Universitat de Barcelona Facultat de Física Departament de Física Aplicada i Electrònica

OPTIMIZACIÓN DE SENSORES DE PRESIÓN PIEZORRESISTIVOS DE SILICIO PARA INSTRUMENTACIÓN BIOMÉDICA Y APLICACIONES A ALTA TEMPERATURA

Santiago MARCO COLÁS

Memoria presentada para optar al grado de doctor en Ciencias Físicas

Barcelona, julio de 1993

En Dr. Josep SAMITIER i MARTI, Professor Titular de la Facultat de Física de la Universitat de Barcelona:

CERTIFICA que la memòria "OPTIMIZACIÓN DE SENSORES DE PRESIÓN PIEZORRESISTIVOS DE SILCIO PARA INSTRUMENTACIÓN BIOMÉDICA Y APLICACIONES A ALTA TEMPERATURA" que presenta en Santiago Marco Colás per a optar al grau de Doctor en Ciències Físiques, ha estat realitzada sota la seva direcció.

Barcelona, 14 de Judy de 1993

Dr. Josep SAMITIER i MARTI

.

A mis padres,

a mi hermana Maria Pilar

.

.

Agradecimientos

La realización del presente trabajo no hubiera sido posible de no ser gracias a la colaboración, la ayuda y el apoyo prestado por un gran número de personas a las cuales quiero dedicar un pequeño espacio de esta memoria para hacerles llegar mi más sincero agradecimiento.

En primer lugar, quiero agradecer a mi director de tesis, el Dr. Josep Samitier i Martí, la continua labor de seguimiento, colaboración y apoyo que ha desarrollado durante la realización de este trabajo. Quiero agradecer especialmente su paciencia y disponibilidad para comentar y discutir resultados e ideas, así como su actitud de crítica constructiva en la fase final de redacción. También quiero agradecer al Dr. Joan Ramón Morante i Lleonart, el haberme acogido en el Laboratorio de Caracterización de Materiales para la Microelectrónica (LCMM) que él dirige.

También quiero expresar mi gratitud al Dr. Francesc Serra i Mestres, director del Centro Nacional de Microelectrónica (CNM), y al Dr. Emilio Lora-Tamayo, director de investigación del mismo centro, que han puesto a mi disposición la importante infraestructura que supone la sala blanca, sin la cual habría sido del todo imposible la realización tecnológica de los dispositivos sensores que se presentan en esta memoria. Quiero mencionar también al Dr. Jaume Esteve i Tintó, por su orientación y ayuda en las cuestiones referentes al desarrollo tecnológico necesario para la realización de sensores mecánicos de silicio, así como su apoyo y ánimo durante mis estancias en el CNM.

También quiero mencionar al Dr. M.H. Bao, de la Fudan University de Shanghai, el cual nos transmitió una parte de su gran experiencia en el campo de sensores de silicio y que a través de fructíferas discusiones enriqueció de manera importante la calidad del trabajo que se presenta.

No menos importante en el día a día ha sido la constante ayuda y disponibilidad de mi compañero y amigo Oscar Ruiz sin el cual este trabajo habría sido sin duda más duro. De la misma forma, quiero expresar mi agradecimiento a Andreas Götz con el cual ha sido un placer trabajar en la realización de una parte de esta tesis.

Quiero también mencionar la colaboración de Antoni Fauquet en todas las cuestiones referentes al encapsulado del dispositivo (el cual le ha proporcionado sin duda innumerables dolores de cabeza) y dar las gracias al personal de sala blanca por el esmero y atención prestada en la realización de los distintos pasos tecnológicos de los procesos de sensores.

Debo también expresar mi agradecimiento al personal de los Servicios Científico-Técnicos de la UB, especialmente a Xavier Alcobé, responsable de la difracción de rayos X. Quiero también decir que agradezco sinceramente a todos los compañeros, tanto del LCMM como del CNM, la amistad y el apoyo que me han ofrecido en todo momento, particularmente aquellos involucrados en el grupo de sensores.

Muy importante ha sido también, y con esto acabo, el apoyo incondicional de mi familia y amigos, especialmente de mi hermana M^aPilar cuyos pasos me han servido de guía.

.

.

,

Introducción: sensores basados en silicio	1
1. Sensores y actuadores	3
2. Sensores mecánicos en tecnología de silicio	4
3. Sensores de presión	7
4. Perspectivas de mercado	11
5. Contexto y objetivos del trabajo	12
6. Referencias	14
Capítulo I: Micromecanizado húmedo de silicio:	
fabricación de sensores de presión	17
I.1. Introducción	19
I.1.1 Consideraciones generales acerca del grabado húmedo	20
I.1.2 Geometría del grabado anisótropo	22
I.1.2.1 El sobreataque a las esquinas convexas	25
I.1.2.2 Técnicas de compensación del sobreataque a esquinas co	nvexas 26
I.1.3 Influencia de las condiciones de ataque:	
composición y temperatura de la disolución	33
I.1.4 Capas de pasivación	34
I.1.5 Rugosidad	35
I.1.6 Mecanismos de reacción	36
I.2. Estudio del grabado anisótropo por la disolución de KOH, 2-propanol y	H_2O 40
1.2.1 Detalles experimentales	40
1.2.2 Diseño experimental	42
1.3. Resultados experimentales	45
1.3.1 Velocidad de ataque a los planos {100}	45
1.3.2 Sobreataque a las esquinas convexas o undercutting	40
1.3.3 Velocidad de ataque a las capas utilizadas como mascara	48
1.3.4 Kugosidad	50
1.3.5 Elección de las condiciones de trabajo	51
1.3.6 Obtención de diatragmas de silició	- 33
I.5.7 Medida de grosores de memoranas mediante absorción infrarroja I.4. Fabricación de sensores de presión	54
basados en membranas cuadradas de grosor uniforme	59
I.4.1 Diseño de los sensores de presión y simulación	60
I.4.2 Diseño tecnológico de las piezorresistencias	62
I.4.3 Proceso tecnológico	63
I.4.4 Encapsulado de los sensores	64
I.5. Caracterización de los sensores fabricados	65
I.5.1 Control del proceso tecnológico	66
I.5.1.1 Resistencia cuadro	66
I.5.1.2 Grosor de las membranas	67
I.5.2 Respuesta del sensor	68
I.5.2.1 Sistema de medida	68
I.5.2.2 Offset	69
I.5.2.3 Sensibilidad	70
I.5.2.4 Dependencia en temperatura de las características del sen	sor 71
1.6. Sumario	75
1.7. Referencias	77

. ...

Capítulo II: Paro electroquímico en una disolución acuosa de KOH	81
II.1. Introducción	83
II.2. Detalles experimentales	85
II.2.1 Diseño del portamuestras	85
II.2.2 Potenciostato	86
II.2.3 Muestras	87
II.3. Caracterización del fenómeno de pasivación	91
II.3.1 Configuración con dos electrodos	93
II.3.2 Configuración con tres electrodos	93
II.3.3 El mecanismo de pasivación	96
II.4. Fabricación de membranas: paro electroquímico en una unión pn	98
II.4.1 Fabricación de membranas con dos electrodos	98
II.4.1.1 Obleas epitaxiadas	98
II.4.2 Fabricación de membranas con tres electrodos	100
II.4.2.1 Obleas epitaxiadas	100
II.4.2.2 Obleas con difusión	101
II.4.3 Fabricación de membranas con cuatro electrodos	105
II.4.3.1 Obleas con difusión uniforme	106
II.4.3.2 Obleas con difusiones a dos niveles:	
membranas estructuradas verticalmente	107
II.4.4 Fabricación de membranas estructuradas verticalmente	
con tres electrodos y luz	110
II.4.5 Fabricación de membranas estructuradas verticalmente	
con cuatro electrodos y luz	111
II.4.6 Interpretación del efecto de pasivación en una unión p-n	114
II.5. Fabricación de puentes mediante paro electroquímico	116
II.6. Sumario	118
II.7. Referencias	119
Canítula III: Estudia dal silicia nalicristalina:	
aplicaciones en sensores y micromecánica	123
III.1. Introducción	125
III.1.1 Aplicaciones del polisilicio en micromecánica	126
III.1.2 Aplicaciones del polisilicio en sensores	128
III.1.3 Descripción básica de los objetivos y del trabajo realizado	129
III.2. Muestras	130
III.3. Caracterización estructural de las capas de polisilicio	130
III.3.1 Técnicas de caracterización estructural	131
III.3.1.1 TEM: Microscopía electrónica de transmisión	131
III.3.1.2 Difracción de rayos X	131
III.3.1.2.1 Orientaciones preferenciales	132
III.3.1.2.2 Determinación del tamaño de grano	134
III.3.1.3 Espectroscopía Raman	137
III.3.2 Detalles experimentales	137
III.3.2.1 Difracción de rayos X	137
III.3.2.2 TEM	138
III.3.2.3 Espectroscopía Raman	138
III.3.3 Resultados experimentales	138
III.3.3.1 Orientaciones preferenciales	138

..

.

	III.3.3.2 Disposición y tamaño de los granos III.3.3.3 Análisis estructural mediante espectroscopía Raman	147 153
III.4. Cond	uctividad eléctrica en el silicio policristalino LPCVD dopado con boro	155
III.4.1	Teoría de la conducción eléctrica en silicio policristalino	156
III.4.2	Medida mediante el método de cuatro puntas	158
III.4.3	Resultados experimentales	159
III.5. Esfue	rzos residuales	163
III.5.1	Técnicas para la medida de esfuerzos en capas delgadas	163
	III.5.1.1 Medidas basadas en la curvatura inducida en el substrato	163
	III.5.1.2 Determinación de la deformación unitaria mediante rayos X	164
III.5.2	Resultados experimentales y discusión	165
III.6. Suma	rio	168
III.7. Refer	encias	170
Capítulo IV:	Simulación mecánica de microestructuras:	
	aplicación al diseño de sensores de presión	179
IV.1. Introd	lucción	181
IV.2. Análi	sis anisótropo de una membrana cuadrada uniforme	182
IV.3. El me	stodo de los elementos finitos	185
IV.4. El pro	oblema de la no-linealidad	187
IV.4.1	Definición y origen	187
IV.4.2	Simulación mecánica de membranas no uniformes	189
IV.4.3	Método gráfico para la evaluación de la bondad	
	de una estructura mecánica en el diseño de sensores de presión	193
IV.4.4	Resultados de simulación	194
IV.5. Diseñ	os seleccionados	200
IV.6. Suma	rio	204
IV.7. Refer	encias	205
Capítulo V:	Fabricación y caracterización de sensores de presión	
	de alta sensibilidad y baja no-linealidad	207
V.1. Aplica	ciones biomédicas: medida invasiva de la presión cardiovascular	209
V.1.1 I	ntroducción	209
V.1.2 H	El problema del encapsulado	211
V.1.3 I	Diseño tecnológico de los transductores	212
	V.1.3.1 Tecnología para la obtención de difusiones profundas:	
	diseño de un proceso de dopado mediante fuente líquida de POCl ₃	213
	V.1.3.2 Diseño tecnológico para la obtención de un pozo n	216
V.1.4 C	Optimización del diseño para el paro electroquímico	218
V.1.5 F	abricación de sensores de presión	219
V.1.6 S	oldadura anódica	222
V.1.7 E	Diseño del encapsulado para el montaje en catéter	225
V.1.8 C	Caracterización de los sensores fabricados	227
	V.1.8.1 Test tecnológico	227
	V.1.8.2 Estructura mecánica	229
	V.1.8.3 Caracterización de los dispositivos	235
	V.1.8.3.1 Sensibilidad	236
	V.1.8.3.2 No-linealidad	238
V.1.9 S	umario	242
V.2. Sensore	s de presión basados en silicio policristalino	243
V.2.1 Ir	itroducción	243
		_ · •

,

V.2.2 Diseño tecnológico y geométrico	243
V.2.3 Caracterización de los sensores fabricados	244
V.2.3.1 Efectos de la temperatura	244
V.2.3.2 Sensibilidad	246
V.2.4 Sumario	247
V.3. Referencias	248
Apéndice I: Propiedades mecánicas del silicio	251
AI.1. Introducción	253
AI.2. Ley de Hooke generalizada	254
AI.3. Transformación de coordenadas	259
AI.4. Referencias	266
Apéndice II: El efecto piezorresistivo en el silicio	267
AII.1. Introducción	269
AII.2. Fundamento físico	270
AII.3. Los coeficientes piezorresistivos	273
AII.4. Transformación de coordenadas	274
AII.5. Dependencia del efecto piezorresistivo	
con la temperatura y con la concentración de portadores	277
AII.6 No-linealidad del efecto piezorresistivo	277
AII.7. Referencias	280
Apéndice III: El método ANOVA	281
Apéndice IV: Cálculo isótropo del comportamiento mecánico de un diafragma	287
Apéndice V: Compensación en temperatura de la respuesta del sensor	297
Conclusiones	305

.

.

- --

Sensores basados en silicio 1

Introducción:

Sensores basados en silicio

1

1

2 Introducción

.

••

1. Sensores y actuadores

El desarrollo de la microelectrónica desde principios de los años 50, ha dado lugar a un espectacular crecimiento en las posibilidades de tratamiento de señal y procesado de información. La aparición de microprocesadores cada vez más potentes y baratos ha permitido incorporar una gran capacidad de cálculo en multitud de aplicaciones industriales y de consumo doméstico. Sin embargo, la inmensa mayoría de éstas no sería posible sin la existencia de transductores. Los sistemas electrónicos necesitan dispositivos que permitan captar información del exterior, y tras procesarla, actuar, mediante otro transductor en el entorno. Se puede considerar que un microprocesador sin transductores es como un cerebro aislado, completamente incapaz de interactuar con el exterior, y por lo tanto, inútil. Los transductores son indispensables en multitud de campos como la automatización de procesos, robótica, control medio-ambiental, vehículos terrestres o espaciales, biomedicina, etc.

Estrictamente, como transductor se considera a cualquier dispositivo que convierte una señal primaria basada en cierta forma de energía (mecánica, térmica, eléctrica, magnética, radiante

4 Introducción

o química) en una señal secundaria basada en otra forma de energía. En la práctica, los transductores más útiles (precisamente debido al 'boom' de la electrónica) son aquellos en los cuales, o bien la señal primaria, o bien la secundaria, son de carácter eléctrico. Es común hablar de transductores de entrada o de salida en base al esquema mostrado en la figura 1:



ESQUEMA GENERAL DE UN SISTEMA DE CONTROL

Fig. 1

Sin embargo, la tendencia actual en la literatura es sustituir el término transductor de entrada por sensor, y transductor de salida por actuador.

2. Sensores mecánicos en tecnología de silicio

Dentro del amplísimo campo de los sensores, están emergiendo con gran fuerza los dispositivos basados en tecnología de silicio. El uso de la tecnología microelectrónica para la producción de sensores permite obtener dispositivos de bajo coste (debido a la producción en 'batch'), altas prestaciones y reducido tamaño. Además, la utilización del silicio como material base para la realización de sensores permite, no sin dificultades, la integración de circuitos de tratamiento de señal en el mismo chip, dando lugar a los llamados (un poco pretenciosamente) sensores inteligentes ('smart sensors').

Afortunadamente el silicio es un material excepcional tanto a nivel eléctrico como a nivel mecánico (apéndice I), poseyendo además una gran variedad de mecanismos de transducción (o efectos físico-químicos) (Véase tabla¹).

Además de las cualidades del silicio cristalino, es también importante conocer las posibilidades de otros materiales que se utilizan normalmente en microelectrónica en forma de capas delgadas como son el óxido de silicio, nitruro de silicio, polisilicio, etc. En particular la caracterización de este último material es de especial importancia debido a su papel fundamental como material estructural y eléctrico en la fabricación de microestructuras por micromecanización superficial ('Surface Micromachining'). Tienen también un papel

destacado en esta tecnología el óxido de silicio utilizado como capa de sacrificio para liberar estructuras, o el nitruro de silicio utilizado como capa de pasivación por su poca permeabilidad a iones y por su resistencia mecánica.

Entre los distintos tipos de sensores basados en silicio, los sensores mecánicos (en los cuales la magnitud a medir es de carácter mecánico: presión, aceleración, flujo, fuerza, etc.) han experimentado un rápido desarrollo, debido a la multitud de aplicaciones industriales. Este hecho es el causante de que actualmente se dediquen grandes esfuerzos de I+D, tanto por parte de centros de investigación, como por compañías industriales, a la mejora de las prestaciones de los sensores mecánicos mediante la obtención de nuevos diseños y tecnologías.

Señal	Efecto autogenerador	Efecto modulador
Radiante	Fotovoltaico	Fotoconductividad Fotoeléctrico
Mecánica	Acustoeléctrico	Piezorresistivo Fotovoltaico lateral Fotoeléctrico lateral
Térmica	Seebeck Nernst	Termorresistivo
Magnética		Hall Magnetorresistivo
Química	Galvánico	Estructuras EIS

Tabla I: Efectos susceptibles de utilizarse como base para el desarrollo de sensores basados en silicio.

La medida de magnitudes mecánicas se basa en la mayoría de las realizaciones en dos efectos: i) movimiento de la estructura mecánica del sensor que se detecta como una variación de capacidad, o ii) variación de la resistividad del silicio cuando se encuentra sometido a esfuerzos mecánicos. Esta variación se conoce como el efecto piezorresistivo y fue descubierto por Smith en 1954². En él se basan los dispositivos realizados durante este trabajo. En el apéndice II se encuentra una descripción de su fundamento físico.

Las posibilidades tecnológicas del efecto piezorresistivo fueron puestas de manifiesto muy rápidamente. Ya en 1961, Pfann y Thurston³ proponen por vez primera el uso de difusiones en el silicio monocristalino para la medida de esfuerzos mecánicos y en 1962, Tufte et al⁴.

6 Introducción

describen el primer transductor de presión basado en silicio.

La alternativa para le medida de esfuerzos mecánicos se basa en la utilización de láminas de metal soldadas al elemento mecánico que sufre la deformación. Frente a estos el silicio ofrece las siguientes ventajas en las siguientes características:

- Sensibilidad: El factor de 'Gauge':

$$G = \frac{\Delta R}{R \epsilon} \tag{1}$$

de los semiconductores es casi dos ordenes de magnitud superior al de los metales: donde epsilon es la deformación por unidad de longitud ('strain').

- Histéresis y ruptura: La difusión de resistencias, en el mismo material que compone el elemento mecánico, permite una perfecta transmisión de los esfuerzos mecánicos eliminando la principal causa de la histéresis. Así mismo, evita problemas de ruptura entre el elemento sensor (resistencia) y el elemento mecánico (diafragma).
- **Tamaño:** El uso de técnicas usuales en microelectrónica permite la miniaturización del dispositivo.
- **Producción:** Los sensores de silicio se benefician de la producción en 'batch', típica de la microelectrónica, permitiendo una reducción de costes.
- Electrónica: La circuitería de tratamiento de señal puede incluirse en el mismo chip del sensor.

Todas estas características han lanzado la investigación en sensores mecánicos de silicio. Actualmente, el tema sigue plenamente vigente, como demuestra el gran número de publicaciones y conferencias dedicados al tema, pues a pesar de las grandes expectativas levantadas existen aún muchos problemas a resolver. La problemática actual en sensores de silicio se centra en los siguientes campos⁵:

- Tecnología: A pesar de que la tecnología de fabricación de circuitos integrados está muy desarrollada, la producción de sensores implica procesos no-estándar que deben optimizarse y que no siempre son compatibles con la fabricación de ICs. Entre estas tecnologías específicas cabe citar:

- Ataque anisótropo de silicio.
- Técnicas de paro automático del ataque: paro electroquímico, paro en capas altamente dopadas con boro, paro en capas dieléctricas enterradas, etc.
- Procesado de la oblea por las dos caras.
- Depósito de capas delgadas no usuales en microelectrónica: materiales cerámicos, plásticos, etc.

- Técnicas para el control de los esfuerzos residuales en capas finas.
- Soldadura entre diversos materiales: silicio-vidrio, silicio-silicio, etc.

- Encapsulado: A diferencia de un circuito integrado en el cual el objetivo del encapsulado es aislarlo tan bien como sea posible del entorno, el encapsulado de un sensor debe permitir al dispositivo estar expuesto a la magnitud que se desee medir a la vez que asegura el correcto funcionamiento del dispositivo. El encapsulado se convierte en uno de los grandes problemas en el diseño del sensor cuando este debe trabajar en ambientes hostiles como ocurre en muchas aplicaciones.

- Sensores inteligentes: Uno de los mayores atractivos del silicio como material para la realización de sensores consiste en la posibilidad de integrar electrónica de tratamiento de señal en el mismo chip. Sin embargo, en la mayoría de ocasiones este objetivo no es fácil de cumplir. La inclusión de circuitería en el sensor impone serias restricciones en la tecnología y en el encapsulado.

3. Sensores de presión.

Entre los distintos tipos de transductores mecánicos basados en silicio, el sensor de presión ha sido el que ha atraído una mayor atención, y el que actualmente se encuentra en un estado de desarrollo más avanzado. De hecho fue el primero en alcanzar las prestaciones mínimas para su implantación comercial en multitud de aplicaciones. Su fabricación necesita de la puesta a punto e implantación de las tecnologías básicas en sensores mecánicos de silicio. Es por ello el dispositivo ideal para el desarrollo de una tecnología propia.

El primer uso del silicio como material piezorresistivo se remonta a 1962⁶. El primer transductor, tal como lo conocemos en la actualidad, utilizando el grabado anisótropo de silicio para la definición del diafragma aparece en 1973⁷. En la figura 2 se muestra el esquema básico de un sensor de presión piezorresistivo. En presencia de una presión diferencial el diafragma deflecta dando lugar a la aparición de esfuerzos mecánicos en el material, detectados mediante resistencias cuyo valor depende del esfuerzo. Integrando un puente de Wheatstone en el diafragma y colocando las piezorresistencias de forma adecuada se obtiene un voltaje proporcional a la presión aplicada. Basado también en el efecto piezorresistivo, Kanda^{8,9} propone un nuevo dispositivo en el cual el estado de esfuerzos en el material produce un efecto similar al efecto Hall: en presencia de una corriente orientada adecuadamente, un campo eléctrico aparece en la dirección perpendicular. Este tipo de dispositivo presenta menores tensiones de offsets que los basados en un puente de Wheatstone¹⁰, sin embargo es incapaz de ofrecer la misma sensibilidad¹¹.

8 Introducción



Fig. 2 a) Esquema de un sensor de presión piezorresistivo. b) Sensor de presión capacitivo.

Los problemas fundamentales de los sensores piezorresistivos son la dependencia con la temperatura de las características del sensor¹², y la presencia de esfuerzos residuales en el diafragma que dan lugar a un valor de offset (salida a presión nula) importante. Debido al bajo nivel de salida de estos dispositivos (típicamente decenas de milivolts a fondo de escala) muy pronto aparecieron sensores incluyendo circuitería bipolar de acondicionamiento de señal en el mismo chip¹³. La integración de circuitería MOS ha sido también utilizada por distintos grupos^{14,15,16}.

El uso de la tecnología microelectrónica permite al diseñador incorporar inteligencia, leáse circuitería, en el mismo chip mejorando la respuesta del sensor mediante amplificación, compensación, filtrado, etc. Aunque el gran éxito de la microelectrónica reside precisamente en la integración en el mismo chip de sistemas cada vez más complejos, hoy por hoy no está claro que esta estrategia sea también la más adecuada en la fabricación de microsensores. La integración de circuitería en el mismo sensor es un camino no exento de dificultades. En la

tecnología microelectrónica cualquier cambio en el sensor o en el circuito requiere el diseño de un nuevo conjunto de máscaras y muy a menudo, debido a incompatibilidades tecnológicas, todo un nuevo proceso tecnológico debe ser diseñado. Esto supone que en muchos casos un acercamiento modular donde el transductor, el tratamiento de señal y el interfaz se pueden diseñar y encapsular independientemente sea más ventajoso. Además, el ambiente en el que debe operar el sensor es en muchos casos hostil, por lo cual la circuitería integrada puede verse afectada por cambios de temperatura, humedad o incluso la presencia de gases corrosivos. Ello impone grandes condicionantes al proceso de encapsulado y puede suponer un incremento de costo no compensado por la superior integración. Con todo esto no queremos negar la necesidad de seguir investigando en esa dirección, pero ante un problema concreto y si se desea un tiempo de desarrollo relativamente corto, es necesario sopesar pros y contras de la cada una de las estrategias, y buscar el compromiso más ventajoso. Quizás esta es la razón subyacente que explica que a pesar de las repetidas apariciones en la literatura de sensores con circuitería integrada, en el momento actual la inmensa mayoría de los fabricantes de sensores basados en silicio ofrecen únicamente transductores sin la integración de circuitería en el mismo chip.

Los sensores capacitivos son la alternativa principal a los sensores piezorresitivos. La primera realización operativa aparece en 1973¹⁷. Como puede observarse en el esquema (figura 2), su realización necesita de la obtención de dos electrodos: uno en el propio chip de silicio mientras el segundo suele fabricarse en un substrato de vidrio que se une al silicio mediante soldadura anódica. Ambos electrodos suelen estar separados una distancia de unas micras que se obtiene normalmente mediante micromecanización del silicio. Al doblarse la membrana por la diferencia de presión, varía la separación entre las placas del condensador dando lugar a una variación de la capacidad.

El problema básico de este principio de transducción es que la señal obtenida es una capacidad y además normalmente muy pequeña (unos picofaradios). Ello hace imprescindible la presencia integrada de un circuito para acondicionar la señal^{18,19,20}. Además la señal de salida presenta una no-linealidad muy acusada que debe ser corregida externamente. Las ventajas en cambio, residen en una mayor sensibilidad y en una menor dependencia con la temperatura que los sensores piezorresistivos.

Además de los citados métodos de medida, se han propuesto otros mecanismos para la detección del valor de la presión. M.V. Andres et al.²¹ proponen un dispositivo basado en un resonador mecánico cuyas frecuencias de vibración son función de la presión mediante la inducción de esfuerzos mecánicos axiales en el elemento resonante. Suminto et al.²² presentan un dispositivo tipo MOSFET donde se introduce una capacidad de aire (sensible a la presión) entre la puerta y el óxido de puerta. La corriente en el canal depende de la capacidad entre la puerta y el silicio. Dado que esta depende de la presión, también la

10 Introducción

corriente es sensible a la presión.

La variación de la movilidad asociada al efecto piezorresistivo ha sido utilizada para variar la frecuencia de oscilación de anillos osciladores MOS integrados en el diafragma^{23,24}. De esta manera la información de la presión viene contenida en la frecuencia de la señal lo que supone ventajas añadidas en cuanto a la comunicación con sistemas digitales o sensibilidad a interferencias electromagnéticas. W. Lian et al. proponen una familia de sensores basados en flip-flops²⁵. Su funcionamiento se basa en llevar el flip-flop a un estado inestable sobre un gran número de ciclos y observar el número de 'unos' y 'ceros' obtenidos. La razón entre ambos es una medida de la asimetría del sistema. En el caso de un sensor de presión²⁶ integran cuatro transistores NMOS en el diafragma: dos de ellos tienen el canal sometido a un esfuerzo transversal mientras el par restante tienen el canal sometido a un esfuerzo longitudinal. De esta manera la razón entre '1' y '0' pasa a ser una medida de la presión sobre el diafragma. El mayor inconveniente de estos dispositivos es su marcado carácter no lineal.

Recientemente, la posibilidad de fabricar diafragmas con capas depositadas ha atraído una atención considerable²⁷. Una capa de polisilicio se deposita sobre óxido de silicio y posteriormente el óxido es atacado para dejar libre el diafragma. En el caso de un sensor capacitivo, la capacidad entre el diafragma móvil y el substrato puede ser la base del transductor, o en el caso de sensores piezorresistivos es posible integrar las galgas sensoras en el diafragma. Esta técnica permite fabricar diafragmas muy delgados con un muy buen control dimensional, favoreciendo la miniaturización. Sin embargo, el pandeo del diafragma debido a la presencia de esfuerzos en el diafragma es todavía un problema de considerable importancia. Como alternativa, se pueden utilizar nitruro de silicio LPCVD como material base para la fabricación del diafragma²⁸. Sin embargo, la compensación del esfuerzo residual es una cuestión a resolver.

Actualmente existen dos tipos de aplicaciones que fundamentalmente espolean la investigación en sensores de presión: la industria del automóvil^{29,30,31} y las aplicaciones biomédicas³². En ambos casos, el ambiente de trabajo impone serias restricciones al diseño del dispositivo para su correcta operación: las altas temperaturas y vibraciones presentes en un motor, en un caso, y la miniaturización y el contacto con líquidos corrosivos en el otro.

A altas temperaturas, las resistencias difundidas presentan problemas de fugas en la unión p-n. Para evitar este problema se utilizan piezorresistencias de polisilicio³³, aisladas del substrato por una capa de óxido. Ello permite elevar la temperatura de trabajo hasta 200°C. Aunque el efecto piezorresistivo es menor en el polisilicio que en el silicio monocristalino, sigue siendo un orden de magnitud mayor que en los metales³⁴, lo que permite seguir considerando a este material como muy interesante en aplicaciones específicas.

En aplicaciones biomédicas, la presión en el interior de cuerpo puede medirse externamente acoplando el transductor al punto de medida mediante un tubo (o catéter) lleno de líquido (normalmente una solución salina). Sin embargo, en este la señal de presión se ve modulada por la respuesta en frecuencia del catéter lleno de fluido. Puede demostrarse que la función de transferencia de este sistema es un filtro pasa-bajos de segundo orden. Sin embargo, éste puede tener factores de calidad elevados que dan lugar a una importante distorsión de la forma de onda. En estos casos se impone la necesidad de utilizar sensores especialmente concebidos para la medida in-situ. Para medidas cardiovasculares, el diseño está mediatizado por el tamaño máximo del catéter, por el uso de materiales biocompatibles y por el completo aislamiento eléctrico del dispositivo respecto a la sangre.

4. Perspectivas de mercado

El espectacular avance en la tecnología de sensores de silicio ha venido impulsado por el interés industrial de algunas compañías fabricantes de sensores. Este interés está debido al gran mercado potencial para estos dispositivos. En 1988 el mercado mundial de sensores (sin incluir las aplicaciones militares) ascendía a 2.4 .10¹⁰ \$ ³⁵. Las previsiones de mercado indican un crecimiento anual en torno al 10% para los próximos 10 años. A continuación mostramos algunas tablas comparativas del reparto de este mercado en distintos conceptos:

Ingeniería de Procesos	5.0 · 10 ⁹ \$
Automoción	2.8 · 10 ⁹ \$
Seguridad	1.3 · 10 ⁹ \$
Ingeniería mecánica	1.2 · 10 ⁹ \$
Ingeniería aeroespacial	0.8 · 10 ⁹ \$

Tabla 1: Por aplicaciones

Tabla 2: Consumidores

U.S.A.	5.2 · 10 ⁹ \$
Europa occidental	5.2 · 10 [°] \$
Japón	3.0 · 10 [°] \$

12 Introducción

Tabla 3: Por tipos de dispositivos.

Fluio	1.8 · 10 ⁹ \$
Presión	1.7 · 10 ⁹ \$
Oufmicos	1.2 · 10 ⁹ \$
Quinteos	1.0 · 10 ⁹ \$
Temperatura	0.0 - 109 \$
Posición	0.9 • 10 \$

El dato quizá más interesante es que los sensores de presión constituyen uno de los mercados más importantes, esperándose además que sean los sensores más vendidos en 1995. Del total de sensores de presión, alrededor de un 40% está formado por dispositivos basados en tecnología de silicio, siendo el resto dispositivos convencionales. Se espera no obstante, que este porcentaje puede ir aumentando en función del aumento de la producción y una mayor presencia en el mercado.

5. Contexto y objetivos del trabajo

Uno de los objetivos del trabajo desarrollado ha sido colaborar en el desarrollo y caracterización de tecnologías propias para la fabricación de sensores mecánicos en silicio partiendo de la experiencia previa en el CNM en las tecnologías de fabricación de circuitos integrados y del LCMM en la caracterización de materiales. El presente trabajo se ha orientado hacia el desarrollo de sensores de presión de gran sensibilidad (grosores de diafragmas pequeños) y baja no-linealidad. Conjugar ambas características permite disminuir el tamaño de los sensores y poder así utilizarlos en aplicaciones donde las dimensiones del sensor sean un factor crítico.

En este contexto, el trabajo ha venido condicionado e impulsado por la participación del LCMM y del CNM en los proyectos de I+D:

- "Desarrollo de tecnologías para la fabricación de sensores de silicio" (1988-1991), subvencionado por la CICYT.
- "Desarrollo de tecnologías básicas de fabricación y herramientas de simulación para dispositivos micromecánicos" (1990-1993) Programa BRITE/EURAM de la CEE.
- "Investigación y desarrollo de un sensor de presión piezorresistivo y miniaturizado para su incorporación a catéteres cardiovasculares de un solo uso" (1991-1993)
 "Iniciativas GAME Programa ESPRIT II de la CEE.
 - "Microacelerómetros de silicio con electrónica integrada para aplicaciones en robótica" (1991-1994) subvencionado por la CICYT.

A continuación describiré sucintamente el contenido de cada uno de los capítulos:

El Capítulo 1 describe las experiencias y resultados obtenidos en el estudio y desarrollo de un sistema de grabado anisótropo húmedo, técnica clave en micromecanización del silicio para la fabricación de sensores de presión, acelerómetros, etc. Mediante este sistema se fabricaron primero diafragmas de silicio y a continuación se desarrollaron los primeros transductores de presión.

El Capítulo 2 expone el trabajo realizado en el estudio y puesta a punto de un sistema de paro electroquímico automático del ataque anisótropo. La utilización de estos sistemas es imprescindible si se quieren alcanzar las tolerancias impuestas por la miniaturización del elemento mecánico.

El Capítulo 3 se centra en el estudio estructural y eléctrico del polisilicio, material clave por sus aplicaciones en sensores y micromecánica. Se hará énfasis en la importancia del control de los esfuerzos residuales.

El Capítulo 4 hace hincapié en el silicio como material mecánico y en los cálculos necesarios para conocer el comportamiento mecánico de las estructuras diseñadas. Se resaltará el papel de la simulación por elementos finitos como herramienta fundamental en el diseño de los dispositivos.

El Capítulo 5 presenta sensores de presión especialmente concebidos y diseñados para su encapsulado en el extremo de un catéter para la medida de la presión cardiovascular, así como sensores basados en galgas de polisilicio para medidas de presión a alta temperatura. Finalmente se presentan las mayores contribuciones y conclusiones del trabajo realizado.

6. Referencias

- 1. S. Middelhoek, D.J.W. Noorlag Signal conversion in solid-state transducers Sensors and Actuators, 2, 211-228 (1982).
- 2. C.S. Smith, Piezoresistive Effect in Germanium and Silicon Phys. Rev. 94, 42-49 (1954).
- W.G. Pfann, R.N. Thurston, Semiconducting Stress Transducers Utilizing the Transverse and Shear Piezoresistance Effects J. App. Phys. 32, 2008-2019, (1962).
- O.N. Tufte, P.W. Chapman, D. Long, Silicon Diffused-Element Piezoresistive Diaphragms J. Appl. Phys. 33, 3322-3327 (1962).
- 5. S. Middelhoek, S.A. Audet
 Silicon Sensors: full of promises and pitfalls
 J. Phys. E: Sci. Instrum. 20, 1080-1086 (1987).
- O.N. Tufte, P.W. Chapman, D. Long Silicon Diffused-Element Piezoresistive Diaphragms J. Appl. Phys. 33, 3322-3327, (1962).
- Samaun, K.D. Wise, J.B. Angell An IC Piezoresistive Pressure Sensor for Biomedical Instrumentation IEEE Trans. Biomed. Eng. BME-20, 101 (1973).
- Y.Kanda, A. Yasukawa Hall-effect device as strain and pressure sensor Sensors and Actuators, 2, 283-296, (1982).
- 9. Y. Kanda Optimum Design Considerations for Silicon Pressure Sensors using a four-terminal gauge Sensors and Actuators, 4, 199-206, (1983).
- M.H. Bao, Y. Wang Analysis and Design of a Four-terminal Silicon Pressure Sensor at the Centre of a Diaphragm Sensors and Actuators, 12, 49-56, (1987).
- M.H. Bao, W.J. Qi, Y. Wang Geometric Design Rules of Four-terminal Gauge for Pressure Sensors Sensors and Actuators, 18, 149-156, (1989).
- 12. S.C. Kim, K.D. Wise *Temperature Sensitivity in Silicon Piezoresistive Pressure Transducers* IEEE Trans. Electron. Dev. ED-30, 802 (1983).

- J.M. Borky, K.D. Wise Integrated signal conditioning for silicon pressure sensors IEEE Trans. Electron. Dev. ED-26, 1906-1910, (1979).
- 14. H. Tanigawa, T. Ishihara, M. Hirata, K. Suzuki MOS Integrated Silicon Pressure Sensor IEEE Trans. Electron. Dev., ED-26, (1985).
- T. Ishihara, K. Suzuki, S. Suzanowo, M. Hirata, H. Tanigawa *CMOS Integrated Silicon Pressure Sensor* IEEE J. Solid-St. Circuits SC-22, 151-156, (1987).
- H.J. Kress, F. Bantien, J. Marek, M. Willmann Fully Integrated Silicon Pressure Sensor with On-Chip CMOS Evaluation Circuit and On-Chip Trimming Proc. of the 1st Int. Conf. on Micro-Electro-Opto-Mechanical Systems and Components, Berlin, Alemania, Sept. 1990. pag. 593-598. Ed. H. Reichl. Springer Verlag (1990).
- W.D. Frobenius, A.C. Sanderson, H.C. Nathanson *A Microminiature Solid-State Capacitive Blood Pressure Transducer with Improved Sensitivity* IEEE Trans. on Biomed. Eng. BME-20, 312, (1973).
- C.S. Sander, J.W. Knutti, J.D. Meindl *A Monolithic Capacitive Pressure Sensor with Pulse-Period Output* IEEE Trans. Electron Dev., ED-27, 927, (1980).
- W.H. Ko Solid-State Capacitive Pressure Transducers Sensors and Actuators, 10, 303 (1986).
- 20. M.J.S. Smith, L. Bowman, J.D. Meindl Analysis, Design and Performance of a Capacitive Pressure Sensor IC IEEE Trans. Biomed. Eng. BME-33, 163 (1986).
- M.V. Andres, K.W.H. Foulds, M.J. Tudor Sensitivity and mode spectrum of a frequency-output silicon pressure sensor Sensors and Actuators, 15, 417-426, (1988).
- 22. J.T. Suminto, W.H. Ko *Pressure-sensitive Insulated Gate Field-Effect Transistor (PSIGFET)* Sensors and Actuators, A21-A23, 126-132, (1990).
- 23. J. Neumeister, G. Schuster, W.V. Münch A silicon pressure sensor using MOS ring oscillators Sensors and Actuators, 7, 167-176, (1985).
- R. Schörner, M. Poppinger, J. Eibl Silicon Pressure Sensor with Frequency Output Sensors and Actuators, A21-A23, 73-78, (1990).

- 16 Introducción
- 25. W.Lian, S. Middelhoek Flip-Flop sensors: a new class of silicon sensors Sensors and Actuators, 9, 259-269 (1986).
- 26. P.J. French, W. Lian, S. Middelhoek *A Study of the NMOS Flip-Flop Sensor and a Comparison with the Bipolar Technique* Sensors and Actuators, A24, 65-73, (1990).
- H. Guckel, D.W. Burns, C.R. Rutigliano Design and Construction Techniques for Planar Polysilicon Pressure Transducer with Piezoresistive Read-Out 1986 IEEE Solid-State Sensor Workshop, Hilton Head Is. SC.
- H. Guckel, D.K. Showers, D.W. Burns, C.R. Rutigliano Deposition Techniques and Properties of Strain Compensated LPCVD silicon nitride films 1986 IEEE Solid State Sensors Workshop, Hilton Head Is. SC.
- 29. M.H. Westbrook Future Developments in automotive sensors and their systems J. Phys. E: Sci. Instrum. 22 693-699 (1989).
- H. Kobayashi Development Process for Automotive Sensors Sensors and Actuators, 19 415-426 (1989).
- 31. J.R. Mallon, R.H. Grace Automotive applications of Solid-State Sensors and Silicon Microstructures Sensors Expo Proceedings, 385-399 (1987).
- 32. W.H. Ko Solid-State Physical Transducers for Biomedical Research IEEE Trans. Biomed. Eng. BME-33 153-162 (1986).
- P.J. French, A.G.R. Evans *Polycrystalline Silicon Strain Sensors* Sensors and Actuators, 8, 219-225, (1985).
- Y. Onuma, K. Kamimura, Y. Homma Piezoresistive Elements of Polycrystalline Semiconductor Thin Films Sensors and Actuators 13 71-77 (1989).
- T. Grandke, J. Hesse Sensors Market en Sensors: A Comprehensive Survey Vol. I pp. 11-14 (1989) Ed. VCH

Micromecanizado húmedo de silicio 17

Capítulo I: Micromecanizado húmedo de silicio: fabricación de sensores de presión 18 Capítulo I

.

•

.

I.1. Introducción

Actualmente se están invirtiendo grandes esfuerzos en el desarrollo de dispositivos en los cuales el silicio se utiliza como material mecánico. Estos contienen microestructuras tales como ranuras, membranas, agujeros, barras de torsión o vigas. Estos elementos se combinan en la fabricación de dispositivos como sensores de presión, acelerómetros, sensores de flujo, microválvulas, etc. Su funcionamiento se basa en la transformación de energía mecánica en energía eléctrica en los sensores, o la transformación inversa en los actuadores.

Diversos factores han sido claves para el éxito de los dispositivos micromecánicos basados en silicio: la disponibilidad de cristales de silicio de altísima calidad y pureza, la existencia de un conjunto de tecnologías de alta precisión heredadas de la microelectrónica y la aparición de técnicas para el grabado anisótropo de silicio que permiten la micromecanización tridimensional de estructuras únicas por su pequeño tamaño, precisión y comportamiento mecánico.

En la mecanización tridimensional del silicio dos tecnologías destacan: el grabado seco mediante RIE ('Reactive Ion Etching') y el grabado húmedo anisótropo mediante disoluciones

20 Capítulo I

alcalinas.

El grabado seco ha experimentado un gran avance en esta última década debido a su importante papel en la delineación de motivos en tecnología microelectrónica. Sin embargo, las necesidades de grabado en el campo de microsensores y microactuadores difieren mucho de las habituales en tecnología de circuitos integrados. En algunos casos se puede considerar que las exigencias son mucho más estrictas debido a las mayores profundidades deseadas. Para el micromecanizado tridimensional de silicio cristalino la realización de zanjas con profundidades de cientos de micras requiere el desarrollo de nuevos procesos de grabado seco donde los parámetros críticos son: velocidad de ataque suficientemente elevada, existencia de materiales que actúen eficazmente cómo máscara y control del perfil final¹. En cambio en la tecnología del micromecanizado superficial el grabado seco se utiliza básicamente para la delineación precisa de motivos en capas con grosores típicos entre 1 y 5 μ m. En este tipo de dispositivos el perfil del grabado puede alterar de manera drástica las prestaciones de los dispositivos. Por ejemplo, en la fabricación de resonadores laterales capacitivos con estructuras tipo peine, la distancia mínima entre las púas es un parámetro fundamental².

I.1.1 Consideraciones generales acerca del grabado húmedo

El ataque húmedo de silicio mediante disoluciones isótropas era bien conocido a finales de los años $60^{3,4,5,6}$. Estas disoluciones consistían básicamente en mezclas de HF, HNO₃ y CH₃COOH. El ataque mediante estas disoluciones no es especialmente preciso debido a que la velocidad de ataque depende de la agitación, de la temperatura y en particular del transporte de reactivos hacia la superficie. Ello provoca, por ejemplo, que canales estrechos se ataquen más lentamente que ventanas más amplias.

En cambio el grabado anisótropo húmedo se caracteriza por atacar a diferente velocidad los distintos planos del cristal. Estas disoluciones de carácter básico atacan rápidamente los planos {110} y {100}, mientras los planos {111} permanecen casi inalterados. La cualidad de grabar las diferentes direcciones a distintas velocidades permite obtener formas tridimensionales de geometría muy bien definida. Ello les confiere una importancia fundamental para la fabricación de microestructuras mecánicas. En particular, en el diseño de sensores mecánicos piezorresistivos, las prestaciones finales del sensor dependen en gran medida de la estructura mecánica que transforma la señal a medir en una distribución de tensiones en el material. Las desviaciones en la geometría obtenida respecto a la deseada se transforman en cambios en la respuesta eléctrica del sensor.

Los primeros trabajos acerca del grabado anisótropo húmedo mediante disoluciones alcalinas se remontan a finales de los años 60 y principios de los 70. En todos los casos se hacía

referencia a que la velocidad de grabado de los planos $\{100\}$ y $\{110\}$ era mucho más rápida que el de los planos $\{111\}$ (un factor entre 10 y 50), aunque los resultados de la velocidad de ataque a estos últimos presentaba una gran dispersión. La dificultad para la medida de la velocidad de ataque a los planos $\{111\}$ estriba en que el alineamiento cristalográfico debe ser muy preciso. Desalineamientos del orden de 0.1° pueden alterar significativamente la velocidad de ataque a este plano. Medidas precisas realizadas por Kendall⁷ usando una disolución acuosa de KOH (50% a 85°C) indican que los planos $\{110\}$ ($\{100\}$) se graban hasta 400 (200) veces más rápido que los planos $\{111\}$.

Como hemos mencionado anteriormente las soluciones que graban en silicio de manera anisótropa son de tipo alcalino. Podemos distinguir dos grupos: un primer grupo formado por aquellas cuyo componente principal es orgánico y un segundo integrado por aquellas en las cuales es inorgánico.

Perteneciente al primer grupo, la hidracina (N_2H_4) se utilizó por primera vez en 1962, y incluyéndose pirocatecol ($C_6H_4(OH)_2$)^{8,9} como tercer componente en trabajos posteriores. La adición a la disolución de hidracina de 2-propanol fue considerada por Lee¹⁰. En ambos casos se demostró que el componente principal era la disolución acuosa de hidracina, actuando los aditivos como intensificadores o moderadores respectivamente.

Estudios posteriores se centraron en disoluciones acuosas de etilendiamina $(NH_2(CH_2)NH_2)^{11,12}$. El comportamiento de está disolución es muy sensible a la presencia de contaminantes: trazas de oxígeno o piracina $(C_4H_4N_2)$ producen un aumento considerable de la velocidad de ataque dando lugar a resultados no reproducibles sino se toman las precauciones necesarias. Éstas consisten básicamente en realizar el ataque en un ambiente inerte (atmósfera de nitrógeno) y en la adición de piracina (contaminante residual en la producción de etilendiamina) hasta el límite de solubilidad.

No obstante, el principal problema de las dos soluciones presentadas es su gran toxicidad. En particular ambas son conocidos agentes cancerígenos. La hidracina es especialmente peligrosa pues su inhalación, incluso a muy bajas dosis, provoca tumores nasales. Su uso requiere la presencia de detectores y de una vestimenta especial para asegurarse que la dosis que recibe el operador es inferior a 8 ppm en una sesión de 8 horas de trabajo¹³.

Las soluciones inorgánicas (segundo grupo) suelen ser hidróxidos de metales alcalinos: NaOH, LiOH, CsOH siendo la basada en KOH la más estándar por la alta calidad de las ^{superficies} obtenidas, alta velocidad de grabado, inocuidad, fácil disponibilidad, anisotropía y reproducibilidad¹⁴. No obstante, no cesa la búsqueda de nuevas sustancias que igualen o mejoren los resultados que proporciona la disolución de hidróxido potásico. El objetivo es lograr la calidad de ataque que proporciona el KOH pero evitando la presencia de iones

22 Capítulo I

potasio incompatibles con procesos a alta temperatura en tecnologías MOS.

Recientemente, algunos autores han presentado como agente alternativo la disolución basada en $NH_4OH-H_2O_2^{15,16}$. La utilización de NH_4OH acuoso lleva a velocidades de ataque bajas, mala calidad en las superficies y abundante presencia de pirámides. La adición de H_2O_2 mejora la velocidad de ataque y la calidad de la superficie. Sin embargo, el proceso no es muy repetitivo, pues resulta difícil mantener constante la concentración de H_2O_2 en disolución, al no ser estable en disoluciones alcalinas a alta temperatura.

Productos más complejos derivados del hidróxido amónico como el TMAH $((CH_3)_4NOH)^{17,18}$ han sido propuestos recientemente para la disolución anisótropa del silicio. Frente a otras bases orgánicas presenta varias ventajas, a saber: inocuidad, excelente calidad en las superficies a partir de ciertas concentraciones y estabilidad de la disolución. Frente al KOH destaca por ser un producto compatible con la tecnología MOS (se utiliza en ocasiones como revelador de fotorresina y se puede conseguir fácilmente en calidad electrónica ('electronic grade'). Destaca también por su excelente comportamiento respecto a las capas delgadas utilizadas normalmente como máscara¹⁹. Su ataque al silicio es muy selectivo respecto a óxidos y nitruros de silicio de distintas calidades. Se ha publicado que incluso puede llegar a ser selectivo respecto al Al_2O_3 (capa de pasivación natural del aluminio) si se añade silicio a la disolución en cantidades suficientes. Sus principales inconvenientes son una velocidad de ataque inferior a la del KOH y un mayor grado de sobreataque a las esquinas convexas²⁰. Presenta asimismo una razón de anisotropía v(100)/v(111) inferior a la del KOH.

I.1.2 Geometría del grabado anisótropo

Nos centraremos en este apartado en las características geométricas del grabado anisótropo sobre obleas {100}. Una descripción de las características geométricas del ataque sobre obleas {110} puede hallarse en el trabajo de Kendall¹⁴. Como hemos mencionado anteriormente el ataque de silicio mediante bases acuosas se caracteriza por disolver los planos {100} y {110} a una velocidad mucho más alta que a los planos {111}. El problema geométrico general tiene el siguiente planteamiento: "Dada una ventana de forma arbitraria abierta sobre una máscara en una oblea de silicio {100}, cuál será la forma geométrica de la cavidad generada por el ataque." La evolución de ésta será diferente en presencia de esquinas convexas o cóncavas. Al atacar una superficie cóncava el silicio está limitado por los planos de ataque más lento siendo los planos de ataque más rápido los que formarán las nuevas esquinas y bordes. Éste es el caso por ejemplo de una apertura rectangular. En cambio, al atacar una superficie convexa la cavidad está limitada por los planos que se graban más rápidamente, siendo los planos de ataque más lento los que formarán las esquinas

y bordes. Es por ello que al intentar obtener una estructura tipo mesa, los planos {111} no se llegan a intersectarse en la esquina de la misma. Al formar ésta una superficie convexa aparecen planos de ataque rápido. Las diferencias al atacar geometrías convexas o cóncavas pueden apreciarse claramente en la figura 1. En la capa máscara se ha abierto una ventana circular que contiene en su interior un anillo de pasivación. De esta manera, en el grabado aparece una superficie circular convexa y otra cóncava. En la figura puede observarse, por un lado la anisotropía del ataque al aparecer planos cristalinos muy bien definidos, y por otro que los que aparecen en ambas superficies son completamente diferentes. La superficie cóncava está limitada por planos {111} y {100}, mientras la convexa está limitada por planos de ataque rápido: en este caso {311}.

El problema general presentado previamente ha sido afrontado mediante programas de simulación numérica, pero su éxito se reduce a casos sencillos, pues el tratamiento no es trivial^{21,22}. Para poder predecir que planos aparecen en esquinas convexas es necesario conocer la velocidad de ataque a planos con altos índices de Miller lo que introduce nuevos



Fig. 1 Diferencias de ataque entre superficies convexas y cóncavas. Condiciones de ataque: 70°C, 45% p. [KOH], 8.5% v. [2-propanol].



Fig. 2 Sección transversal y vista superior de la geometría del grabado anisotrópico en aperturas rectangulares alineadas en la dirección (110).

problemas experimentales²³.

Consideremos detalladamente algunos casos sencillos: la apertura es un cuadrado o rectángulo, cuyos lados están alineados según las direcciones <110>. Como se puede comprobar fácilmente, los planos {111} intersectan la superficie de la oblea en estas direcciones (es por ello que las obleas se parten más fácilmente siguiendo esa dirección). Dado que los planos {111} no se atacan, a medida que progresa el ataque aparece una cavidad en forma de pirámide truncada invertida. Los muros laterales son planos {111} formando un ángulo de 54.74° con el plano de la oblea (figura 2). El fondo está constituido por un plano (100). Si el ataque es suficientemente profundo y la oblea suficientemente gruesa, el ataque termina cuando los 4 planos {111} intersectan entre sí. Dada la baja velocidad de ataque a los planos {111}, especialmente en las disoluciones de KOH, el ataque apenas progresa a partir de este momento.

Consideremos ahora que ocurriría si los lados de esta apertura rectangular, estuvieran desalineados respecto a las direcciones <110>. En este caso si bien la forma intermedia de la cavidad es difícil de predecir, no así la forma final que sin duda estará constituida por una pirámide invertida como en el caso anterior, de tal manera que la base inscriba perfectamente



Fig. 3 Serie de aperturas cuadradas en los cuales el ataque se detiene parado al intersectar cuatro planos $\{111\}$. Las mayores aperturas son cuadrados de 50 μ m de lado.

la apertura original. Este fenómeno ocurrirá para cualquier tipo de apertura, un ejemplo puede observarse en la figura 3, siempre que su tamaño sea pequeño de manera que no provoque la perforación de la oblea. Obsérvese que la forma final de la cavidad no depende de la orientación del cuadrado.

1.1.2.1 El sobreataque a las esquinas convexas ('undercutting'):

Consideremos ahora el caso opuesto, la máscara protege un cuadrado de tal manera que el silicio exterior al mismo es atacado. Como en el caso anterior suponemos para mayor simplicidad que los lados del cuadrado están alineados según direcciones <110>. En este caso las esquinas se sobreatacan deformando la geometría original (figura 4). La geometría original, un cuadrado se deforma para dar lugar a la aparición de un octógono. Los planos {111} van desapareciendo en favor de planos de ataque rápido, que en este caso han sido identificados como pertenecientes a la familia {211}. En general, es difícil fijar que nuevos planos aparecen en una esquina convexa. Estos planos dependen de la disolución utilizada



Fig. 4 Grabado de una estructura mesa donde se observa el efecto del sobreataque a las esquinas convexas.

y también de las condiciones de ataque: temperatura, concentración, adición de otras sustancias, etc. Además en muchos casos se observa la aparición de muros rugosos, o incluso de formas curvas, las cuales contienen infinidad de planos.

A nivel práctico es importante conocer el grado de sobreataque presente para unas concentraciones particulares de grabado. El parámetro más común utilizado para cuantificar este efecto se define la figura 5.

1.1.2.2 Técnicas de compensación de sobreataque a esquinas convexas

Así pues, mediante el grabado anisótropo húmedo de silicio {100} se pueden obtener diafragmas rectangulares fácilmente, sin embargo, el sobreataque a esquinas convexas es uno de los mayores obstáculos para la realización de estructuras como 'mesas' o ranuras en ángulo recto. Para reducir o evitar el ataque a las esquinas convexas deben añadirse motivos de compensación a esas esquinas. Éstos deben protegerlas hasta una cierta profundidad de



Fig. 5 Definición de la razón de sobreataque.

ataque procurándolas la mínima deformación posible.

Como ya se ha mencionado anteriormente, tanto la magnitud del sobreataque como los planos que aparecen dependen de la disolución empleada y de las condiciones de ataque. Por esta razón, el diseño de las estructuras de compensación así como su tamaño debe estar particularizado para cada caso.



Fig. 6 Tiras (110) para la compensación de esquinas convexas.



Fig. 7 Dimensionado del motivo de compensación de sobreataque basado en triángulos.

Para el dimensionado correcto de las estructuras de compensación es imprescindible conocer los planos de ataque rápido que aparecen en las esquinas convexas. Lee¹⁰ identificó estos planos como {211} en el ataque anisótropo mediante hidracina. Bean²⁴, en cambio, los identificó como {331} al realizar el ataque con KOH o EDP. Más tarde Abu-Zeid²⁵ publicó que los planos eran {212} en disoluciones de etilendiamina sin la adición de pirocatecol.

La controversia sigue todavía en 1989 cuando Wu y Ko²⁶ afirman que los planos de ataque rápido son {212} para las disoluciones de ataque más populares, a saber, KOH, Hidracina o Etilendiamina. Hay que señalar no obstante que estos autores no utilizan una disolución acuosa pura de KOH, sino que le añaden 2-propanol. Ese mismo año, Puers y Sansen^{27,28} señalan que los planos de ataque rápido que aparecen en el ataque con disoluciones de KOH son diferentes según se añada o no 2-propanol. En particular, afirman que en presencia de 2-propanol los planos son {212} en acuerdo con Wu y Ko, pero que en ausencia de este aditivo el ataque es mucho más violento apareciendo diversos planos. No obstante, identifican la línea de corte de estos planos con la superficie de la oblea como <310>.

Recientemente los planos han sido identificados en soluciones acuosas de KOH como $\{411\}$ y por lo tanto intersectando la superficie de la oblea en direcciones <410>. Sin embargo, estos planos no conforman toda la superficie de la esquina convexa, sino que un importante



Fig. 8 Efecto de la compensación de esquinas mediante triángulos.

sector está formado por una superficie rugosa, formada por infinidad de planos²⁹.

Analizaremos, a continuación, diferentes estructuras de compensación y para mantener la mayor generalidad posible designaremos como {hkl} los planos que conforman la esquina convexa, α el ángulo entre la línea de intersección de estos planos con el plano de la oblea y la dirección <110> más próxima, y α ' al ángulo entre el plano {hkl} y el plano de la oblea.

Tiras <110>

Un método simple, y que no requiere demasiado espacio consiste en la adición de una tira orientada según una dirección <110> en la esquina convexa a proteger. El dimensionado de la tira viene dado por:

$$L = \frac{H}{\sin(\alpha)\sin(\alpha')} \frac{V\{hkl\}}{V\{100\}} - \frac{B_{(110)}}{2\tan(\alpha)}$$
(1)

donde H es la profundidad de ataque, B la anchura de la tira y V{hkl} la velocidad de ataque a los planos que aparecen en la esquina. Obsérvese que este método de compensación lleva a la presencia de un bisel en la esquina a proteger como se muestra en la figura 6.



Fig. 9 Motivos de compensación basados en la adición de un cuadrado.

Triángulos

Este esquema fue propuesto por Wu et al.²⁶, y da lugar a excelentes resultados cuando las facetas que forman la esquina convexa están formadas por planos únicos. Consiste en añadir un triángulo a la esquina convexa de tal manera que los lados del triángulo definan planos de ataque rápido. Tiene el inconveniente de que requiere mucho espacio libre para su aplicación. La dimensión del triángulo debe ser tal que los planos de ataque rápido alcancen la esquina a la profundidad deseada. Esta condición se traduce a nivel geométrico en que $\delta_1 = \delta_2$ (figura 7). En la figura 8 puede verse el efecto de esta compensación en el plano de la máscara.

Cuadrados

Requieren menor espacio que los triángulos (figura 9). Su dimensionado es análogo al de las tiras <110> y su resultado es más satisfactorio, ya que no dan lugar al bisel que forman las primeras puesto que todos los planos de ataque rápido alcanzan la esquina simultáneamente.

Micromecanizado húmedo de silicio 31





Tiras <010>

En disoluciones acuosas de KOH, la obtención de esquinas convexas definidas por la intersección de planos {111} desde el nivel de la máscara hasta el fondo del ataque es posible añadiendo tiras orientadas según las direcciones $<010>^{30}$. Estas tienen la particularidad de que se sobreatacan por planos verticales {010} (figura 10). No ocurre así, para otras disoluciones, como las basadas en EDP, donde las mismas tiras se atacan por planos {110}, inclinados 45° respecto al plano de la oblea. Ello es debido a que mientras que con disoluciones de KOH se cumple: V{100} > V{100} > V{111}, en las basadas en EDP: V{100} > V{110} > V{110} > V{111}.

Dado que V(010) = V(001), estas tiras deben tener una anchura igual al doble de la profundidad para la cual se desea la compensación. Usando este esquema de compensación hay que asegurarse de que los planos {010} alcanzan la esquina antes que los planos de ataque rápido {hkl}, imponiendo una longitud mínima a la tira <010>.

Combinación de tiras <010> y <110>

Se propone este esquema de compensación cuando es imposible que la tira <010> tenga



Fig. 11 Método de compensación basado en la combinación de tiras [110] y [010].

la longitud suficiente para asegurar que los planos {hkl} no alcancen la esquina antes que los {010} verticales³¹. Este tipo de problemática aparece por ejemplo en la fabricación de ranuras estrechas en ángulo recto.

Como se puede observar en la figura 11, el elemento principal es una tira <010>, cuyos lados están protegidos por tiras <110>. Estas tiras se atacan por planos {hkl} hasta alcanzar la tira <010> donde se forman planos {010} verticales. La longitud de las tiras viene fijada por la profundidad que deben proteger, que será la total menos la correspondiente a la tira <010>.

$$L = (H - \frac{B_{(c10)}}{2}) \frac{V\{hkl\}}{V\{100\}} \frac{1}{\sin(\alpha)\sin(\alpha')} - \frac{B_{(110)}}{2\tan(\alpha)}$$
(2)

Obsérvese en el esquema que el extremo de la tira <010> está conectada al marco de la estructura evitando la presencia de esquinas convexas.

Combinación de tiras <110> para el control del frente de ataque

En la fabricación de ranuras en ángulo recto no se pueden utilizar únicamente tiras <110>

debido a la inexistencia de espacio suficiente. En este caso se ha sugerido la utilización de tiras ramificadas simétricamente para aprovechar mejor el espacio disponible en la máscara³².

Como se ha mencionado en el apartado dedicado a las tiras <110>, estas presentan el inconveniente de provocar la existencia de un bisel en la esquina a compensar. Para evitar este problema se ha propuesto el diseño de ramificaciones no simétricas para un control de la evolución del frente de ataque³³. El estudio analiza el comportamiento de estas estructuras para una disolución de KOH al 40% en peso y a 85°C de temperatura.

Aunque estas estructuras logran efectivamente un control sobre la forma del frente de ataque y en consecuencia sobre el tamaño del bisel (figura 12), ello se logra sólo al nivel de máscara y no en la superficie del fondo del ataque. Este fenómeno está relacionado con el hecho de que para estas condiciones de ataque sólo en una pequeña zona debajo de la máscara el ataque está controlado por planos únicos. El resto de la superficie de la esquina convexa está formada por una superficie rugosa conteniendo infinidad de planos. En consecuencia, la evolución del frente de ataque en el fondo es difícilmente previsible, por lo que se debe recurrir a métodos empíricos para su conocimiento. Especial cuidado debe tenerse en que por efecto de la sucesiva subdivisión en ramas de la estructura de compensación en una zona pequeña, no queden protuberancias en el fondo de la superficie atacada al alcanzar la profundidad de compensación.

I.1.3 Influencia de las condiciones de ataque: temperatura y composición de la disolución

La disolución del silicio en soluciones alcalinas es un proceso activado térmicamente. La figura 13^{34} presenta la variación de la velocidad de ataque con la temperatura para diversas soluciones de KOH y de EDP. Para las disoluciones de KOH las energías de activación oscilan entre 0.57 eV y 0.62 eV para los planos {100} y {110}. En cambio, para la solución de EDP los valores medidos son 0.40 eV para los primeros y 0.33 eV para los segundos.

La velocidad de grabado de los planos {100} en función de la concentración de KOH presenta un máximo alrededor del 20% en peso (figura 13). La dependencia con la concentración puede ajustarse en todo el rango de concentraciones a una expresión del tipo:

$$R = R_0 \cdot [H_2 O]^4 \cdot [KOH]^{1/4}$$
(3)

Esta expresión refleja los mecanismos de reacción que se describen en el apartado 1.6. Semejantes dependencias se han hallado para otras disoluciones, siendo las diferencias



Fig. 12 Modificación del frente de ataque con una tira quebrada. La máscara permanece todavía intacta mostrando el diseño original.

debidas a la diferente disociación iónica de las bases utilizadas.

Al añadir 2-propanol a la disolución se observa una disminución de la velocidad de ataque tanto para los planos {100} como para los {110}, siendo mucho más intensa para estos últimos. Debido a ello la secuencia de velocidades de grabado {110}:{100} se invierte. Este efecto del 2-propanol se atribuye a una modificación de la concentración de agua sin alterar el valor del pH.

I.1.4 Capas de pasivación

Diversos materiales pueden utilizarse como máscara durante el grabado anisótropo. No obstante, el mayor interés tecnológico recae en las capas de óxido de silicio (SiO_2) y de nitruro de silicio (Si_3N_4) . La velocidad de ataque al nitruro de silicio LPCVD es despreciable, al menos para los tiempos típicos necesarios para grabar la totalidad del grosor de una oblea. En contraste, el óxido de silicio se disuelve a una velocidad no despreciable para las distintas soluciones descritas. Se ha hallado que el óxido de silicio térmico se ataca a una velocidad inferior que el depositado mediante deposición química en fase vapor (CVD). Así mismo, el óxido de silicio se graba casi tres ordenes de magnitud más lentamente en soluciones de



Fig. 13 Evolución de la velocidad de grabado a los planos {100} en función de: a) la temperatura para distintas composiciones de la disolución, b) la concentración de KOH (Ref 33).

EDP que en KOH (figura 14). Bajas velocidades de ataque se han hallado para otras bases orgánicas como la hidracina o el TMAH. Sin embargo, las energías de activación son similares para las distintas disoluciones y se sitúan entre 0.8 y 0.9 eV.

I.1.5 Rugosidad

Para obtener las mejores prestaciones en los dispositivos electromecánicos finalmente fabricados haciendo uso del grabado anisótropo, las superficies deben presentar unas rugosidades mucho menores que las dimensiones de los componentes estructurales. Por ejemplo, en la fabricación de sensores de presión de alta sensibilidad el diafragma tiene un grosor en torno a 5-10 μ m, por lo tanto un buen control dimensional exige rugosidades del orden o inferiores a 0.1 μ m.

Sin embargo, los resultados publicados en la literatura son poco abundantes y muchas veces contradictorios entre sí. Ello se debe básicamente a la gran cantidad de factores que influyen en el valor finalmente observado: a) concentración de la disolución, b) temperatura, c) tiempo de ataque, d) solución de ataque empleada, e) aditivos y/o contaminantes presentes en la disolución, f) nivel y tipo de agitación: magnética, ultrasonidos, barboteo, etc., g) tratamientos superficiales (por ej. plasma), limpiezas, h) densidad de defectos en el material debido a los procesos tecnológicos previos, etc.