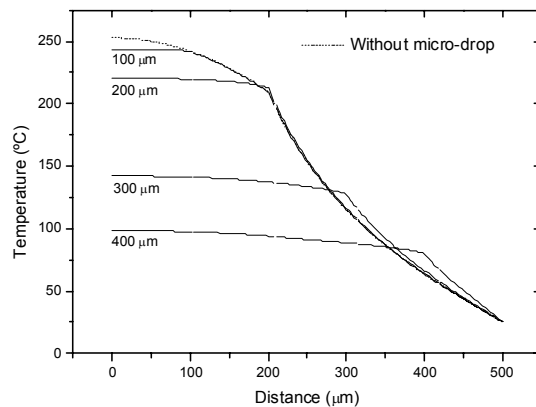


Figura 3.16: Perfil de temperatura des del centre de la membrana fins el marc de silici, considerant una microgota de 20µm de gruix amb diferents diàmetres per una potència aplicada a la microresistència de 31.3mW equivalents a 5 volts.

Un anàlisi més detallat de l'influència del radi i gruix de la microgota en el consum en potència del substrat validat mitjançant mesures experimentals, es presentarà en el punt següent.

3.1.5.2 Consum en potència

Les dades del consum en potència presentades fins ara feien referència als substrats micromecanitzats. Ara bé, per tal de tenir el sensor complet faltaria la deposició del material sensible sobre l'àrea activa.

Cal dir que el comportament tèrmic dels substrats es veurà afectat en menor mesura, en el cas en que la capa sensora cobreixi només l'àrea activa i tingui gruixos per sota de la micra. Ara bé les capes sensibles en forma de gota amb gruixos no uniformes, de l'ordre de desenes de micres, afectaran el comportament tèrmic. Com es d'esperar, la massa extra introduïda en l'estructura es considerable i per tant pot fer incrementar de manera important el consum en potència del sensor.

S'ha analitzat el consum en potència de dos sensors coberts amb microgotetes de 20µm de gruix amb diàmetres de 400 i 600µm. La [Figura 3.17](#) mostra les dues microgotetes analitzades dipositades sobre el substrat micromecanitzat. La [Figura 3.18](#) es pot veure el perfil de la microgota corresponent a la gota de diàmetre de 600µm i la [Figura 3.19](#) mostra el perfil en tres dimensions de la gota de 400µm (mostra 1).

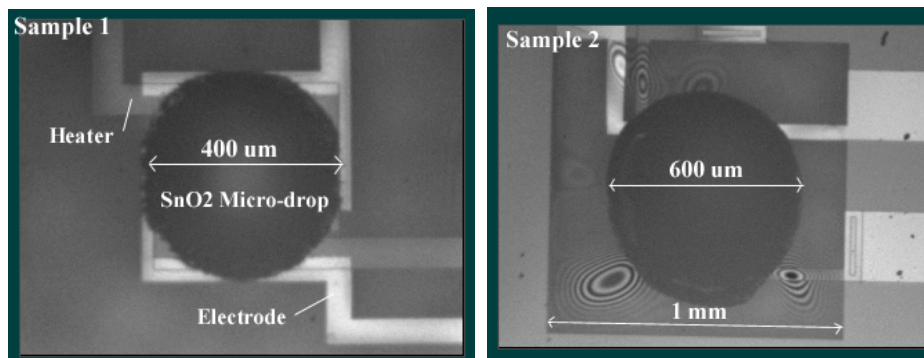


Figura 3.17: Microgotetes dipositades en el substrat micromecanitzat. Esquerre: Mostra 1 (diàmetre 400µm) Dreta: Mostra 2 (diàmetre 600µm).

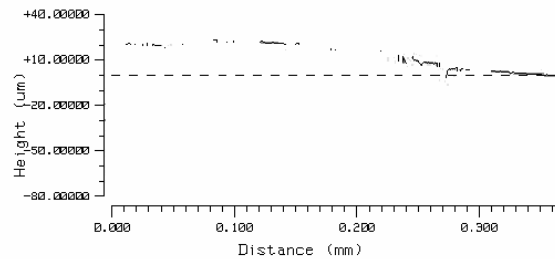


Figura 3.18: Perfil de la microgota 2 (diàmetre 600µm, gruix 20µm)

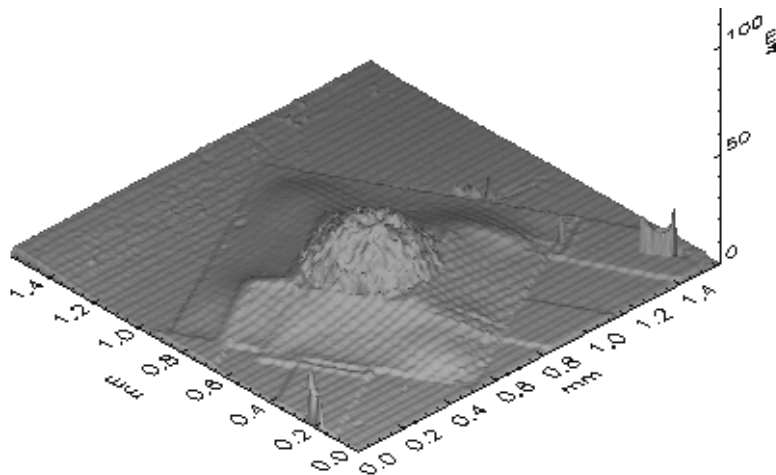


Figura 3.19: Mapa 3D de la microgota 1 (diàmetre 400µm, gruix 20µm)

El consum en potència pels substrats 131V amb les diferents microgotes es mostra en la [Figura 3.20](#). Es pot observar com la reducció en el consum en potència no es gaire accentuat per la mostra 1. Aquesta microgota, tal i com es veu a al [Figura 3.19](#), cobreix exactament l'àrea activa. Degut al gruix de la gota i a que la conductivitat tèrmica de l'òxid d'estany està al voltant de 20-24 W/(m·K) i és, per tant, més gran que la del òxid que forma part de la membrana, s'espera que la presència d'aquesta gota suavitzarà el gradient de temperatures en l'àrea activa però no incrementarà de forma important la conducció més enllà. Es per això que el consum en potència obtingut per aquesta mostra no difereix gaire del obtingut pel substrat sol.

En canvi per la mostra 2, obtenim una reducció molt més important del consum en potència. En aquest cas la capa sensora molt més gruixuda que la pròpia membrana i bona conductora tèrmicament, introdueix pèrdues per conducció addicionals més enllà de l'àrea activa provocant un augment del consum en potència.

Es a dir, la conductivitat tèrmica equivalent del conjunt de capes fora l'àrea activa es de 7 W/m·K ($\text{SiO}_2 + \text{Si}_3\text{N}_4$). La presència de la microgota fora l'àrea activa fa augmentar aquesta conductivitat fins valors propers a 20 W/m·K, d'aquí que s'incrementi considerablement les pèrdues per conducció.

Per els casos estudiats l'eficiència tèrmica s'ha reduït dels 5.78 °C/mW corresponents al substrat micromecanitzat a 5.4 i 4.5 °C/mW per la microgota 1 i 2 respectivament.

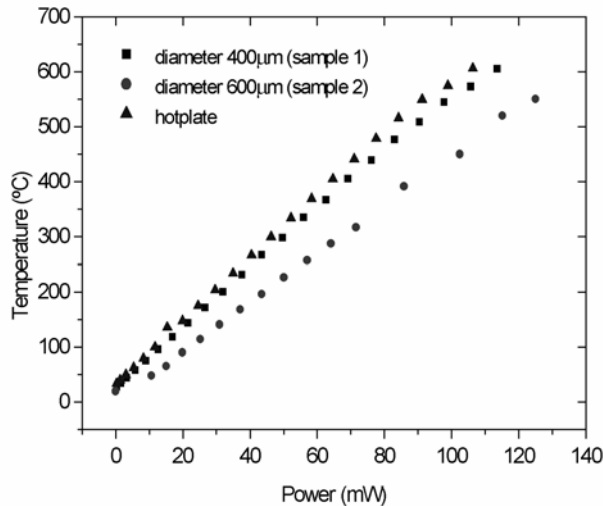


Figura 3.20: Temperatura mitja al llarg de la microresistència pel substrat micromecanitzat 131V i per les microgotes 1 i 2 dipositades.

Ambdues microgotes amb gruixos i perfils mes o menys comparables permeten obtenir la influència del diàmetre en el comportament tèrmic. Ara bé, per tal d'ampliar i completar l'estudi caldria investigar quin és l'efecte de diferents diàmetres i diferents gruixos de la microgota en el comportament tèrmic. El problema es que les tècniques de deposició emprades no permeten controlar en detall el diàmetre de les gotes dipositades i molt menys el seu gruix. Es per això que s'ha combinat les dades obtingudes per les dues mostres amb simulacions en elements finits per tal de dur a terme el citat estudi.

En aquest cas s'ha desenvolupat un model 2D axisimètric i utilitzant els perfils mesurats de les microgotes s'ha reproduït el comportament en potència presentat en la [Figura 3.20](#).

Un cop validat el model 2D s'han realitzat una sèrie de simulacions per tal de veure com canvia l'eficiència tèrmica del sensor per a diferents diàmetres i gruixos de les gotes dipositades. En totes elles s'ha fixat la conductivitat tèrmica de la microgota de SnO₂ en 20W/m·K. La [Figura 3.21](#) mostra els resultats obtinguts mitjançant simulacions i els dos punts corresponents a les mesures experimentals de les microgotes 1 i 2.

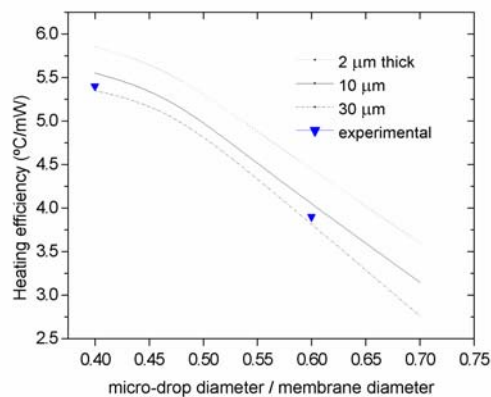


Figura 3.21: Eficiència tèrmica en funció de la relació diàmetre de la microgota i dimensions de la membrana. Línies: simulacions mitjançant el model 2D axisimètric. Punts: mesures corresponents a les mostres 1 i 2.

Dels resultats obtinguts mitjançant aquestes simulacions i les mesures experimentals s'observa que el diàmetre de la microgota és el paràmetre geomètric més influent en el comportament del consum en potència del sensor. Molt més que no pas el seu gruix. Així, a mesura que la gota s'extèn per la membrana, es perd l'aïllament tèrmic que s'havia aconseguit utilitzant dielèctrics tèrmicament poc conductors tèrmicament. De fet, la microgota anul·la aquest isolament introduint pèrdues conductives addicionals. Per altra banda, canvis en el gruix de la microgota dins el rang obtingut amb les tècniques de deposició emprades, afecten en molt menor mesura l'eficiència tèrmica del sensor.

Des de el punt de vista geomètric l'experiència del grup d'investigadors que treballen en la deposició de les microgotes de SnO₂ indica que segons les condicions emprades es poden aconseguir bàsicament dos tipus de gotes. Una primera classe de microgotes planes (gruixos per sota les 5 μm) i extenses. I una segona classe de microgotes més altes o

gruixudes i amb dimensions en el pla molt més reduïdes. Cal dir, que des de el punt de vista tèrmic és aquesta segona classe la que permetria obtenir un comportament més òptim del sensor.

3.1.5.3 Distribució de temperatures en la microgota

Els resultats obtinguts mitjançant simulacions MEF han estat validats mitjançant termografia infraroja. Així, les simulacions prediuen perfils de temperatura pràcticament plans en les microgotes per gruixos al voltant de les $20\mu\text{m}$ i diàmetres al voltant de les $200\mu\text{m}$. Aquest cas s'aproximaria al presentat en la [Figura 3.22](#), on es pot veure que la temperatura al llarg de la microgota de SnO_2 d'unes $200\mu\text{m}$ de diàmetre, amb un gruix aproximat a les $15\mu\text{m}$ és pràcticament constant. Les temperatures mostrades en la [Figura 3.22](#) són només vàlides per a la microgota, ja que s'ha estimat per aquest material un coeficient d'emissivitat de 0.8 [Klep00]. Altre cop cal notar que la diferència abrupta de tons es deguda als diferents valors d'emissivitat dels diferents materials en la superfície de la membrana, que són el SiO_2 , la microgota i els electrodes de Platí.

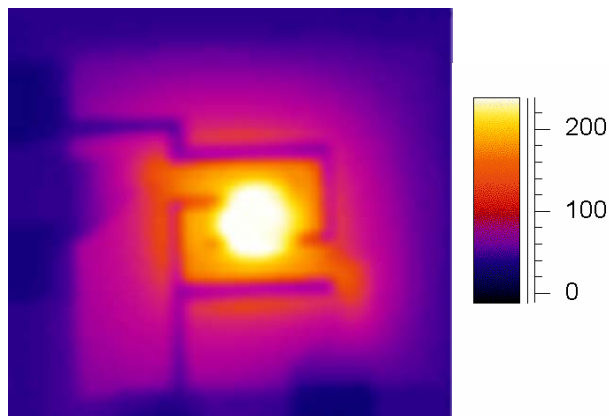


Figura 3.22: Distribució de temperatures en el sensor 131N (disseny 2) cobert amb una microgota de SnO_2 d'unes $200\mu\text{m}$ de diàmetre aplicant 5 volts (31.3mW). Els valors de temperatura són només vàlids per la microgota, ja que s'ha utilitzat un coeficient d'emissivitat estimat de 0.8 per aquest material [Klep00]

3.1.6 Comportament tèrmic dinàmic

En les aplicacions o règims de treball en que, per tal de millorar la selectivitat i la sensitivitat, es treballi en règims modulats en temperatura, caldrà assegurar que la dinàmica del substrat, i molt especialment la del conjunt substrat més microgota, sigui molt més ràpida que no pas la dinàmica associada als canvis en la conductivitat elèctrica del material sensor. Es a dir, cal que la freqüència de treball en règims polsats vingui donada pels temps associats a les reaccions químiques entre el material sensor i el gas a detectar i no pas per la dinàmica tèrmica del substrat.

Degut a que és més fàcil mesurar tensions petites que no pas tenir una gran resolució en la mesura de tensions grans s'ha utilitzat un pont de Wheatstone per a obtenir el comportament dinàmic dels substrats micromecanitzats amb i sense gota. Així, la caracterització dinàmica ha consistit en mesurar la tensió resultant del desequilibri entre els dos divisors de tensió del pont, un dels quals inclou la microresistència variable, per a diferents entrades de tipus esgrao.

Un anàlisi detallat de la resposta dinàmica dels sensors amb i sense microgota permet caracteritzar-los amb una sola constant de temps. Es pot identificar-los com a sistemes de primer ordre en els quals es té un element dissipador d'energia i un altre que l'emmagatzema [Pike97,Simo01]. Per aquests sistemes de primer ordre, la resposta tèrmica a una entrada del tipus esgrao es pot descriure com:

$$T = T_0 + P_{el} R_{termica} \cdot (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (3.1)$$

on P_{el} és la potència dissipada, $R_{termica}$ la resistència tèrmica total de la membrana i τ és la constant de temps del sistema. La freqüència pròpia del sistema ω_n , ve donada per $1/\tau$. La resposta dinàmica del sistema, ja sigui per règims polsats, en rampa o sinusoidals [Cavi96,Heil97,Llob01], queda caracteritzada pel coneixement de ω_n o de τ .

Les constants de temps dels diferents dissenys, obtingudes mitjançant ajust numèric per una entrada esgrao de 0 a 5 volts, es mostra en la [Taula 3.3](#). La [Figura 3.23](#) mostra la resposta dinàmica del substrat 131N-1 i el corresponent ajust mitjançant l'expressió (3.1).

Taula 3.3. Constants de Temps (ms)

τ (ms) ± 2	Substrat	Microgotes (radi aprox. μm)		
		200	300	450
131V	7		27	45
131N-1	8			
131N-2	10	12		

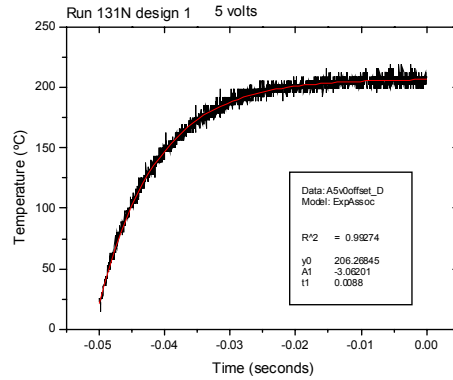


Figura 3.23: Resposta a una entrada esgraó de 0 a 5 volts. Sensor 131N disseny 1.

Tal i com es veu a la [Figura 3.23](#), les simulacions del comportament dinàmic aporten temps de resposta molt propers als valors mesurats. En concret la [Figura 3.24](#) mostra la resposta dinàmica del sensor 131V per a un pols esgraó de 0 a 5 volts en la microresistència. La simulació segueix amb l'aplicació d'un pols sobreposat.

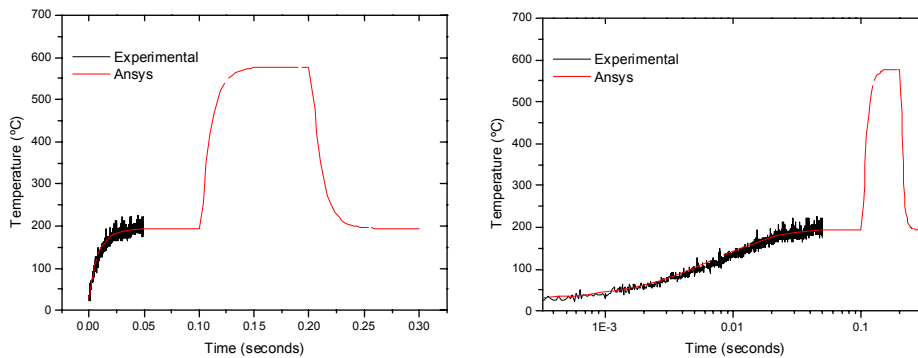


Figura 3.24: Comportament dinàmic del sensor 131V per a un pols esgraó de 5 volts. La simulació segueix amb l'aplicació d'un pols sobreposat.

La resposta tèrmica obtinguda pels sensors 131N és molt semblant a la dels sensors 131V. En el cas del disseny 131N-2, s'ha detectat una lleugera diferència deguda a la major

presència d'electrodes de Platí en l'àrea activa que fa que s'enlenteixi la seva resposta dinàmica.

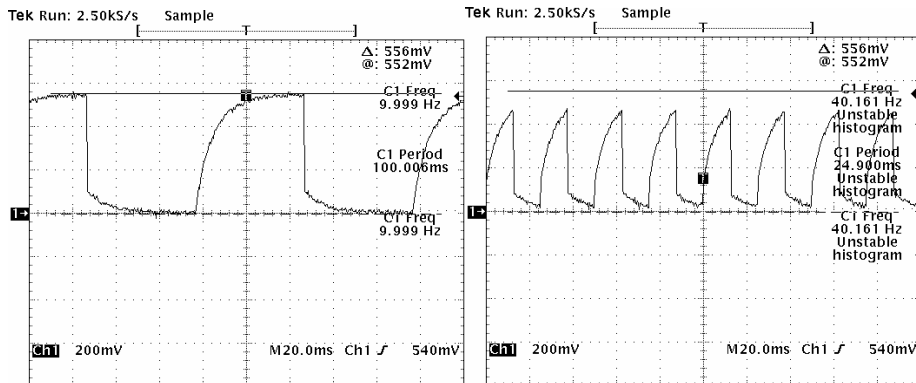


Figura 3.25: Comportament dinàmic del disseny 131N-1 per un voltatge aplicat que va des de 1 a 4.5 volts. Esquerra: Freqüència 10Hz. Dreta: Freqüència 40Hz. La línia horitzontal marca el nivell on s'assoleix la temperatura corresponent al voltatge aplicat.

La [Figura 3.25](#) mostra la caiguda de tensió en el pont Wheastone aplicant un pols tipus esgraó de 8 volts amb un offset de 2 volts a l'entrada del pont amb una freqüència de 10 i 40Hz. L'excursió de temperatures generades en l'àrea activa sota aquestes condicions va dels 40 als 260°C. Com es pot veure, per freqüències de treball per sobre la freqüència pròpia del substrat, la temperatura en la membrana no arriba al seu valor estable.

L'increment en el temps de resposta pot ser considerable al treballar amb gotes amb diàmetres majors que l'àrea activa. Així, es poden obtenir constants de temps de fins a 45ms en el cas de microgotes amb diàmetres per sobre les 900µm, tal i com es mostra en la Taula 3.3 i en la [Figura 3.26](#).

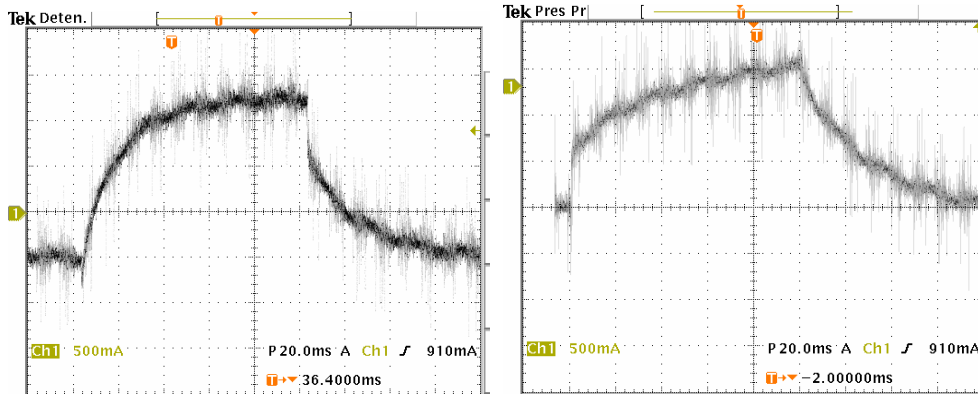


Figura 3.26: Resposta dinàmica pel sensor 131V cobert amb diferents microgotes. Esquerre: Diàmetre 600 μm aproximadament. Dreta: Diàmetre 900 μm . L'alçada màxima d'ambdues microgotes de SnO₂ està al voltant de les 30 μm .

Finalment, la [Figura 3.27](#) mostra la resposta per al disseny 131N-2 cobert amb una microgota de 400 μm de diàmetre i un gruix màxim d'unes 25 μm . Cal remarcar que aquesta és la resposta dinàmica dels sensors coberts amb microgotes de SnO₂ que ocupen exactament l'àrea activa. El temps de resposta mesurat és de 12ms que equival a una freqüència pròpia de 8.3Hz.

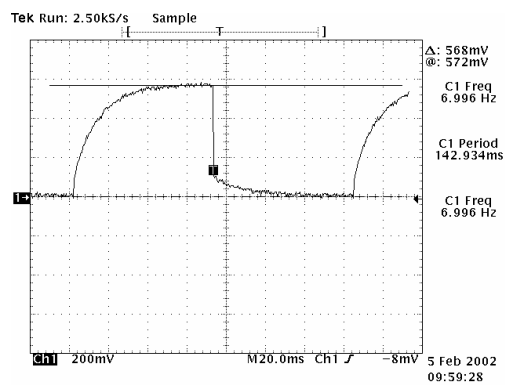


Figura 3.27: Comportament dinàmic per al sensor cobert amb una microgota de SnO₂ amb un diàmetre de 400 μm i una alçada màxima de 25 μm (escala 20ms).

3.2 Anàlisi termomecànica de membranes tancades

Un dels factors claus a l'hora de fabricar membranes dielèctriques micromecanitzades és la seva estabilitat mecànica. És un factor important degut a que en general en els processos de fabricació no es tenen en compte els paràmetres mecànics que afecten els dispositius micromecanitzats. Els materials en capa prima emprats en els processos CMOS presenten tensions residuals fortament dependents de la seqüència de fabricació i de la tècnica de deposició. Els majors problemes associats a les tensions en les capes primes són la delaminació o bé la fractura deguda als excessius estressos compressius o tensils respectivament. Altres problemes associats als nivells d'estressos poden ser la formació de forats i protuberàncies, que actuen com a concentradors locals del nivell de tensions.

Per altra banda, no només volem investigar el comportament mecànic dels substrats micromecanitzats al llarg i després del seu procés de fabricació. Gran part de l'interès recaurà en l'anàlisi del comportament termomecànic per a diferents potències aplicades a la microresistència.

3.2.1 Vinclament de membranes quadrades

Una membrana sota una compressió uniforme $\sigma_x = \sigma_y = \sigma$ actuant en les seves direccions x i y tendirà a doblegar-se de manera sobtada per a estressos per sobre un valor crític σ_{cr} sense la necessitat de cap força externa perpendicular, tal i com es mostra a la [Figura 3.28](#). Aquest fenomen sobtat s'anomena vinclament, i fa que petites variacions en l'estrès compressiu es tradueixin en grans deformacions perpendiculars. És un fenomen inestable resultant de la competició de dos efectes, per una banda la tendència de la membrana prima sota estressos compressius en el seu pla a alliberar aquest estrès mitjançant un desplaçament fora del pla. Aquest fet provoca la deflexió de l'estructura. Per altra banda, el segon efecte és la resistència a flexió que tendeix a mantenir plana la membrana.

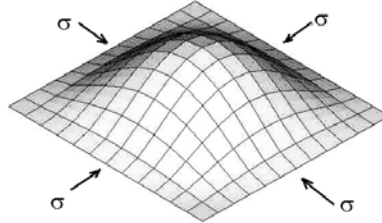


Figura 3.28: Abombament d'una membrana quadrada degut a un estrès residual.

El vinclament de membranes quadrades empotrades ha estat analitzat àmpliament per Timoshenko i per Popescu [Timo61,Pope94], aquest últim més en concret per al cas d'estructures micromecanitzades. L'anàlisi d'aquest fenomen s'aborda mitjançant l'expressió de l'energia de deformació de la qual s'extreu la deflexió i l'estrès crític imposant la condició de mínima energia.

L'energia de deformació total per aquest problema és la suma del terme corresponent a la deflexió de la membrana i al terme que inclou l'efecte de les forces actants [Timo61]. L'estabilitat de la membrana sota un estrès compressiu σ_0 depèn del canvi d'energia de deformació sota un petit desplaçament virtual. Es poden diferenciar tres casos:

- $|\sigma| < |\sigma_{cr}|$: equilibri estable, $w(x,y) = 0$.
- $|\sigma| = |\sigma_{cr}|$: equilibri inestable. Es produeix el vinclament (buckling).
- $|\sigma| > |\sigma_{cr}|$: equilibri estable, $w(x,y) \neq 0$

On $w(x,y)$ representa la deflexió de la membrana. El segon cas fa referència al punt exacte en el qual es produeix el vinclament i permet definir σ_{cr} . Per a membranes quadrades empotrades es té que:

$$\sigma_{cr} = 4.38 \frac{h^2 E}{a^2 (1-\nu^2)} \quad (3.2)$$

i les expressions per la deflexió màxima són:

$$w_0 = 0 \quad \text{per } \sigma \leq \sigma_{cr}$$

$$w_0 = \pm 2.298 h \sqrt{\frac{\sigma}{\sigma_{cr}} - 1} \quad \text{per } \sigma \geq \sigma_{cr} \quad (3.3)$$

on la deformació vertical de la membrana s'obté com:

$$w(x, y) = \frac{w_0}{4} \left(1 + \cos\left(\frac{2\pi}{a} x\right) \right) \left(1 + \cos\left(\frac{2\pi}{a} y\right) \right) \quad (3.4)$$

on a és la longitud de la membrana, h el gruix total i w_0 la deflexió al seu centre.

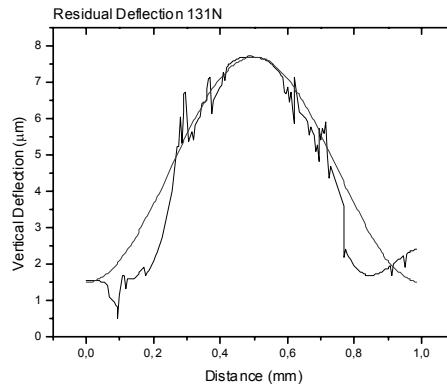


Figura 3.29: Perfil de la deflexió residual d'una membrana tancada (disseny 131N) a llarg de la seva meitat. Es compara amb l'expressió analítica 3.4.

La [Figura 3.29](#) compara el perfil de deformació residual d'una de les membranes analitzades i l'expressió analítica 3.4. El bon acord obtingut en l'àrea activa no és manté en la resta de la membrana degut a la diferència de materials presents en ambdues zones.

Per tal d'obtenir un valor aproximat de l'estrès crític de les membranes micromecanitzades 131V i 131N podem considerar-les com homogènies i formades per un sol material amb propietats mecàniques equivalents. Així, suposant un coeficient de Poisson de 0.25 i un mòdul de Young de 180GPa com a valors mitjos per la membrana, l'estrès crític compressiu que produiria el vinclament està al voltant de 1 MPa. És un valor molt menor que els típics estressos residuals que s'indueixen en els diferents passos de fabricació. Cal esperar doncs, que un cop fabricada, la membrana es trobarà en un estat deformat posterior al vinclament (post-vinclament).

3.2.2 Deformació residual i estrès residual mig.

Un cop dipositats tots els materials, l'atac anisotropic de la part posterior de l'oblea allibera les capes que formen la membrana, deixant l'estructura lliure. Depenen del nivell de tensions en cada capa s'obtindrà un estrès resultant en tota l'estructura que, si és prou gran, pot provocar l'excessiva deformació de l'estructura o bé la ruptura d'aquesta.

El mapa i els perfils de deformació de les estructures micromecanitzats analitzades en aquest treball han estat obtinguts mitjançant microscopia interferomètrica utilitzant l'equip comercial Zygo i a través de mesures amb microscopia confocal amb l'equip Leica TCS 4D [SCT].

Els resultats corresponents a la deformació residual de les membranes tancades mostren una molt alta repetitivitat en el valor obtingut, tant pels substrats del procés 131V com pels del 131N. En ambdós casos, a temperatura ambient, i després del seu procés de fabricació, les membranes presenten una deformació, sempre convexa (amunt), d'entre 5 i 6 μm tal i com es mostra en les [Figures 3.30, 3.31 i 3.32](#).

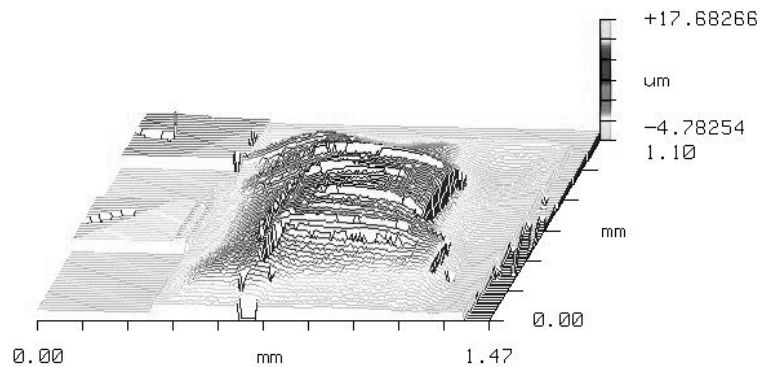


Figura 3.30: Imatge topogràfica obtinguda per microscopia interferomètrica de la deflexió residual de les membranes tancades. (disseny 131V)

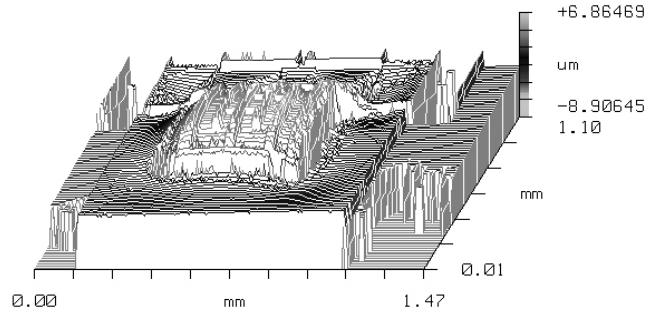


Figura 3.31: Imatge topogràfica obtinguda per microscopia interferomètrica de la deflexió residual de les membranes tancades. (disseny 131N-2)

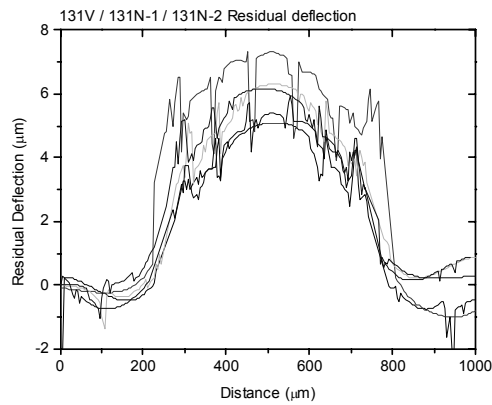


Figura 3.32: Perfils de la deflexió residual al llarg de la meitat de les membranes mesurades.

L'estrès mig que actua en la membrana es funció dels estressos individuals de cada material σ_{0i} i del seu gruix d_i , i es pot expressar com:

$$\sigma_0 = \frac{1}{d} \sum_i \sigma_{0i} d_i \quad i = SiO_2, Si_3N_4, poliSi, \dots \quad (3.5)$$

on d és el gruix total de la membrana.

Rossi et al. [Ross98] suggereixen que un rang acceptable per l'estrès mig resultant és $|\sigma_0| > 0.1 GPa$

El valor de la deformació màxima obtinguda al centre de la membrana ens permet obtenir el valor d'estrès residual mig. Emprant l'equació 3.3 i les deformacions màximes mesurades, s'obté un estrès residual compressiu sempre menor a 20MPa. Aquest valor està molt per sota del valor residual considerat crític per aquest tipus de membranes que està al voltant dels 100MPa [Ross98]. Així doncs, per aquest tipus de membranes (geometria, materials i gruixos), el procés de fabricació dut a terme al CNM es pot considerar òptim des del punt de vista mecànic.

La Figura 3.33 mostra el rang d'estressos residuals en el SiO_2 ($0.8\mu\text{m}$) i en el Si_3N_4 ($0.3\mu\text{m}$) que combinats donen un estrès residual mig a la membrana dins del rang acceptable suggerit per Rossi [Ross98]. La franja blanca indica la combinació de valors que indueixen un estrès compressiu d'entre 10 i 20MPa com és el cas dels sensors que s'han analitzat. Així, revisats els valors de la bibliografia, sembla raonable pensar que la deformació residual de la membrana pot estar provocada de forma principal per un estrès compressiu en l'òxid al voltant dels -150 MPa i un estrès tensil en el nitrur al voltant dels 300-400 MPa.

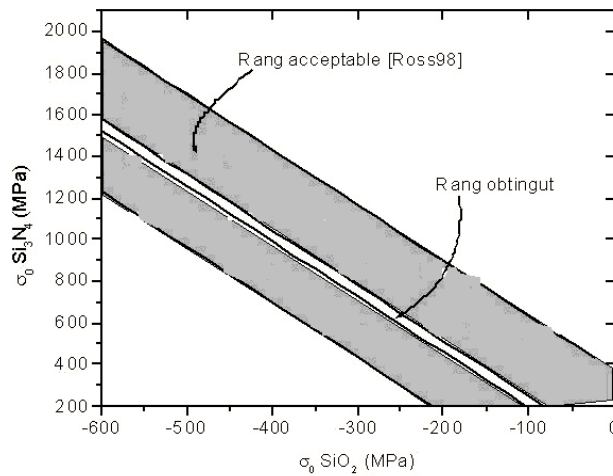


Figura 3.33: Rang d'estressos residuals en el SiO_2 i en el Si_3N_4 que combinats donen un estrès residual mig per sota els 100MPa. La franja blanca indica el rang per tal d'obtenir en la membrana un estrès compressiu mig al voltant dels 20MPa.

3.2.3 Deformació a diferents temperatures.

3.2.3.1 Vinclament bimetal·lic.

Al aplicar voltatge a la microresistència, l'augment de la temperatura en la membrana fa que els materials que la componen s'expandeixin uns respecte els altres i tots respecte la vora de silici, que es troba pràcticament a temperatura ambient.

Així, per una banda, es té la deformació produïda per l'expansió de la membrana respecte el marc de silici. Aquesta deformació deguda a l'expansió dels materials tendeix a augmentar la deformació de la membrana seguint la mateixa direcció de la curvatura inicial o residual.

Per altra banda, s'indueix també deformació entre les diferents capes degut a la diferència de coeficients d'expansió tèrmica dels materials que formen l'estructura. Aquesta segona deformació tèrmica produeix el que s'anomena efecte bimetal·lic [Timo61]. Així, l'efecte bimetal·lic induirà la deflexió de la membrana en sentit còncau o convex segons sigui la configuració de materials de l'estructura multicapa. Un esquema de la configuració de capes en els dissenys analitzats es mostra en la [Figura 3.34](#). El comportament bimetal·lic de la membrana es pot dividir en dues zones, una corresponent a l'àrea activa i l'altre a la resta de la membrana. Fora de l'àrea activa, la membrana és bàsicament una estructura bi-capa, formada pel nitrur a sota i l'òxid de silici al damunt. Donada aquesta configuració, i tenint en compte que el nitrur presenta una rigidesa i un CTE molt més grans que l'òxid, al augmentar la temperatura, aquesta configuració de capes tendeix a doblegar-se cap avall. El comportament bimetal·lic de l'àrea activa és de difícil determinació degut al major nombre de capes i materials presents. A més, el fet de que el polisilici i els electrodes de Pt-Ti siguin presents d'una manera no continua complica encara més l'anàlisi. Ara bé, qualitativament es pot veure que, donat que el polisilici i el nitrur presenten un CTE molt semblant podem establir que aquests dos materials actuen com un de sol des del punt de vista de l'efecte bimetal·lic. Per altra banda, l'òxid té un CTE molt baix respecte tots els altres materials, de manera que la seva expansió no hauria de dominar sobre la dels altres materials. Finalment, la presència del Pt-Ti al damunt de tot de la membrana i donat que aquest material té un CTE molt major a la resta de capes, fan que la seva expansió a mesura que la temperatura augmenta tendeixi a contrarestar l'expansió del nitrur i del polisilici.

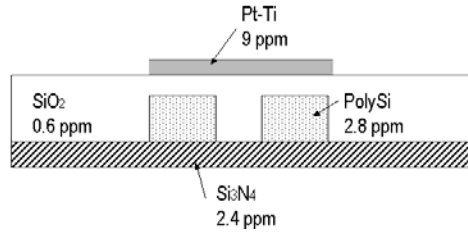


Figura 3.34: Esquema de la configuració de capes en les membranes micromecanitzades.

Per tant doncs, la deformació total de la membrana a diferents temperatures ve determinada per la relació entre l'efecte bimetal·lic i l'expansió tèrmica dels materials que la componen. En termes generals, si l'efecte bimetal·lic és petit, la membrana continuarà incrementant la seva deflexió a mesura que augmentem la temperatura, seguint la mateixa direcció donada per la curvatura inicial. Ara bé, l'efecte bimetal·lic serà cada vegada més important a mesura que s'augmenta la temperatura. Quan l'efecte bimetal·lic superi l'efecte de l'expansió tèrmica mitja es pot arribar a produir, segons sigui la configuració dels materials, un canvi de sentit de la deformació de la membrana.

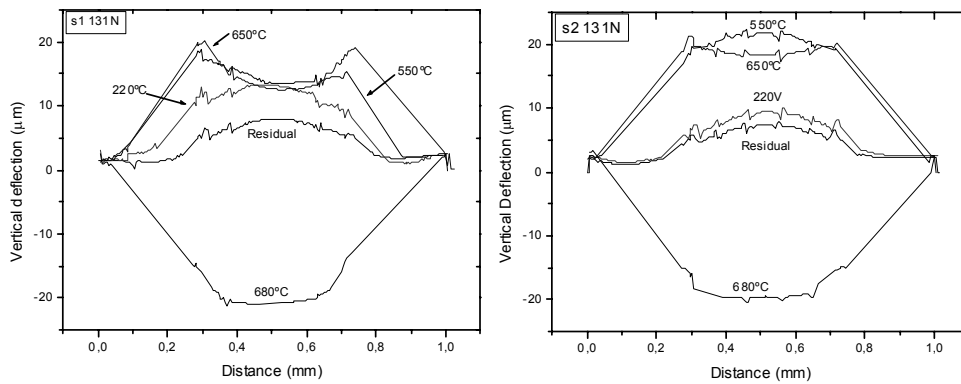


Figura 3.35: Perfils de la deflexió de la membrana per a diferents temperatures (voltatges). Dissenys 131N-1 i 131N-2 (anomenats s1 i s2 respectivament).

Les mesures de deformació dels dissenys 131V i 131N mostren un augment de la deformació convexa inicial a mesura que s'augmenta el voltatge i per tant la temperatura. A mesura que la temperatura augmenta en l'àrea activa la diferència d'expansió tèrmica entre capes es fa cada vegada més important. Això es tradueix inicialment en una reducció

de l'abombament en l'àrea activa per a temperatures per sobre els 550°C. Aquests resultats es mostren en la [Figura 3.35](#).

A partir d'aquí, la temperatura es prou alta en l'àrea activa com per que l'expansió tèrmica major del nitrur de silici tingui efecte i canviï el sentit de l'abombament. Es a dir, l'efecte bimetal·lic entre les capes òxid-polisilici i el nitrur tendeix a doblegar el centre de la membrana de forma còncava. Aquest fenomen es pot veure en la [Figura 3.36](#) Es a partir d'aquestes temperatures que aquest efecte bimetal·lic es superior al moment de flexió de la membrana degut a l'expansió tèrmica de tots els materials. L'efecte bimetal·lic s'inicia i és dominant en l'àrea activa ja que aquesta zona es manté molt més calenta que la resta de la membrana tal i com s'ha discutit en els punts referents a la caracterització tèrmica.

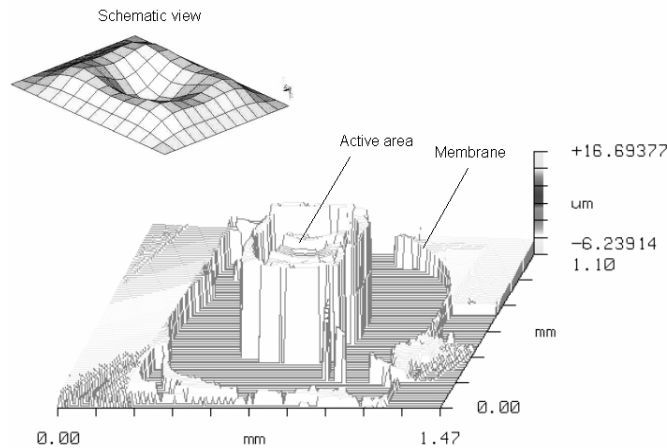


Figura 3.36: Imatge topogràfica obtinguda per microscopia interferomètrica de la deflexió de la membrana 131V. La temperatura mitja en la membrana és d'uns 650°C.

Aquesta competició entre comportaments coexisteix a temperatures de 550°C fins 650°C. Per sobre, petites pertorbacions en l'estructura fan que la membrana es doblegui tota ella cap avall. En la [Figura 3.37](#) es pot veure el perfil de la membrana just en el moment en que es produeix el vinclament bimetal·lic.

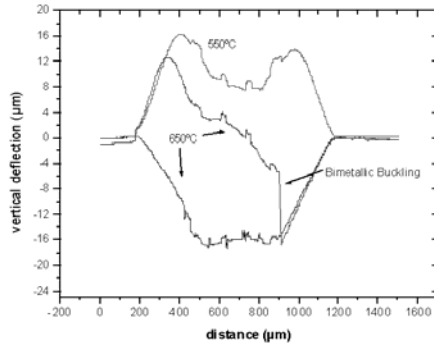


Figura 3.37: Canvi en el sentit de la deflexió de la membrana tancada causat per l'efecte bimetal·lic dominant en l'àrea activa.

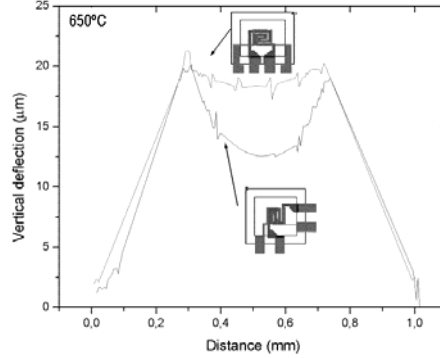


Figura 3.38: Deflexió vertical de les membranes tancades per una temperatura mitja en l'àrea activa d'uns 650°C.

En la [Figura 3.38](#) es pot veure la influència dels electrodes de Pt-Ti en el comportament bimetal·lic. Una major presència d'electrodes (degut al seu alt CET) contrareasta l'expansió del nítrur i redueix la deflexió de la membrana en l'àrea activa.

Després del procés de vinclament bimetal·lic, la deformació residual de la membrana es redueix de manera que s'obté un perfil pràcticament pla. Aquest fet indica el desenvolupament de deformacions plàstiques en les capes de la membrana al treballar a temperatures per sobre els 550°C.

3.2.3.2 Relaxació a altes temperatures

La [Figura 3.39](#) recull l'evolució de la deflexió en l'àrea activa sota un voltatge de 10 volts (550°C). El canvi de sentit de la deflexió al llarg del temps, indica la relaxació de la capa d'òxid de silici. Així, per temperatures per sobre els 550°C es produeixen deformacions plàstiques en el SiO₂ [Thur02] que produeixen la relaxació la capa i fan que l'efecte bimetal·lic estigui dominat per la capa de nítrur. Això provoca la inversió del sentit de la deflexió de l'àrea activa.

Un altre factor que pot influir a aquest fenomen és la relaxació dels estressos en els electrodes de Pt-Ti associada a canvis microestructurals en la capa com poden ser el creixement del gra i processos de difusió del Ti. Una discussió més ampla d'aquests factor es discutirà en el capítol 4.

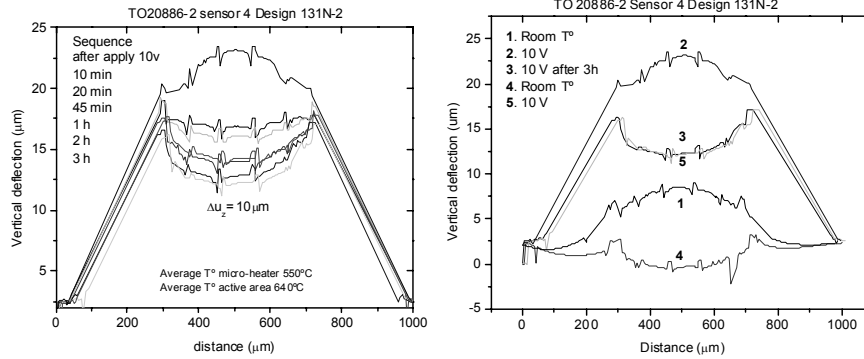


Figura 3.39: Canvi en la deflexió de l'àrea activa de la membrana a altes temperatures degut a la relaxació del Pt/Ti.

Aquesta relaxació només té lloc durant el primer cicle d'escalfament tal i com es mostra en la [Figura 3.39](#). Es pot veure com, partint de la deformació inicial, al augmentar el voltatge fins a 10 V (550°C) també ho fa la deflexió de la membrana de manera global. Passades tres hores, la curvatura en la zona activa s'ha invertit completament. Després d'aquest punt, si s'anul·la el voltatge aplicat ja no es retorna a la deformació inicial residual, sinó que es té un perfil de deformació molt més pla.

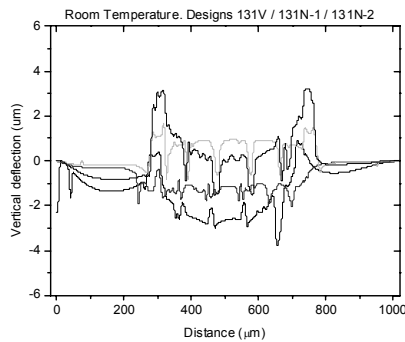


Figura 3.40: Deflexió de la membrana a temperatura ambient després del procés de relaxació tèrmic.

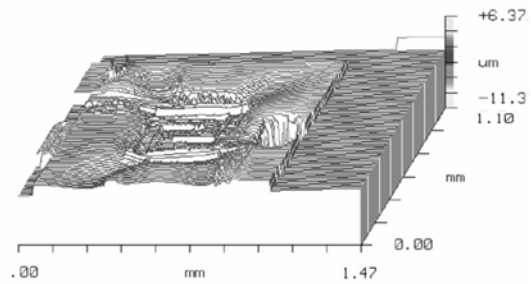


Figura 3.41: Imatge topogràfica de la superfície de la membrana corresponent al disseny 131V a temperatura ambient després del procés de relaxació tèrmic.

La [Figura 3.40](#) mostra el perfil de deformació obtingut després del procés de relaxació per a diferents mostres i en la [Figura 3.41](#) es pot veure el mapa de deformació d'una de les membranes. Després del procés de relaxació el perfil de la membrana és pràcticament pla indicant així una relaxació dels estressos compressius en les capes. Si es torna a la mateixa temperatura s'obté la mateixa deformació obtinguda al final del procés de relaxació.

3.2.4 Comportament post relaxació

Després del procés de relaxació de la capa d'òxid de silici, el comportament mecànic de la membrana és estable i repetitiu. Al augmentar la temperatura en l'àrea activa, aquesta es defleca cap avall fins arribar a un màxim d'unes $-21\mu\text{m}$ abans de la ruptura que corresponen a uns 700°C de mitja en l'àrea activa.

Aquest comportament, molt més estable, permet la seva modelització mitjançant models en elements finits, i com es veurà, això permetrà obtenir la distribució aproximada d'estressos en la membrana en el punt final de ruptura.

Per tal de reproduir aquest comportament termomecànic a través de models MEF, és necessari conèixer quin es el grau d'estrès residual actuant en cada capa. Aquesta, és un informació a priori desconeguda, ja que, si bé, es pot determinar l'estrès residual en cada capa aïllada, es fa molt difícil saber quin estrès actua en cada material després del tractament tèrmic realitzat en tota l'estructura multicapa.

Considerant el procés de dipòsit i el posterior dopat del polisilici, s'espera que l'estrès actuant en la microresistència sigui lleugerament compressiu [Beni96, Maie96, Elbr97]. En base a treballs previs de caracterització mecànica del polisilici [Beni96, Said96] l'estrès residual que s'ha tingut en compte en les simulacions MEF és de 100MPa compressius.

Pel que fa al nitrur, George et al. [Geor95] obtenen un estrès residual tensil entre 300 i 600MPa per una capa de $0.3\mu\text{m}$ amb una dosi d'implantació de $2\cdot 10^{15}\text{ at/cm}^2$. En base a aquestes dades s'ha suposat en les simulacions un estrès residual tensil de 400MPa .

Per altra banda, s'espera que l'estrès residual compressiu en l'òxid s'hagi vist reduït en major importància degut als tractaments tèrmics aplicats als sensor amb temperatures per sobre els 550°C [Thur02] i als fenòmens de relaxació mesurats i discutits en el punt anterior. Per aquest material, després del procés de relaxació, s'ha suposat un estrès compressiu de 50MPa .

Finalment, pel que fa al platí, en les simulacions s'ha tingut en compte un valor tensil de 200MPa obtingut directament de la bibliografia [Kim01]. Aquest estrès residual concorda amb les mesures que es presentaran en el capítol 4, referent a la caracterització mecànica del Pt-Ti.

La [Taula 3.4](#) recull els estressos considerats en el model MEF (a través de la temperatura de referència) per a les simulacions termomecàniques [Ansys].

Taula 3.4: Estressos residuals considerats en els models MEF.

Si ₃ N ₄	400MPa
SiO ₂	-50MPa
Polisilici	-100MPa
Pt	200MPa

Amb aquests valors s'aconsegueix un bon acord entre la deformació màxima de la membrana mesurada a diferents temperatures i l'obtinguda per simulació.

La [Figura 3.42](#) compara la deformació màxima mesurada pels dissenys 131V i 131N (sempre còncava després de la relaxació tèrmica) amb els resultats obtinguts mitjançant les simulacions termomecàniques no-linials. Cal remarcar una bona repetibilitat en el comportament mecànic de les membranes per al diferents dissenys. Com es d'esperar, i com ja s'ha comentat anteriorment, el disseny 131N-2 es deflecta lleugerament menys que els altres dissenys degut a la configuració del elèctrodes de Pt.

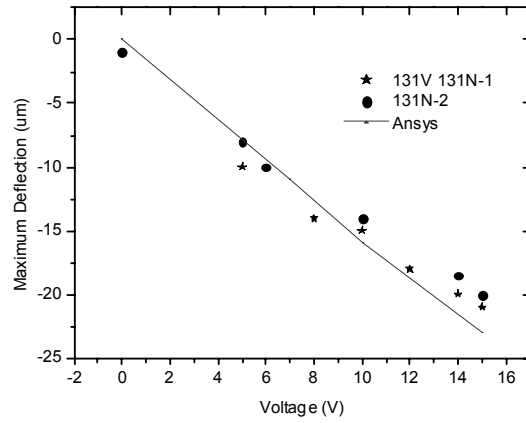


Figura 3.42: Màxima deflexió mesurada i simulada en la membrana per als diferents dissenys analitzats en funció del voltatge aplicat a la microresistència.

En la [Figura 3.43](#) es detallen el mapa el perfil de deflexió vertical per al disseny 131V per una temperatura de 550°C de mitja en l'àrea activa (10 volts). Com es pot veure la deformació es totalment còncava. En la zona de l'àrea activa, els elèctrodes de platí tendeixen a mantenir aquesta zona més plana.

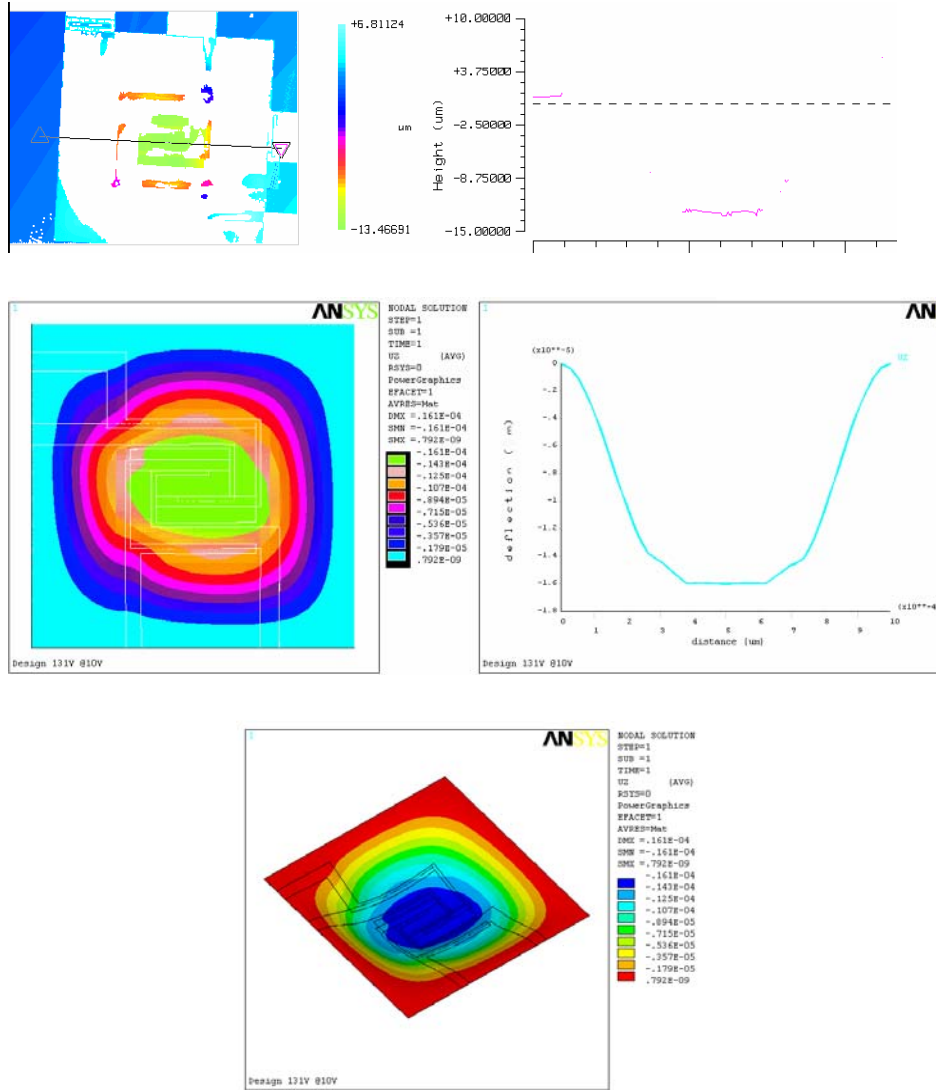


Figura 3.43: Comparació de la deflexió vertical del disseny 131V per a 10 volts aplicats a la microresistència entre les mesures obtingudes amb microscopia interferomètrica i els resultats de les simulacions MEF (S.I).

3.2.5 Distribució d'estressos i mecanismes de degradació en els substrats.

La distribució de estressos obtinguda mitjançant el model 3D prediu diferents zones crítiques per als diferents materials que componen la membrana. L'objectiu d'aquest anàlisi es quantificar el nivell d'estressos en les diferents capes abans de la ruptura (700°C) i determinar a on es produeix la fractura de la membrana. El comportament de la membrana analitzat, es doncs, un comportament límit, lluny de les condicions normals de treball dels sensors de gas.

També es vol relacionar el nivell d'estressos obtinguts amb els mecanismes de degradació que han estat observats mitjançant AFM després de ciclats tèrmics. Aquestes mesures de la superfície de la membrana s'han pres a temperatura ambient mitjançant l'equip EM5 de la marca ThermoMicroscopes (Sunnyvale,CA) en mode de no-contacte. S'han escanejat dues zones que es mostren en la Figura 3.44. El tractament tèrmic, previ a les mesures, ha consistit en aplicar 7.5 volts a la microresistència durant 30 minuts, els quals produeixen una temperatura mitja en l'àrea activa d'uns 450°C. Al ser una mesura superficial, els resultats obtinguts només fan referència als materials presents en la part superior de la membrana que són el SiO₂ i els elèctrodes de Pt-Ti.

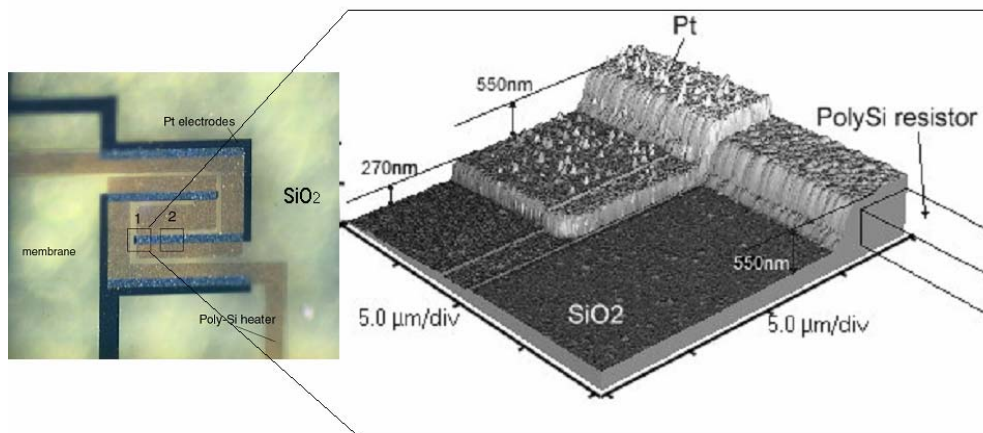


Figura 3.44: Esquema de les dues zones que han estat analitzades mitjançant AFM. L'esquema de la dreta mostra la zona n°1 ampliada amb el valor dels gruixos mesurats.

3.2.5.1 Nitrur de Silici

El nivell d'estressos obtingut en el Si_3N_4 es manté relativament tensil en les parts més fredes de la membrana i esdevé cada vegada més compressiu a mesura que ens apropem a l'àrea activa. És en aquesta zona, a on les altes temperatures produeixen l'expansió del material que indueix el desenvolupament d'estressos compressius que contraresten els tensils residuals.

Les simulacions indiquen que per una temperatura mitja en l'àrea activa de 700°C , es tenen al voltant dels 200MPa en la membrana i -300MPa en l'àrea activa. La [Figura 3.45](#) mostra aquest resultat.

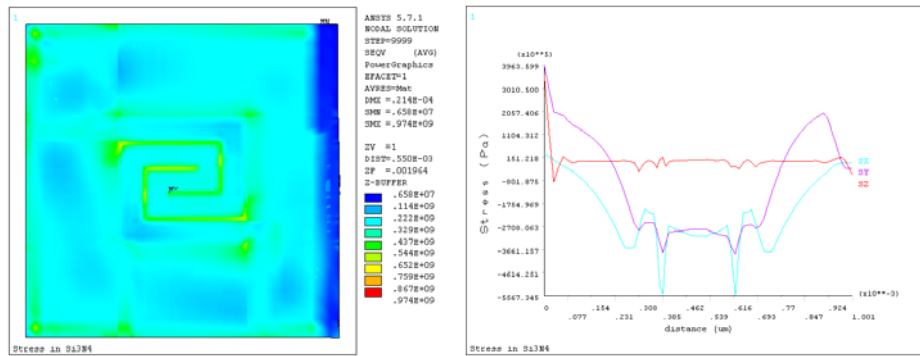


Figura 3.45: Esquerre: distribució d'estressos (equivalents, Pa) al llarg del nitrur. Dreta: Perfils dels estressos principals en el nitrur (longitudinals X i Y, i vertical Z en Pa) al llarg de la meitat de la membrana.

3.2.5.2 Polisilici

L'estat compressiu inicial en el polisilici augmenta a mesura que augmenta la temperatura aplicada al sensor. De la mateixa manera que el nitrur, l'expansió del material indueix un estrès compressiu que s'afegeix al residual. Així, els -100MPa que s'han considerat com residuals en el model s'incrementen fins a valors al voltant dels -280MPa .

3.2.5.3 Electrodes de Pt-Ti

Pel que fa als electrodes de Platí-Titani, al augmentar la temperatura, l'estat tensil inicial decreix i arriba a ser compressiu per a temperatures per sobre els 300°C. L'expansió del Pt-Ti, ja no envers el marc de silici, sinó respecte la capa de SiO₂ amb un coeficient d'expansió tèrmica molt menor, indueix aquests estressos compressius.

Aquest nivell d'estressos compressius prediu molt bé la formació de protuberàncies (*hillocks*) que han estat observades experimentalment. La [Figura 3.46](#) mostra les mesures realitzades mitjançant AFM de la zona n°1 abans i després del escalfament mitjançant el funcionament de la microresistència. Es pot veure clarament l'increment de les protuberàncies en nombre i en tamany després del procés tèrmic.

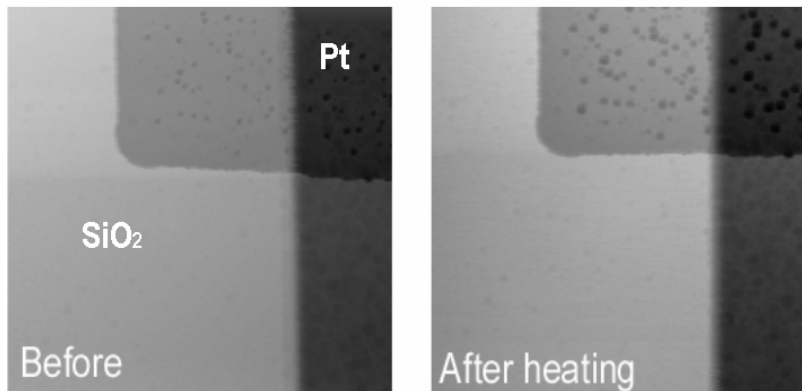


Figura 3.46: Mesures AFM de la superfície de la membrana abans i després d'un escalfament de l'àrea activa a uns 450°C durant 30 minuts.

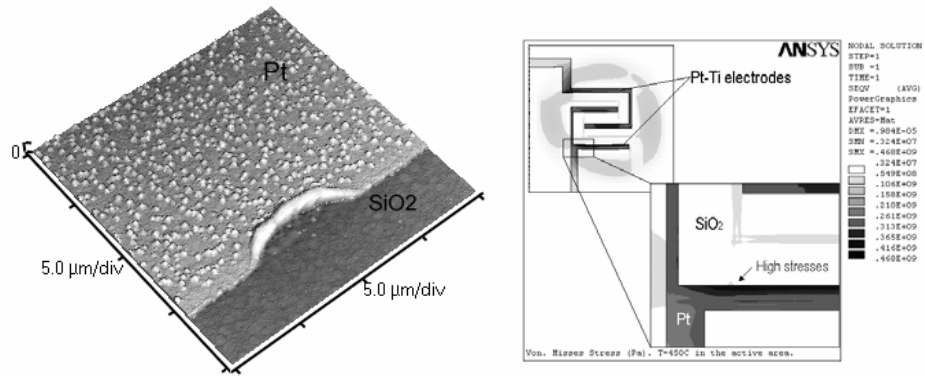


Figura 3.47: Esquerra: Imatge de la superfície de la membrana corresponent a la zona n^o2. Es pot veure la delaminació del Pt-Ti. Dreta: Distribució d'estressos en el Pt-Ti per a una temperatura mitja en l'àrea activa de 450°C.

A més, les simulacions indiquen que el nivell d'estressos augmenta ràpidament a mesura que ens apropem a les vores de les pistes de Pt. Aquest alt nivell d'estressos és el causant de les delaminacions del Pt observades en la zona n^o2 tal i com es mostra en la [Figura 3.47](#), i afavoreix fenòmens de degradació encara més importants, com l'observat en un dels escaires dels electrodes i que es mostra en la [Figura 3.48](#).

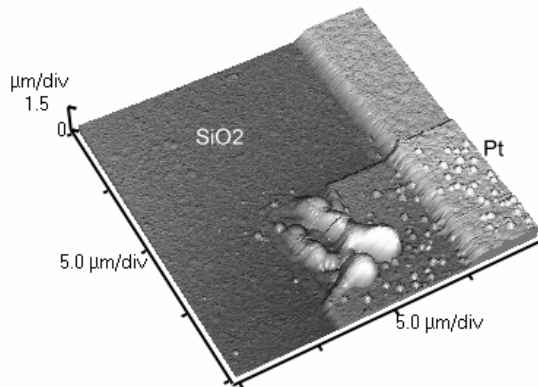


Figura 3.48: Degradació del Pt-Ti en un dels escaires de les pistes que conformen els electrodes.

3.2.5.4 Òxid de Silici

Al contrari que la resta de materials presents en la membrana, a mesura que s'augmenta la temperatura el nivell d'estressos que es generen en el SiO_2 són tensils. Això es degut a que, és el material amb un CTE menor, i aquest, està molt per sota de la resta de materials. De manera que l'expansió dels materials 'arrossega' l'òxid induint-li estressos tensils. Per als 700°C de mitja en l'àrea activa, degut a que els estressos residuals són molt petits (després de la relaxació d'aquests durant el vinclament tèrmic) es localitzen zones d'estrès tensil en l'àrea activa que arriben a tenir valors al voltant dels 150-300MPa amb pics molt localitzats en la zona on es situen els electrodes de platí de fins a 450MPa. Els resultats es mostren en la [Figura 3.49](#) a on s'inclou la distribució d'estressos equivalents en la capa d'òxid i el perfil d'estressos principals al llarg de la meitat de la membrana.

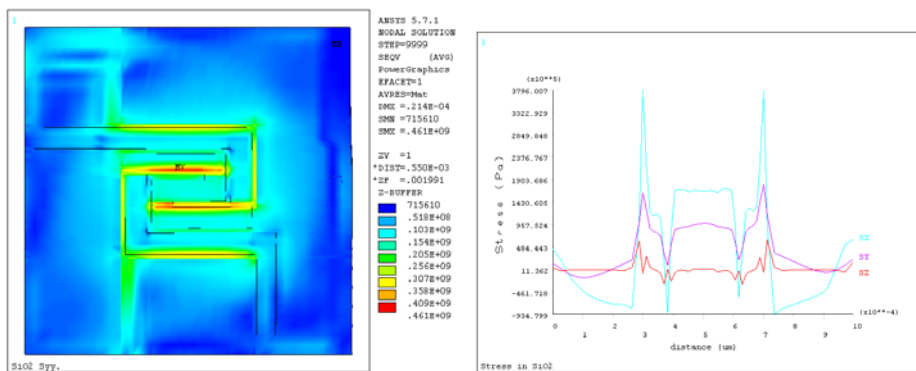


Figura 3.49: Esquerra: distribució d'estrès equivalent (Von Mises, Pa) en la capa d'òxid de silici per una temperatura mitja en l'àrea activa de 700°C . Dreta: Perfils dels estressos principals en l'òxid (longitudinals X i Y, vertical Z en Pa) al llarg de la meitat de membrana.

3.2.6 Trencament de la membrana

En vista d'aquests resultats l'òxid de silici es presenta com el material més sol·licitat de l'estructura. Els estressos calculats en les altres materials estan, en general, bastant per sota als límits de fractura que hom pot trobar a la literatura [Fan90,Su00]. A més, a part de ser el material amb el límit de fractura menor, presenta uns estressos tensils importants en l'àrea activa que poden fer progressar microfisures fins a la fractura. Una fractura sobtada en l'òxid pot causar la fallida total de la membrana. Aquest fenomen, ja ha estat observat anteriorment en microponts d'òxid i nitrur de silici a temperatura ambient [Su00]. En el treball de Y. J. Su [Su00] s'ha mesurat un estrès tensil màxim de 900MPa abans de la fractura de l'òxid de silici. Tot i que aquests 900MPa estan bastant per sobre els 450MPa obtinguts amb les simulacions, cal notar que el valor experimental ha estat obtingut a temperatura ambient per la qual cosa és raonable pensar que el límit de fractura de l'òxid (tensil) es veurà reduït a altes temperatures.

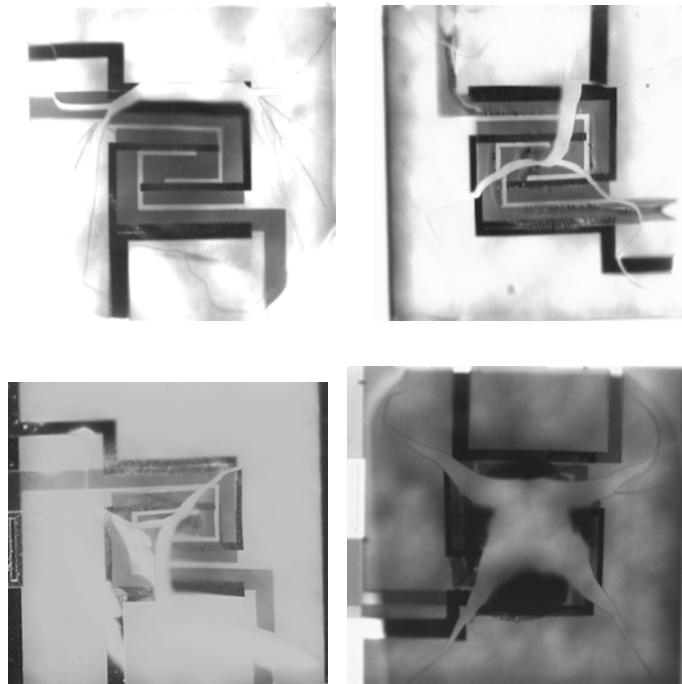


Figura 3.50: Imatges de les membranes (131V) fracturades.

El fet de que els materials que componen la membrana siguin fràgils i trencadissos (no dúctils) fa molt difícil establir per on es produirà la fractura de l'estructura. Una observació a les membranes corresponents al disseny 131V després del seu trencament, que es detalla en la [Figura 3.50](#), suggereix com la fractura, en el major dels casos, s'ha iniciat en el centre de la membrana per posteriorment propagar-se de manera sobtada i impredecible cap a la resta de l'estructura. Per altra banda, també s'han observat fractures en la zona concèntrica al voltant de la l'àrea activa. Ambdues zones corresponen, segons les simulacions realitzades, a les àrees a on el canvi d'estrès durant l'escalfament del sensor és més important. Per tant doncs, cal contemplar com a segona possibilitat de fractura de la membrana, la deguda al canvi en magnitud i velocitat dels estressos induïts tèrmicament [Low98].

3.2.7 Comportament termomecànic dels substrats coberts amb microgotes de SnO₂

Cal pensar que el comportament mecànic dels substrats micromecanitzats es mantindrà més o menys inalterat quan s'utilitzin capes sensores de gruixos reduïts d'entre 20 i 1000nm. Ara bé, de la mateixa manera que les microgotes amb gruixos per sobre les micres, introdueixen pèrdues tèrmiques addicionals i per tant influeixen en el comportament tèrmic, caldrà analitzar quina és la influència d'aquestes gotes en el comportament mecànic del sensor. Altre cop es fa difícil establir el comportament general de sensors de gas coberts amb microgotes degut a que el comportament total està influenciat en alt grau per les dimensions de la gota, gruix i forma.

A més, degut a la textura molt porosa i granulada de les microgotes de SnO₂ no és possible emprar tècniques interferomètriques per tal de mesurar la deflexió del substrat durant el funcionament del sensor. El mètode emprat, doncs, ha estat la microscopia confocal la qual ha permès obtenir el perfil de deflexió del conjunt membrana més gota a temperatura ambient i per a diferents temperatures en la membrana.

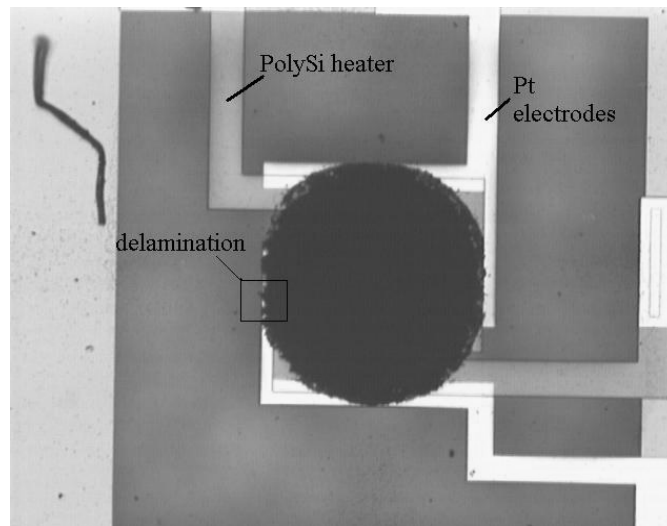


Figura 3.51: Imatge d'una de les microgotes dipositada al damunt de la membrana (131V).

3.2.7.1 Deformació a diferents temperatures

En la [Figura 3.51](#) es mostra un dels sensors analitzats, cobert amb una microgota de SnO₂ i la [Figura 3.52](#) presenta el seu perfil de deflexió obtingut a temperatura ambient. Com es pot veure, la membrana segueix corbada de forma convexa un cop dipositada la microgota. El perfil permet, a més, veure la gran irregularitat en gruix que presenten les microgotes. En les observacions realitzades en un conjunt de mostres prou alt (més de 10) sempre s'ha observat que, un cop dipositada la microgota es manté la curvatura residual de la membrana. Podem dir doncs, que la rigidesa de la membrana és prou alta com per permetre el procés de dipòsit de la capa sensora mitjançant la tècnica de microgoteig. A més el procés de deposició emprat no altera de manera important la deflexió residual.

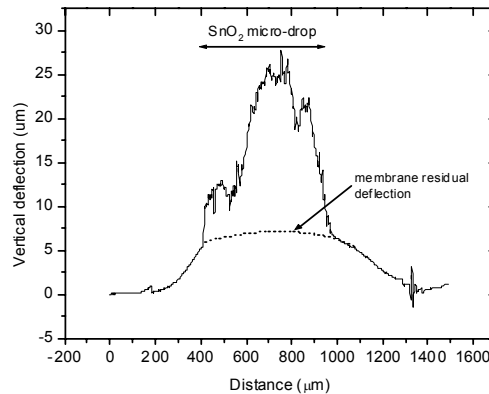


Figura 3.52: Esquerre: Perfil de deformació vertical de la membrana coberta amb una microgota de SnO₂.

A nivell mecànic s'han testejat diferents microgotes de SnO₂ dipositades al damunt dels substrats micromecanitzats mitjançant la tècnica de microgoteig [Cerd03]. Tal com s'ha comentat anteriorment, tot i la dispersió en la geometria i sobretot en el diàmetre i en el gruix de les microgotes analitzades, les mesures realitzades així com els resultats obtinguts permeten entendre el comportament mecànic del sensor.

La [Figura 3.53](#) mostra una vista del sensor complet amb una de les microgotes analitzades al mig de l'àrea activa. Un perfil topogràfic de la superfície del sensor permet obtenir el gruix i el diàmetre aproximat de la gota. A la [Figura 3.53](#) es pot veure el perfil de la membrana per la seva part mitja. Com en el cas de la primera microgota presentada en el

punt anterior, es pot distingir la deformació residual de la membrana i a sobre, sobreposada, el perfil de la microgota. Es tracta d'una gota d'un diàmetre aproximat d'un $250\mu\text{m}$. El gruix màxim està al voltant de les $30\mu\text{m}$ i mesures més detallades del seu perfil mostren que en les vores presenta un alt grau de verticalitat.

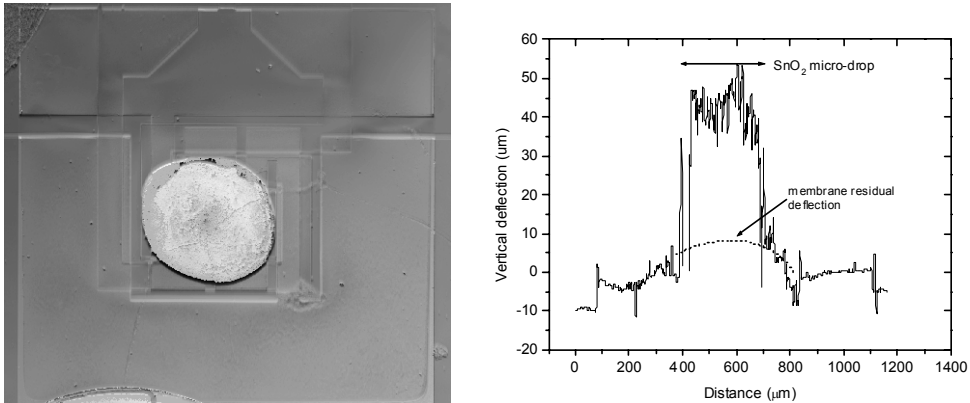


Figura 3.53: Vista del sensor amb una microgota de SnO₂. Perfil de deformació a temperatura ambient.

La calibració tèrmica d'aquest sensor ha estat realitzada mitjançant mesures elèctriques I-V. Els resultats obtinguts aporten una corba potència-temperatura mitja molt propera a les corbes obtingudes pels substrats sols d'acord amb els resultats tèrmics discutits anteriorment.

Per aquest sensor, el comportament mecànic es semblant, a nivell qualitatiu, al observat per als substrats micromecanitzats. Així, un cop dipositada la gota, a mesura que s'escalfa la membrana, la deformació augmenta en sentit convex. Al augmentar la temperatura, al voltant dels $600\text{-}650^\circ\text{C}$ de mitja en l'àrea activa, la membrana comença a invertir el sentit de la deflexió fins que aquesta passa a ser còncava. Com en el cas dels substrats sense capa sensora, és tracta d'un procés que esdevé de manera instantània. La [Figura 3.54](#) mostra aquest fenomen a través de la deflexió del sensor per a 500 i 650°C de mitja en l'àrea activa respectivament.

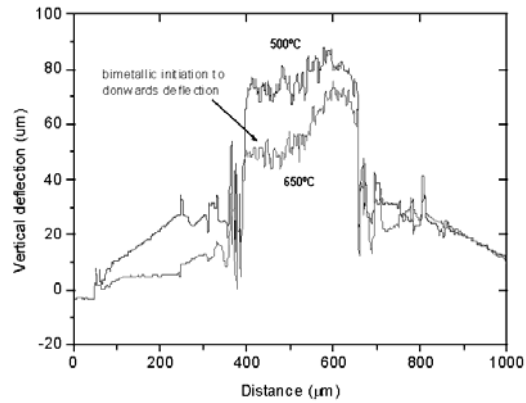


Figura 3.54: Perfil de deflexió del sensor per 500 i 650°C de mitja en l'àrea activa. Es pot veure com la part activa inicia el bombament còncav.

Un cop produït aquest procés de vinclament bimetal·lic, al augmentar el voltatge el sensor es deflexta sempre en sentit còncav. El grau de deflexió és semblant al obtingut en els substrats sense gota, excepte en la zona de l'àrea activa, a on la presència de la microgota fa que es mantingui la deflexió pràcticament plana, tal i com es mostra en la [Figura 3.55](#).

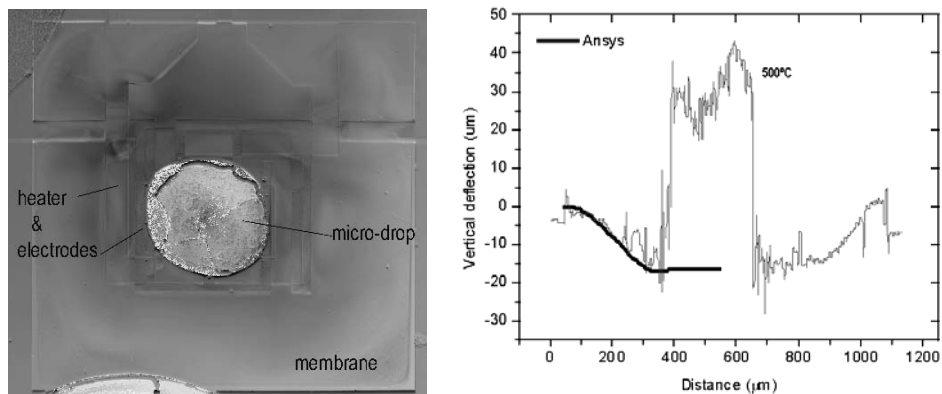


Figura 3.55: Esquerra: Imatge obtinguda amb microscopia confocal de la superfície del sensor a 500°C de mitja en l'àrea activa. Dreta: Perfil de la deflexió de la membrana.

Els models MEF axisimètrics reproduïxen aquest comportament amb un grau d'aproximació prou alt tot i la simplicitat del model respecte el cas real. Per fer-ho s'ha considerat el mòdul de Young del SnO₂ igual a 200GPa i el coeficient d'expansió tèrmica (CET) de $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Aquests valors són lleugerament menors als corresponents pel SnO₂ compacte; 253GPa i $5.8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, respectivament [Glad01], la qual cosa concorda bé amb l'estructura porosa de la microgota.

La Figura 3.56 mostra la deformació per a diferents voltatges corresponent a la mostra de la Figura 3.55. Cal destacar el perfil pla obtingut en l'àrea activa.

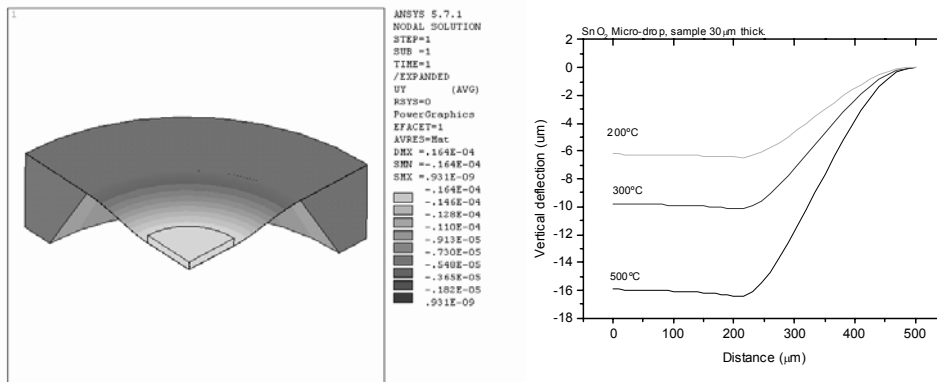


Figura 3.56: Deflexió vertical per a una microgota de 30µm de gruix per diferents temperatures. Esquerre: 500°C de mitja en l'àrea activa. Dreta: diferents temperatures.

Resultats, qualitativament similars s'han obtingut al analitzar microgotes molt més primes amb gruixos més o menys uniformes al voltant de les 10µm.

La Figura 3.57 presenta el perfil d'un sensor amb una microgota amb gruix al voltant de les 10µm. Al augmentar la temperatura la membrana deflecta cap avall, mentre que l'àrea activa ho fa amunt. Això es degut a que l'expansió tèrmica de la microgota domina sobre la resta de materials i produeix un moment flector convex que inverteix el sentit de la deflexió. Aquest resultat es mostra en la Figura 3.58

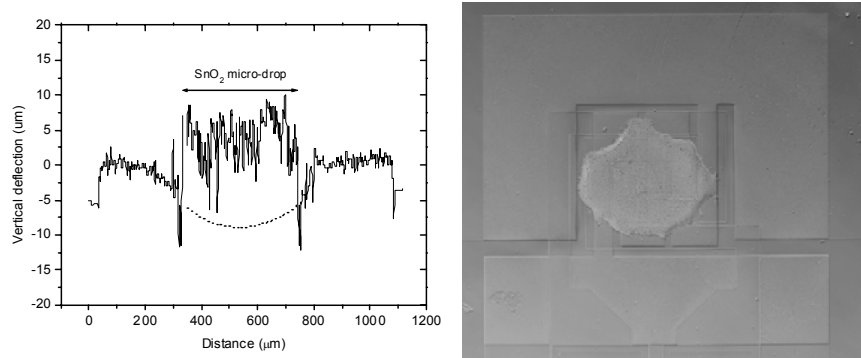


Figura 3.57: Perfil i mapa topogràfic d'una microgota d'unes 10µm de gruix. El perfil correspon a temperatura ambient després del vinclament bimetal·lic.

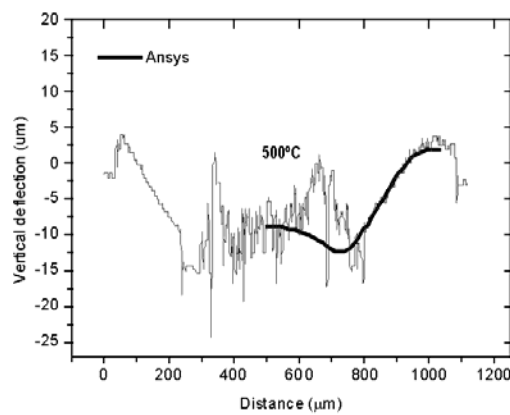


Figura 3.58: Perfil de deflexió d'una microgota d'unes 10µm de gruix per a 10 volts.

Les simulacions realitzades considerant microgotetes amb gruixos per sota les 10µm indiquen que en el centre de la membrana, el moment flector produït per l'expansió tèrmica de la microgota canvia el sentit de la deformació de la membrana, tal i com es mostra en la [Figura 3.59](#). Si es comparen aquests resultats amb les mostres mesurades es pot veure com en les mesures, aquest canvi de deflexió no es tant important com els models numèrics prediuen. Bàsicament, això és degut a que el model numèric considera la microgota com un material continu uniforme, la qual cosa, com ja s'ha comentat només es aproximada.

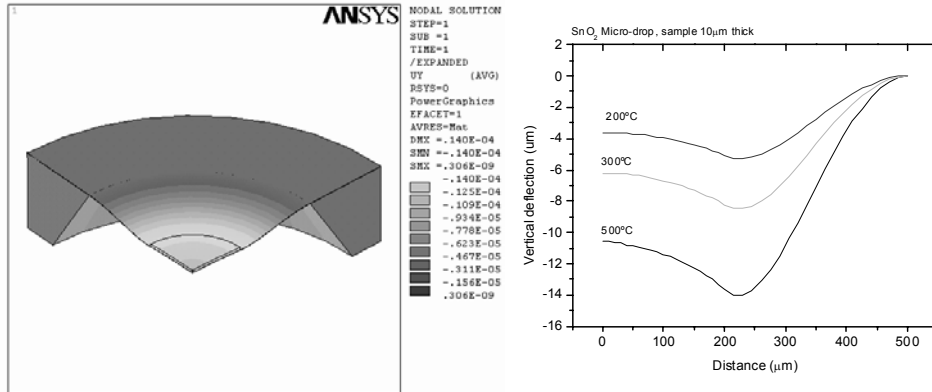


Figura 3.59: Deflexió vertical per a una microgota de 10µm de gruix per diferents temperatures. Esquerra: 500°C de mitja en l'àrea activa. Dreta: diferents temperatures.

3.2.7.2 Distribució d'estressos i mecanismes de degradació

El que ara interessa veure, des del punt de vista mecànic, és la influència de la microgota de SnO₂ en la distribució d'estressos en les capes que formen la membrana, i per altra banda quin nivell d'estressos s'indueixen en la pròpia gota a moderades i altes temperatures.

3.2.7.2.1 Microgotes

Donat que el CET del òxid d'estany està per sobre del de la resta de materials que componen la membrana (excepte el platí, però la presència d'aquest és petita), la seva expansió tèrmica a moderades i altes temperatures induirà l'expansió de la gota respecte la resta de materials. La microgota produirà un moment flector convexa en la membrana, que com hem vist, s'oposa al propi del substrat i induirà estressos tensils a la resta de capes. Per gotes primes, la rigidesa a flexió es menor, i per tant, s'espera una major deformació de la membrana que no pas en el cas de gotes més gruixudes, tal i com s'ha observat experimentalment.

Per a altes temperatures, les simulacions termomecàniques prediuen un estat compressiu general en la microgota, major en les fibres pròximes a la membrana i menors a mesura que ens allunyem fins a arribar a la superfície on es tenen estressos tensils. Per a temperatures en l'àrea activa al voltant dels 650°C l'estrès compressiu mitjà està al voltant dels 150MPa per a microgotes entre les 10 i els 30µm de gruix.

A l'extrem de les microgotes, en la interfície amb la membrana apareixen regions on l'estrès tant vertical com longitudinal és important i tendeix a separar la gota de la membrana. La [Figura 3.60](#) recull la distribució d'estressos equivalents (Von Misses) en el sensor per a una temperatura mitja en l'àrea activa de 650°C. Cal remarcar que la distribució i el nivell d'estressos al voltant de la microgota depèn fortament de la geometria i del nivell de porositat del material.

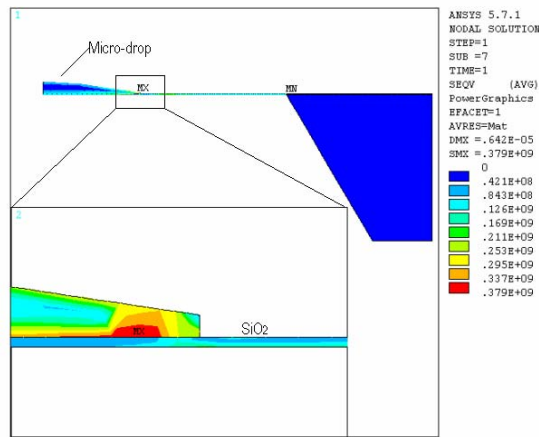


Figura 3.60: Distribució d'estressos (Pa) equivalents al sensor per una temperatura mitja en l'àrea activa de 650°C.

L'estrès induït origina la delaminació de la vora de la microgota respecte la membrana tal i com s'ha observat en els mostres que es detallen en la [Figura 3.61](#).

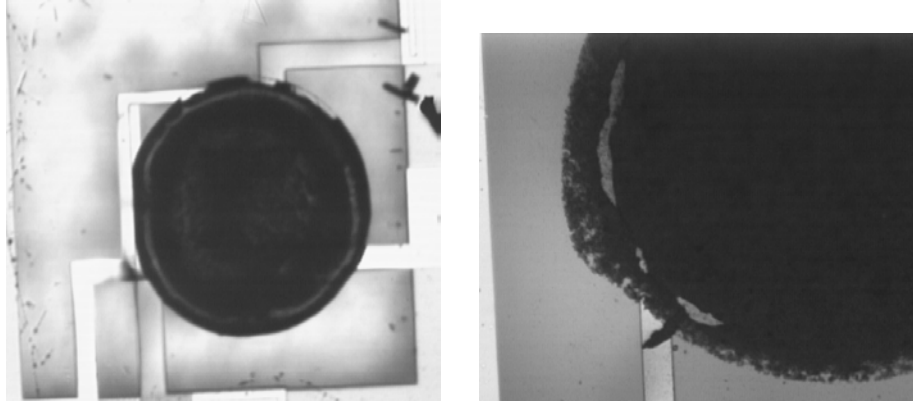


Figura 3.61: Delaminació de la vora de la microgota després de recuits tèrmics.

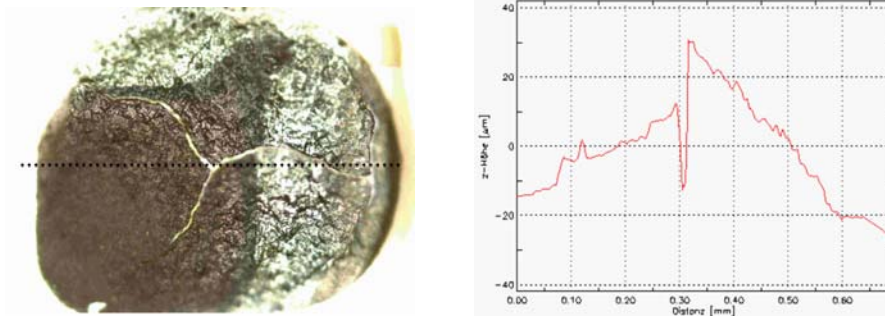


Figura 3.62: Fractura de la microgota dipositada al damunt de la membrana després de successius tractaments tèrmics.

Tot i que la microgota es troba en general en un estat compressiu, a la superfície, i degut a la deflexió de la membrana, s'indueixen estressos tensils, que combinats amb les propietats poroses de la microgota i la seva poca uniformitat, poden arribar a produir esquerdes i fins i tot la fractura de la gota, tal i com es mostra en la [Figura 3.62](#).

3.2.7.2.2 Membrana

La presència de la microgota indueix estressos tensils a la resta de materials de la membrana degut a que té un coeficient d'expansió tèrmica major que la resta de materials. Així, mentre que les capes dins l'àrea activa es troben sota un estat de tensions biaxial bastant uniforme, a la vora de la gota es produeix un moment flector que causa la flexió de la membrana i provoca l'aparició d'un pic d'estrès que és el responsable directe de la fractura total de la membrana.

Aquests resultats es mostren en la [Figura 3.63](#).

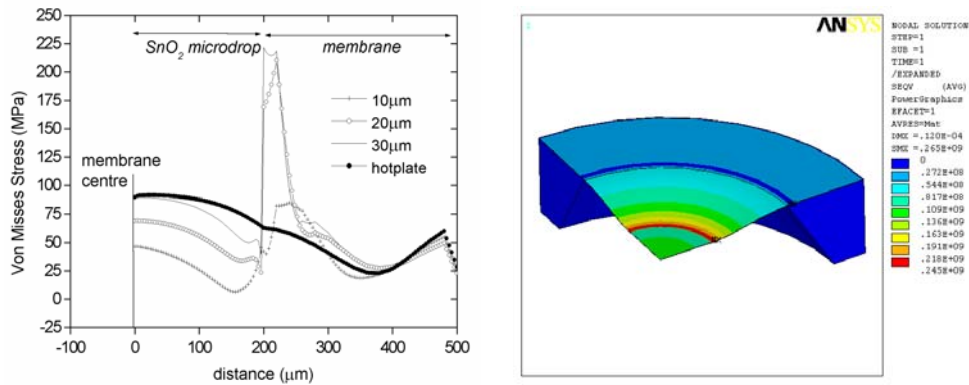


Figura 3.63: Estressos a 600°C en l'àrea activa. Esquerra: Perfil d'estrès a l'òxid de silici, al llarg de la meitat de la membrana (eix X) fins la vora de silici. Dreta: Distribució d'estressos equivalents (Pa) corresponents a la microgota de 30 μm de gruix.

La temperatura màxima de treball per a sensors de gas coberts amb microgotes depèn molt de la geometria i gruix d'aquestes. Ara bé, en general, per les microgotes analitzades, amb gruixos entre els 10 i els 30 μm, i amb diàmetres menors que el diàmetre de l'àrea activa, el trencament de la membrana es produeix a temperatures màximes de 700°C i sempre en la zona al voltant de la microgota ([Figura 3.64](#)).

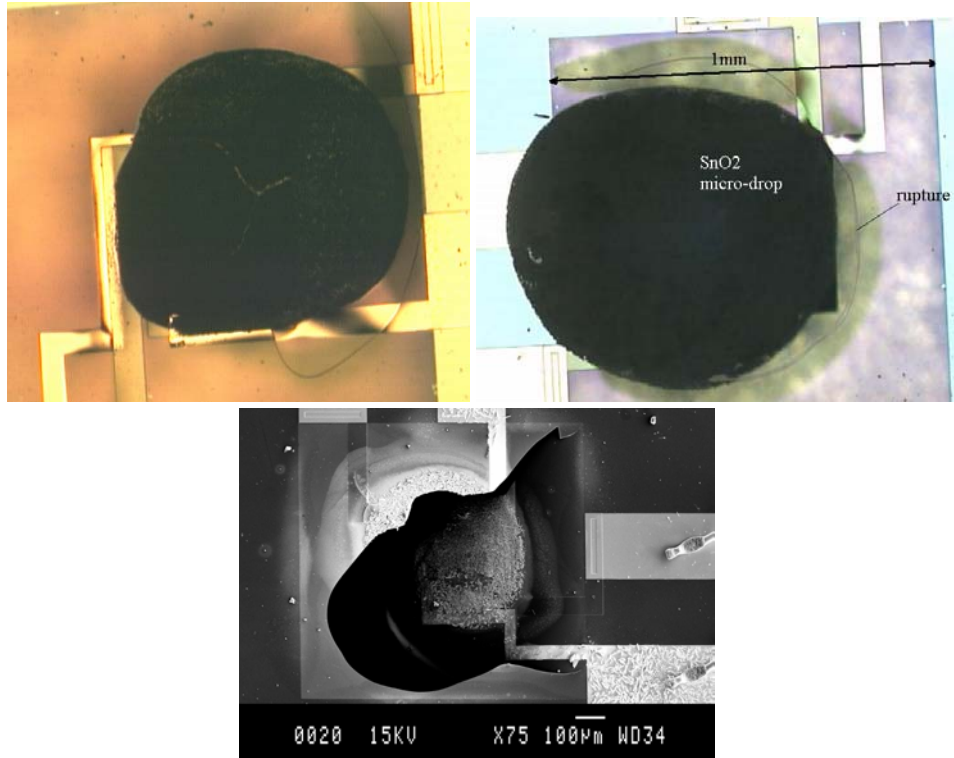


Figura 3.64: Sensors de gas coberts amb microgotetes de SnO₂ un cop trencats donat les altes temperatures assolides en la membrana.

De l'anàlisi termomecànica de substrats micromecanitzats coberts amb microgotetes de SnO₂ podem concloure que el rang de treball d'aquest tipus de sensor es pot fixar entre els 20 i els 450°C. Dins d'aquest rang, les deformacions i les tensions induïdes tèrmicament en la microgota i en la membrana són admissibles. Per sobre els 450°C, s'ha observat la formació d'esquerdes en la gota i la pèrdua d'adherència entre parts d'aquesta i la membrana. La ruptura de la membrana, per microgotetes ben confinades en l'àrea activa, es produeix al voltant dels 700°C de mitja en l'àrea activa. Per microgotetes no centrades o amb diàmetres majors que l'àrea activa, la temperatura de fractura depèn fortament de la geometria de la gota i en general disminueix considerablement.

3.3 Referències

- [Ansys] ANSYS Engineering System, Swanson Analysis System Inc. www.ansys.com
- [Asti00] S. Astié, A.M. Gué, E. Scheid, J.P. Guillemet. "Design of a low power SnO₂ gas sensors integrated on silicon oxynitride membrane". *Sens. Actuators A* 67 (2000) 84-88.
- [Asti98] S. Astié, A.M. Gué, E. Scheid, L. Lescouzères, A. Cassagnes. "Optimization of an integrated SnO₂ gas sensor using a MEF simulator". *Sens. Actuators A* 69 (1998) 205-211.
- [Balt98] H. Baltès, O. Paul, O. Brand, "Micromachined thermally based CMOS microsensors" *Proceedings of the IEEE* 86 (8) (1998) 1660-1677.
- [Beni96] M. A. Benítez, L. Fonseca, J. Esteve, M.S. Benraklad, J. R. Morante, J. Samitier, J. A. Schweitz, "Stress-profile characterisation and test-structure analysis of single and double ion-implanted LPCVD polycrystalline silicon" *Sens. Actuators A* 54 (1996) 718-723.
- [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
- [Bria01] D. Briand, "Thermally isolated microelectronic devices for gas sensing applications" Tesis Doctoral, Institute of Microtechnology, University of Neuchâtel, (2001).
- [Carm00] M. Carmona. "Modelización y test de microsistemas: aplicación a componentes de microfluídica". Tesis Doctoral. Universitat de Barcelona, 2000.
- [Cavi96] R. Cavicchi, J. Suehle, P. Chaparala, G. Poirier, K. Kreider, M. Gaitan, "Optimized temperature-pulse sequences for the enhancement of chemically specific response patterns from micro-hotplate gas sensors" *Sens. Actuators B* 33 (196) 142-146
- [Cerd03] J. Cerdà "Integrated gas sensors for combustion control in domestic boilers" Tesis Doctoral. Universitat de Barcelona (2003).
- [Cire00] A. Cirera, "New technologies and their characterisation for nanostructured SnO₂ gas sensor devices" Tesis Doctoral (2000), Universitat de Barcelona.
- [Cole95] E. I. Cole, J. S. Suehle, K. A. Peterson, P. Chaparala, N. Campbell, E. S. Snyder, D. G. Pierce. "OBIC analysis of stressed, thermally-isolated polysilicon resistors"
- [Dibb90] U. Dibbern. "A substrate for thin-film gas sensor in microelectronic technology". *Sens. Actuators B* (1990) 63-70.
- [Dill94] U. Dillner. "Thermal modeling of multilayer membranes for sensor applications". *Sens. Actuators A* 41-42 (1994) 260-267.
- [Elbr97] L. Elbrecht, R. Catanescu, J. Zacheja, J. Binder, "Highly phosphorous-doped polysilicon films with low tensile stress for surface micromachining using POCl₃ diffusion doping" *Sens. Actuators A* 61 (1997) 374-378
- [Fan90] L. S. Fan, R. T. Howe, R.S Muller, "Fracture toughness characterisation of brittle thin films" *Sens. Actuators A* 21-A23 (1990) 872-874.
- [Geor95] I. George, P. Cemeli, B. Bonvalot, M. Wagener, A. Girard, A. Zarudiansky, J. Suski, "Thin membranes with optimized thermomechanical properties for microsystem applications" *Sens. Actuators A* 46-47 (1995) 38-42.
- [Glad01] G. M. Gladysz, K. K. Chawla, "Coefficients of thermal expansion of some laminated ceramic composites" *Composites A* 32 (2001) 173-178
- [Götz97b] A. Götz. "Integrated microsensors for microsystems with application in biomedicine and environmental control". Tesis Doctoral. Universitat Autònoma de Barcelona, 1997.
- [Heil97] A. Heilig, N. Bârsan, U. Weimar, M. Schewizer-Berberich, J. Gardner, W. Göpel, "Gas identification by modulating temperatures of SnO₂-based thick film sensors" *Sens. Actuators B* 43 (1997) 45-51
- [Kim01] Y. Kim, S-H. Choo, "Measurements of residual stress in the thin film micro-gas sensors containing metallic layers" *Thin Solid Films* 394 (2001) 284-291.

- [Klep00] D. Klepackil, Z. Gotral, "Influence of Heater Geometry and Basic Material on Temperature Field" IMAPS 2000, Polonia.
- [Lang90] W. Lang. "Heat transport from a chip". IEEE Trans. Electron Devices 37-4 (1990) 958-963.
- [Llob01] E. Llobet, R. Ionescu, S. Al-Khalifa, J. Brezmes, X. Vilanova, X. Correig, N. Bàrsan, J. W. Gardner, "Multicomponent gas mixture analysis using a single tin oxide sensor and dynamic pattern recognition" IEEE Sens. J. 1 (2001) 207-213
- [Low98] H. M. Low, M. S. Tse, M. M. Chiu, "Thermal induced stress on the membrane in integrated gas sensor with microheater" IEEE Hong Kong Electron Devices Meeting (1998) 140-143.
- [Maie96] D. Maier-Schneider, A. Köprülülü, S. Ballhausen, E. Obermeier, "Elastic properties and microstructure of LPCVD polysilicon films" J. Micromech. Microeng. 6 1996 436-446.
- [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.
- [Para91] M. Parameswaran, A. M. Robinson, D. L. Blackburn, M. Gaitan, J. Geist. "Micromachined thermal radiation emitter from a comercial CMOS process". IEEE Electron Device Letters 12 (1991) 57-59.
- [Pike97] A. Pike, J. W. Gardner, "Thermal modelling and characterisation of micropower chemoresistive silicon sensors" Sens. Actuators B 45 (1997) 19-26.
- [Pope94] D. S. Popescu, T. S. J. Lammerink, M. Elwenspoek, "Buckled membranes for microstructures" Proc. IEEE Micro Electro Mech. Syst. (MEMS), Jan. 25-28, Osio, Japan, (1994).
- [Puig01] J. Puigcorbè, A. Vilà, I. Gràcia, C. Cané, J. R. Morante, "Dielectric microheater for integrated sensors: an electro-thermo-mechanical analysis" 11th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators. TRANSDUCERS 2001. Munich. Alemanya.
- [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.
- [Ross98] C. Rossi, P. Temple-Boyer, D. Estève, "Realization and performance of thin SiO₂/SiN_x membrane for microheater applications" Sens. Actuators A 64 (1998) 241-245.
- [Said96] M. Said BenRakkad, "Caracterización por espectroscopia Raman de polisilicio para aplicaciones en micromecanica" Tesis Doctoral, Universitat de Barcelona (1996).
- [SCT] Serveis Científicotècnics de la Universitat de Barcelona, www.sct.upb.es
- [Simo01] I. Simon, N. Bàrsan, M. Bauer, U. Weimar. "Micromachined metal oxide gas sensors: opportunities to improve sensor performance". Sens. Actuators B 73 (2001) 1-26.
- [Su00] Y. J. Su, C. F. Qian, M. H. Zhao, T. Y. Zhang, "Microbridge testing of silicon oxide/silicon nitride bilayer films deposited on silicon wafers" Acta. Mater. 48 (2000) 4901-4915.
- [Thur02] J. Thurn, R. F. Cook, "Stress hysteresis during thermal cycling of plasma-enhanced chemical vapor deposited silicon oxide films" J. Appl. Phys. 91 4 (2002] 1988-1992.
- [Timo61] Timoshenko, J. M. Gere, "Theory of Elastic Elasticity". New York, McGraw-Hill, (1961).
- [Zhan02] R. Zhang, Y. Gu, D. Zhu, J. Hao, Z. Tang. "Thermal measurement and anlysis of microhotplate array using thermography". Sens. Actuators A 3353 (2002) 1-9.