

Capteur capacitif pour environnements corrosifs et la détection de faibles pressions

B. Larangot¹, S. Tanaka¹, M. Hiratsuka², Y. Kitamura³ and M. Esashi¹

¹ *Department of Nanomechanics, Tohoku University
6-6-01 Aza Aoba, Aramaki, Aoba-ku, Sendai, 980 8579, Japan*

² *Miyagi Oki Electric Co. Ltd*

³ *ANELVA Technix Corporation*

Tel. : 022-795-6256 - Fax. : 022-795-6259

E-mail : larangot@mems.mech.tohoku.ac.jp

Résumé :

Cet article présente un capteur de pression capacitif constitué d'un diaphragme à base de polysilicium et de carbure de silicium. Le carbure de silicium ou SiC déposé par vapeur chimique à basse pression (LPCVD) fournit une protection contre les agents chimiques corrosifs alors que le polysilicium, lui aussi déposé par LPCVD, permet d'accroître l'épaisseur et la rigidité du diaphragme. L'activation d'un NEG (Non-Evaporable Getter) placé dans une cavité de la structure permet de faire le vide à l'intérieur de celle-ci et de détecter de faibles pressions tout en ayant une plus grande sensibilité. Le principe de fonctionnement repose sur la mesure de la variation de la capacité due à une pression externe exercée sur le diaphragme. Les contraintes mécaniques du diaphragme ont été caractérisées afin de déterminer le diamètre du diaphragme pouvant répondre aux conditions requises pour des applications de gravure ionique sèche (RIE) dans la gamme de pression 0,05-2 Torr. Deux diaphragmes ont été fabriqués avec des diamètres de 2 mm et 4 mm, avec une épaisseur de 2 µm pouvant détecter en théorie des pressions maximales respectivement de 1,6 Torr et 0,4 Torr.

Abstract :

A capacitive vacuum sensor with a diaphragm made from a bi-layer of silicon carbide (SiC) and polysilicon is presented. The silicon carbide deposited by low-pressure chemical vapour deposition (LPCVD) provides a protection against erosive gases, while the polysilicon increases the thickness and the rigidity of the diaphragm. A Non-Evaporable Getter (NEG) placed inside a cavity of the structure enables to absorb gases and generate vacuum. Thus, a detection of low pressure with higher sensitivity can be reached. The principle of operation relies on a variation of capacity due to an external pressure applied on the diaphragm. The residual stress of the diaphragm has been characterized in order to get the diaphragm diameter and ensures the pressure detection in the range 0.05-2 Torr, which is corresponding to the reactive ion etching (RIE) applications. Diaphragms with 2 mm and 4 mm have been fabricated with a thickness about 2 µm to detect theoretically maximum pressure of 1.6 Torr and 0.4 Torr, respectively.

Introduction :

Estimé pour 2005 à environ 2 milliards de dollars Américains, la part de marché occupée par les capteurs de pression est l'une des plus importantes dans le domaine des MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) [1]. Le développement de capteurs de pression anti-corrosifs à base de carbure de silicium pour des environnements hostiles permet d'envisager une fabrication de masse et aussi de fournir une bonne résistance contre les attaques chimiques. Des capteurs de pression capacitifs [2] [3] et piezorésistifs [4] utilisant le carbure de silicium ont été fabriqués.

Dans cette étude, nous avons cherché à développer un capteur de pression capacitif ayant un diaphragme en carbure de silicium pouvant être envisagé pour des gravures sèches. Une chambre en silicium micro usinée permet le positionnement d'un NEG (Non-Evaporable Getter), qui après activation détermine la pression de référence à partir de laquelle le capteur de pression devient opérationnel. Nous proposons, ici, de décrire la structure ainsi que les caractérisations qui ont permis de définir les dimensions requises pour l'application que nous nous sommes fixés, en l'occurrence la

mesure de pression dans des réacteurs de gravure ionique réactive. Les travaux présentés dans cet article ne sont pas détaillés, une publication antérieure [5] offre une plus grande description sur l'étude menée avec notamment une étude sur la stabilité du cuivre CVD.

1. Design et fabrication du capteur de pression capacitif

La mesure de pression par le capteur se fait par l'intermédiaire du déplacement du diaphragme provoqué par la pression externe exercée sur celui-ci. La figure 1 montre la structure avant et après que le diaphragme ait été libéré lors de la dernière étape de fabrication. L'espace inter électrodes de la capacité, défini par la distance entre le diaphragme et le film métallique déposé dans une cavité en verre (fig.1), dépend de la pression appliquée. Une variation de pression peut ainsi être détectée par la mesure de la capacité.

Pour la réalisation de ce capteur de pression quatre substrats ont été nécessaires : deux en verre pyrex et deux en silicium. Deux premiers assemblages ont été effectués séparément utilisant la méthode de soudure anodique silicium/verre pyrex à une température de 380 °C pendant 15 minutes avec un voltage de -1000V. Un des assemblages comprend un substrat en silicium (partie 4 de la structure, fig.2) comprenant une bicouche polysilicium/carbure de silicium obtenue après dépôts LPCVD successifs (fig.1 et 2). L'ensemble des étapes de fabrication ont été présentées dans le papier de Hiratsuka *et al* [6], nous présentons ici qu'un résumé des étapes. Dans un premier temps, un substrat de verre micro usiné par *sand blast* est assemblé à un substrat de silicium ayant une faible résistivité électrique (fig.2). Après avoir déposé par pulvérisation cathodique les films Au/Pt/Cr au niveau des trous réalisés par *sand blast*, l'assemblage est plongé dans un bain à base d'éthylène diamine pyrocathocol (EDP) pour graver le silicium et former la cavité à l'intérieur de laquelle sera placé le NEG.

Un troisième substrat en verre pyrex est micro usiné en utilisant une gravure humide et un LASER femto seconde pour réaliser les connexions des électrodes (fig.1). Une déposition de cuivre CVD est utilisée pour couvrir les flancs verticaux du substrat de verre pyrex et achever les électrodes. Le quatrième substrat de silicium incluant la bicouche polysilicium/carbure de silicium est alors assemblé au substrat de verre pyrex couvert de cuivre CVD (fig.2). Le troisième et dernier assemblage utilise la soudure eutectique pour sceller et rendre hermétique la structure afin d'obtenir un bon niveau de vide. Pour finir, le diaphragme est libéré après avoir enlevé la bicouche polysilicium/carbure de silicium par gravure ionique réactive et mis l'assemblage dans un bain d'EDP. Dans cette étude 4 capteurs sont placés sur une puce de 20 mm x 20 mm et possèdent une épaisseur de 1,7 mm.

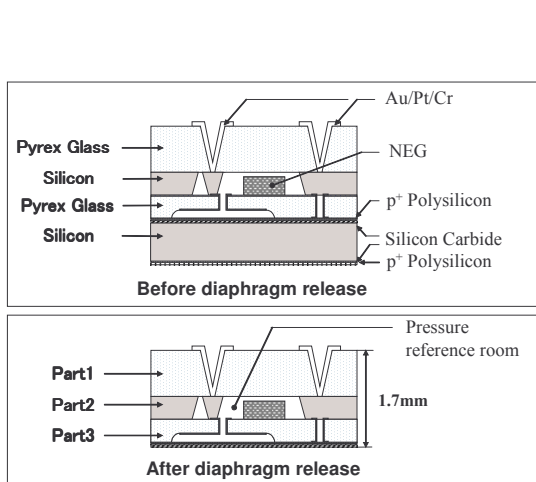


Figure 1. Vue en coupe du capteur de pression (a) avant et (b) après que le diaphragme soit libéré.

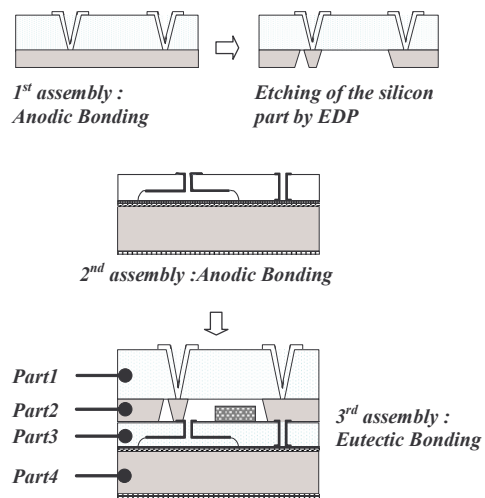


Figure 2. Etapes d'assemblage de la structure.

2. Caractérisation des contraintes mécaniques résiduelles et calcul des dimensions du diaphragme

Dans le but de connaître le stress résiduel du diaphragme, la déflexion du substrat fut mesurée avec un profilomètre mécanique avant et après déposition. Le stress résiduel fut alors calculé à partir de l'équation de Stoney [7], le tableau 1 montre les résultats obtenus à partir des données de Djurić *et al* [8]. Des épaisseurs différentes de polysilicium ont été étudiées avec une même et seule épaisseur de carbure de silicium de 1 µm (Tableau.1). Le stress du carbure de silicium déposé par LPCVD sur le substrat de silicium étant garanti par le fournisseur de substrats à 31 MPa, les contraintes mécaniques résiduelles du diaphragme dépendent de la couche de polysilicium (Tableau 1) et de ses propriétés. En se basant sur ces caractérisations, nous avons cherché à déterminer les dimensions pour lesquelles le capteur de pression pourrait être applicable à la mesure de pression variant entre 0,05 et 2 Torr, correspondant aux spécifications du manomètre Baratron[®] de type E28B. En s'appuyant sur les travaux de Chau *et al* [9] il a été possible d'établir la relation suivante :

$$P_m = \frac{3 \sigma h^2}{5a^2} \quad (1)$$

Où P_m représente la pression maximale pouvant être détectée pour un diaphragme de rayon a . h et σ étant respectivement l'épaisseur de diaphragme et la contrainte mécanique résiduelle du diaphragme. Plus de détails concernant cette relation sont donnés dans l'article de Larangot *et al* [5].

Le graphique de la figure 3 représente les résultats des calculs et montrent une possible détection dans la gamme 0,05-7 Torr. Pour ces calculs deux films en tension ont été choisis avec des épaisseurs de 970 et 2430 nm ayant pour stress respectifs 150 et 34 MPa. Dans notre étude nous avons donc choisi de procéder à la fabrication de deux diaphragmes de 2 et 4 mm de diamètre correspondant à une pression maximale pouvant être détectée de 1,6 et 0,4 Torr respectivement.

Matériau	Epaisseur	Stress
Polysilicium	960 ± 20 nm	150 ± 3 MPa
	2280 ± 150 nm	- 4 ± 38 MPa
SiC	1000 nm	31 MPa
Bicouche	1960 ± 20 nm	96 ± 2 MPa
	3280 ± 150 nm	7 ± 26 MPa

Tableau. 1. Caractérisation du film de polysilicium LPCVD après dopage par diffusion pendant 2 heures.

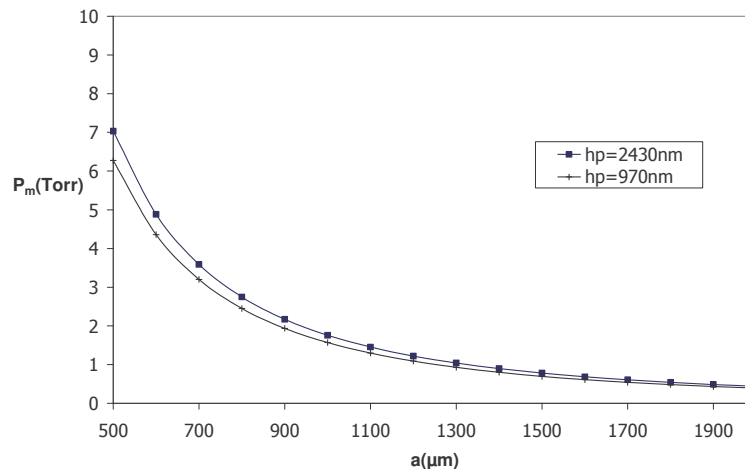


Figure 3. Pression maximale détectable P_m calculée pour un diaphragme ayant pour rayon a , une épaisseur de polysilicium h_p et une épaisseur de carbure de silicium de 1 µm.

3. Réalisation de la structure : assemblage par soudure eutectique et libération du diaphragme

Le choix du dernier assemblage de la structure s'est porté sur la soudure eutectique. Dans la plupart des cas la soudure anodique est employée pour avoir une bonne herméticité. Cependant, ce procédé ne peut pas être utilisé ici du fait que les électrodes servant à appliquer une différence de voltage lors de la soudure anodique sont en contact direct via les contacts électriques de la structure (fig.1). D'autre part, les gaz rejetés lors de la soudure anodique provoquent l'oxydation du cuivre CVD.

Pour réaliser la soudure eutectique, les films métalliques Au/Pt/Cr ont été déposés par pulvérisation cathodique sur le substrat de verre pyrex de l'assemblage 2 (fig.2). Afin de délimiter les zones utilisées pour l'assemblage, la technique de lift-off a été appliquée avec le film photosensible ORDYL TR440, Tokyo Ohka Kogyo. Avant de procéder à la soudure eutectique, le NEG est placé à l'intérieur de la cavité qui lui est prévue et est activé à 400°C pendant 30 min. Pendant cette activation, l'or forme avec le second substrat en silicium des liaisons (fig.2). La machine EVG 520 bonder permis d'appliquer une force de 5 N à des échantillons de 20 mm x 20 mm sous un vide de 0.01 mTorr et ainsi d'augmenter la qualité de la soudure eutectique.

La dernière étape de fabrication est la libération du diaphragme. Il est prévu à terme d'utiliser un bain d'EDP mais pour cette étude nous avons décidé d'avoir recours à la gravure ionique réactive profonde (DRIE). Ceci ayant pour avantage d'éviter l'intrusion d'EDP dans la structure et de détruire la structure lors d'un éventuel échec de l'assemblage par soudure eutectique. Une structure achevée par soudure eutectique est visible sur les figures 4 et 5 avec des diaphragmes libérés par DRIE.

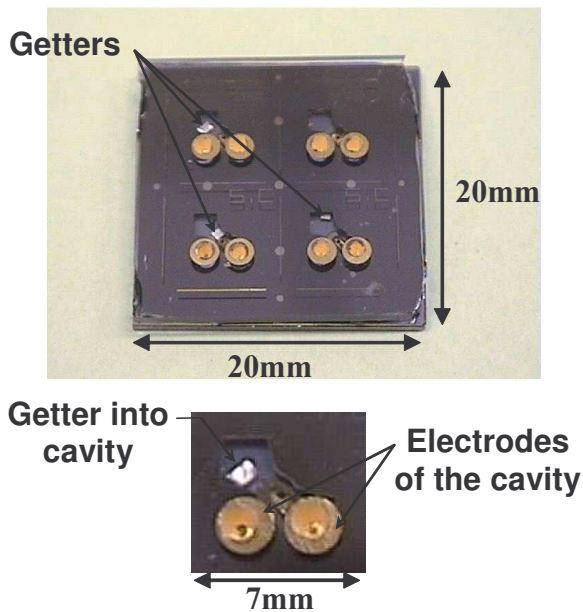
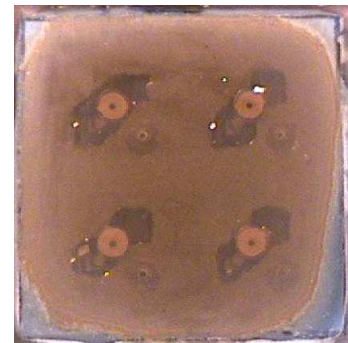


Figure 4. Vue de dessus du capteur de pression capacitif assemblé par soudure eutectique



(a)



(b)

Figure 5. (a) Vue de dessous du capteur de pression capacitif assemblé par soudure eutectique. 4 diaphragmes en polysilicium/carbure de silicium avec un diamètre de 2 mm et une épaisseur de 2 μm . (b) Vue élargie d'un diaphragme de 4 mm avec une épaisseur d'environ 2 μm , libérée par gravure ionique réactive profonde.

Conclusion :

Un capteur de pression capacitif a été fabriqué avec un diaphragme en carbure de silicium résistant aux environnements corrosifs. Le diaphragme est constitué d'une bicouche en polysilicium/carbure de silicium obtenue par dépôts successifs LPCVD. Nous avons étudié le stress résiduel du

diaphragme et déterminé les dimensions pour atteindre des valeurs de pression pouvant être détectées dans des réacteurs à gravure ionique réactive (0.05-2 Torr). La soudure eutectique assura le scellement du capteur de pression et un Non-Evaporable Getter (NEG) fut introduit pour absorber les gaz et permettre d'obtenir le vide à l'intérieur de la structure. Une première fabrication a pu être achevée en utilisant la gravure ionique réactive profonde (DRIE) pour libérer le diaphragme. Les prochains travaux porteront sur les caractérisations du microsysteme fabriqué.

Références

- [1] « Market analysis for Microsystems II, 2000-2005 », Nexus report, February 2002.
- [2] D. J. Young, J. Du, C. A. Zorman and W. H. Ko, « High Temperature Single-Crystal 3C-SiC Capacitive Pressure Sensor », IEEE Sensors journal, Vol. 4, No. 4, pp464-470, 2004.
- [3] L. S. Pakula, H. Yang, H. T. M. Pham and P. J. French and P. M. Sarro, « Fabrication of a CMOS compatible pressure sensor for harsh environments », J. Micromech. Microeng. 14, pp1478-1483, 2004.
- [4] R. S. Okojie, A. A. Ned and A. D. Kurtz. « Operation of $\alpha(6H)$ – SiC pressure sensor at 500 °C », Sensors and Actuators A66, pp200-204, 1998.
- [5] B. Larangot, S. Tanaka, M. Hiratsuka, Y. Kitamura, and M. Esashi, « Capacitive Vacuum Sensor With SiC Diaphragm For Harsh Environments », 22nd Sensor Symposium on Sensors, Micromachine and Applied Systems, Tower Hall Funabori, Tokyo (Japan), 20-21st October 2005.
- [6] M. Hiratsuka, Y. Kitamura, T. Koide, and M. Esashi, « Anti-Corrosive SiC Diaphragm Vacuum Sensor », International Conference on Electrical Engineering, Vol.3-2, pp745-748, 2004.
- [7] G. G. Stoney; « The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis », Proceedings of the Royal Society (London), vol. A82, pp. 172-175, 1909.
- [8] Z. Djurić, M. Matić, J. Matović, R. Petrović and N. Simičić, « Experimental determination of silicon pressure sensor diaphragm deflection », Sensors and actuators A24, pp.175-179, 1990.
- [9] H. L. Chau and K. D. Wise, « Scaling Limits in Batch-Fabricated Silicon Pressure Sensors », IEEE Transactions on Electron Devices, Vol. ED-34, No.4, p850-858, 1987.