

## **5. Zwischenbericht**

**zum**

### **BMFT-Verbundprojekt "Einsatz der Mikromechanik zur Herstellung frequenzanaloger Sensoren"**

**Teilvorhaben  
"Entwicklung der technologischen Grundlagen  
mit dem Schwerpunkt Silicium-Mikromechanik"**

**Förderkennzeichen: 13 AS 0118**

**Berichtszeitraum: 1.7.1991 - 31.12.1991**

**Robert Bosch GmbH  
Postfach 10 60 50  
7000 Stuttgart 10**

**Projektleiter: Dr. F. Lärmer  
Dr. G. Flik**

## Inhalt

|  |    |
|--|----|
| 1. Zusammenfassung .....   | 1  |
| 2. Passivierung von Zinkoxid.....  | 1  |
| 2.1. Plasmaoxid und -nitrid .....  | 2  |
| 2.2. Gesputtertes Siliciumoxid und -nitrid .....                                     | 3  |
| 2.3. Schichthaftung auf ZnO und Metallisierung .....                                 | 4  |
| 2.4. Alternative Ansätze .....   | 5  |
| 3. Elektrische Anregung und Auslesung ZnO-getriebener Kraftsensoren .....            | 6  |
| 3.1. Gain-Phasekurven ZnO-getriebener Kraftsensoren .....                            | 7  |
| 3.2. Bestimmung charakteristischer Größen aus der Gain-Phase-<br>Messung .....       | 8  |
| 3.3. Entwicklung einer elektronischen Oszillatorschaltung für ZnO-<br>Sensoren ..... | 9  |
| 4. Weiterarbeit.....   | 10 |

## 1. Zusammenfassung

Im Berichtszeitraum wurde an der Passivierung piezoelektrischer ZnO-Schichten weitergearbeitet; mit einem modifizierten Plasmaprozeß zur Abscheidung von Siliciumoxid bei niedriger Temperatur wurde eine ätzbeständige Passivierung von metallisiertem ZnO erreicht, ohne letzteres hinsichtlich seiner elektrischen Eigenschaften zu schädigen. Durch eine Kombination dieses Plasmaoxids mit noch ätzbeständigeren Schichten, z.B. einer sehr dünn aufgesputterten Siliciumnitridschicht darüber, wird eine praktisch perfekte Passivierung von ZnO erzielt. Probleme bereitet im Augenblick noch die Passivierung der (Al-)Metallisierung, wofür verschiedene Lösungsansätze diskutiert werden.

Mit einer Reihe von Verbesserungen resultierend aus den mit den Kraftsensoren der ersten Generation gemachten Erfahrungen ist es gelungen, das Problem des elektrischen Übersprechens vom Antriebs- zum Aufnahmerelement bei ZnO-getriebenen Sensoren zu überwinden; die Sensormuster der zweiten Generation können analog zu den Versuchsmustern mit PZT-Keramiken (PZT-Antrieb/Aufnehmer) direkt elektrisch ausgewertet werden. Erste mit einem Gain-Phase-Analysator (HP 4194A) gemessene Kurven werden vorgestellt.

Aus den Gain-Phasenkurven der ZnO-getriebenen Sensoren werden wichtige Kenngrößen des Schwingers (Resonanzfrequenz, -überhöhung, Güte) und des piezoelektrischen ZnO ( $k_{31}$ -,  $d_{31}$ -Koeffizienten) bestimmt und damit die Resonanzamplitude abgeschätzt. Weiter wird eine elektronische Oszillatorschaltung abgeleitet, die selbsttätig für eine kontinuierliche Entdämpfung der schwingenden Sensorstrukturen sorgt. Die Funktion eines realisierten Schaltungsmusters wird demonstriert.

Die Weiterarbeit zielt schwerpunktmäßig auf die Herstellung der vollen Prozeßkompatibilität des ZnO mit der Silicium-Mikromechanik; hier wird ein vollständiger batch-Prozeß angestrebt. Neue Strukturierungsverfahren (Hochratenplasmaätzen) sollen mit einbezogen werden.

Redesign und Optimierung werden in Abstimmung mit dem Verbundpartner Bizerba erfolgen mit dem Ziel, bis Projektende funktionsfähige Waagen als Demonstratoren mit frequenzanalogen Kraftsensoren auszustatten, die mit dem bei Bosch entwickelten Prozeß gefertigt wurden.

## 2. Passivierung von Zinkoxid

Der Schlüssel für einen breiten Einsatz von Zinkoxid als piezoelektrisches Material für Sensorik und Aktorik liegt in einer zuverlässigen Passivierung gegenüber den nachfolgenden Prozeßschritten der Mikromechanik und der Halbleitertechnik. Einerseits ist das Zinkoxid selbst z.B. vor aggressiven Naßätzmedien, reaktiven Plasmaspezies oder einfach Umwelteinflüssen ausreichend zu schützen, andererseits müssen auch die eingesetzten (Fertigungs-)Anlagen vor einer Kontamination durch freigesetztes ZnO bewahrt werden. Von der Passivierung ist weiter zu fordern, daß sie keine nachhaltige Verschlechterung der elektrischen und piezoelektrischen Eigenschaften des ZnO nach sich zieht.

Von dielektrischen Schichten wie z.B.  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiO}_x\text{N}_y$  oder  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ist bekannt, daß diese teilweise sehr gute Passivierungseigenschaften besitzen; als Verfahren zur Abscheidung kommen unter den gegebenen Randbedingungen (Prozeßtemperatur  $< 200^\circ \text{C}$  bei bereits metallisiertem ZnO!) im wesentlichen PECVD (plasma enhanced chemical vapor deposition) oder Aufsputterprozesse in Frage. Im folgenden werden Prozeßentwicklungen diskutiert und erste Ergebnisse vorgestellt. Eine Zusammenfassung der Ergebnisse findet sich in der Tabelle 1.



## 2.1. Plasmaoxid und -nitrid

Dielektrische Schichten der annähernden Zusammensetzung  $\text{SiO}_2$  lassen sich in Plasmaprozessen auch bei niedrigen Substrattemperaturen abscheiden; für die Aktivierung der Reaktionsspezies in der Gasphase sorgt eine Hochfrequenzentladung. Als Reaktionspartner werden üblicherweise Monosilan ( $\text{SiH}_4$ ) und Distickstoffoxid ( $\text{N}_2\text{O}$ ) eingesetzt. Erste  $\text{SiO}_2$ -Abscheidungen auf metallisiertem ZnO mit einem modifizierten Standardprozeß (Verhältnis der Gasflüsse  $\text{SiH}_4 : \text{N}_2\text{O} = 1:400$ ,  $T = 180 \dots 200^\circ \text{C}$ , Hochfrequenzleistung 10 W und 50 W) sind im letzten Halbjahresbericht beschrieben. Als Ergebnis trat eine signifikante Verschlechterung der elektrischen Isolationseigenschaften des ZnO ein; das so modifizierte ZnO wurde als für Sensoranwendungen noch brauchbar qualifiziert.

Ein Standardprozeß zur Abscheidung von Plasmanitrid auf metallisiertem ZnO ist ebenfalls im letzten Halbjahresbericht beschrieben; er führte zum völligen Ausfall der elektrischen Isolationseigenschaften des ZnO. Bei diesem Prozeß wurde ein  $\text{SiH}_4/\text{NH}_3$ -Reaktionsgasgemisch eingesetzt bei ansonsten mit dem Oxidprozeß vergleichbaren Bedingungen (Temperatur und Plasmaleistung).

Das völlig unterschiedliche Abschneiden von Oxid- und Nitridprozeß hinsichtlich der elektrischen Eigenschaften des beschichteten ZnO führte zu der Vermutung, daß neben einer möglichen Substratschädigung durch Ionenbombardment der Gehalt an freiem Wasserstoff in der Plasmaphase die wesentliche Schädigungsursache darstellt. In ZnO eindiffundierter Wasserstoff wirkt als Störstelle, die Ladungsträger abgibt und so den elektrischen Schichtwiderstand vermindert.

Beim Nitridprozeß sind ausschließlich Wasserstoffträger ( $\text{SiH}_4$  und  $\text{NH}_3$ ) an der Schichterzeugung beteiligt; für den eingesetzten Parallelplattenreaktor ist kein Prozeß mit  $\text{N}_2$  als Ersatz für  $\text{NH}_3$  verfügbar, da die Aktivierungsenergie von  $\text{N}_2$  mit ca 15eV viel zu hoch liegt für eine effiziente Plasmaanregung. Darüberhinaus gibt es keine praktikable Alternative zum  $\text{SiH}_4$ , welches ebenfalls Wasserstofflieferant ist.

Günstiger liegen die Verhältnisse bei der Herstellung von Plasmaoxid. Da hierbei neben dem Wasserstoffträger  $\text{SiH}_4$  sowieso ein zusätzliches Oxidationsmittel ( $\text{N}_2\text{O}$  oder  $\text{O}_2$ ) erforderlich ist, liegt es nahe zu versuchen, mit einem Überschuß an Sauerstoffträger den freien Wasserstoff in der Gasphase durch  $\text{H}_2\text{O}$ -Bildung zu binden und damit zu neutralisieren.

Entsprechende Versuche wurden durchgeführt mit dem Ergebnis, daß die Verschlechterung der elektrischen Eigenschaften des ZnO mit steigendem  $\text{N}_2\text{O}$ -Gehalt in der Gasphase abnimmt. Bei einem Verhältnis von  $\text{SiH}_4 : \text{N}_2\text{O} = 1:7000$  (Plasmaleistung 10 W) konnte keine Schädigung des ZnO mehr beobachtet werden. Die Reduktion der Plasmaleistung von 50 W auf 10 W erwies sich dabei ebenfalls als vorteilhaft, was möglicherweise mit einer abnehmenden Einwirkung von Ionen, kurzweiliger Strahlung oder Temperaturbelastung der Substrate zusammenhängt. Nach Aufbringen einer Oxidschicht von  $>100 \text{ nm}$  Dicke können darüber weitere Schichten abgeschieden werden, z.B. das vorstehend erwähnte Plasmanitrid (mit wasserstoffreichem Standardprozeß), ohne die Qualität des ZnO zu verschlechtern.

Abbildung 1 zeigt Strom-/Spannungskennlinien von ZnO vor und nach der Passivierung mit  $150 \text{ nm SiO}_2$  und darüber  $350 \text{ nm Si}_3\text{N}_4$ . Die Messung erfolgte mit einem Aluminiumkontakt auf Silicium und einem Aluminiumkontakt auf ZnO. Die Kennlinien vor und nach der Passivierung zeigen keine signifikanten Unterschiede.



Unter diesen Bedingungen auf Siliciumwafer abgeschiedenes Plasmaoxid weist einen Brechungsindex von 1.46 auf (Messung mit Ellipsometer), so daß von einer annähernden  $\text{SiO}_2$ -Stöchiometrie ausgegangen werden kann.

Ätzversuche in heißer Kaliumhydroxidlösung (40 %, 60°C) ergaben eine gute Schichthftung auf Silicium und gleichzeitig auch eine hervorragende Beständigkeit gegenüber dem Naätzmedium der Mikromechanik: Der Ätzabtrag beträgt ca 50 nm/h und liegt damit nur geringfügig höher als bei thermischem Siliciumoxid unter diesen Ätzbedingungen (Vergleichswert ca 40 nm/h).

Enttäuschend verhält sich in dieser Hinsicht unter Niedertemperaturbedingungen abgeschiedenes Plasmanitrid. Der Ätzabtrag in vorstehender KOH beträgt ca 130 nm/h, so daß von einer undefinierten Schichtzusammensetzung ausgegangen werden muß (Bei höherer Substrattemperatur abgeschiedenes Plasmanitrid ist normalerweise hinsichtlich seiner KOH-Beständigkeit dem Plasmaoxid weit überlegen!).

## 2.2. Gesputtertes Siliciumoxid und -nitrid

Alternativ zu plasmaabgeschiedenen Schichten wurden in Standardprozessen aufgesputterte Schichten von Siliciumoxid und -nitrid untersucht. Sputterprozesse erlauben es ebenfalls, dielektrische Schichten von hoher Qualität bei relativ niedriger Substrattemperatur abzuscheiden. Alle nachfolgenden Sputterbeschichtungen wurden bei unserer Tochterfirma ANT Nachrichtentechnik GmbH, Backnang durchgeführt.

Siliciumoxid wurde durch Argonsputtern von einem Quarztarret aufgebracht. An der floatenden Substratelektrode stellte sich ein Potential von ca 150 V gegen Masse ein. Die Substrattemperatur wurde bei Werten zwischen 150 und 200° C gehalten.

Siliciumnitrid wurde durch reaktives Argonsputtern von Silicium in Gegenwart von  $\text{N}_2$  als Reaktivgas aufgebracht. An die Substratelektrode wurde eine geringe Hochfrequenzleistung angelegt, um die Selfbias-Spannung und damit das Ionenbombardment des Substratmaterials klein zu halten (ca 20 V).

Es wurden jeweils gleichzeitig Siliciumwafer mit ZnO und Metallkontakten sowie blanke Siliciumwafer als Dummies zur Prozeßkontrolle beschichtet.

Abbildung 2 zeigt ein typisches Ergebnis einer Strom-Spannungskennlinie von ZnO vor und nach der Beschichtung mit gesputtertem Siliciumoxid nach dem vorstehenden Prozeß. Gemessen wurde zwischen einem Aluminiumkontakt auf Silicium und einem Aluminiumkontakt auf ZnO. Als Ergebnis ist festzuhalten, daß der elektrische Widerstand des ZnO durch den Passivierungsschritt um ca einen Faktor 30 vermindert wird entsprechend einem 30-fach vergrößerten Strom im Durchlaß- und Sperrbereich.

Abbildung 3 zeigt die entsprechende Abhängigkeit für mit Siliciumnitrid nach vorstehendem Prozeß besputtertes Al-metallisiertes ZnO. Die Messung erfolgt wieder zwischen Siliciumkontakt und ZnO-Kontakt. Die Kennlinie zeigt eine Verschlechterung des elektrischen Widerstands von ZnO um ca einen Faktor 3 entsprechend höheren Strömen im Durchlaß- und Sperrbereich der Diodencharakteristik. Mit Sputternitrid beschichtetes ZnO schneidet also hinsichtlich seines elektrischen Widerstands um eine Größenordnung besser ab als mit Sputteroxid beschichtetes ZnO.

Diese Unterschiede liegen wohl kaum in der chemischen Natur beider Prozesse begründet: Weder im Siliciumoxid- noch im -Nitridprozeß treten chemische Spezies auf, von denen eine ZnO-Schädigung zu erwarten ist. Dies gilt eigentlich sogar besonders für den Oxidprozeß, in dem nur  $\text{SiO}_x$ -Spezies und Ar gegenwärtig sind. Die Vermutung liegt nahe, daß die ZnO-Schädigung im Oxidprozeß aus der hohen Selfbiasspannung der Substratelektrode (entsprechend großer Energien der einfallenden Ionen!) resultiert, die



im Nitridprozeß durch zusätzliche HF-Einspeisung kompensiert wird. Die **geringe ZnO-Schädigung beim Nitridprozeß** kann aus der verbleibenden Ionenenergie von bis zu 20 eV oder aus Strahlenschädigung durch kurzwelliges Licht resultieren, ist aber für Sensoranwendungen belanglos.

Es wird untersucht, inwieweit ein Oxidsputterprozeß mit Substratbiaskompensation vergleichbar dem Nitridprozeß möglich ist.

Die Ätzraten der beschriebenen Schichten von gesputtertem Siliciumoxid und -nitrid in heißer KOH (40 %, 60° C) wurden gemessen. Die Haftung auf Silicium in der Ätzlösung war bei beiden Schichten sehr gut, auch traten keine Risse oder Pinholes auf. Die Ätzrate von Sputteroxid betrug ca 40 nm/h, was dem Wert für thermisches Oxid unter diesen Ätzbedingungen ziemlich genau entspricht. Mit einer guten SiO<sub>2</sub>-Stöchiometrie in Einklang steht auch der gefundene Wert des Brechungsindex (Ellipsometermessung) von exakt 1.46.

Gesputtertes Siliciumnitrid zeigte keinen meßbaren Ätzabtrag: nach ca 30 h Ätzdauer war der zuvor 530 µm dicke Siliciumwafer von der Rückseite her soweit gedünnt, daß der Versuch abgebrochen wurde, bevor der Wafer auseinanderbrach. Die Auswertung der Nitridrestschichtdicke ergab im Rahmen der Meßgenauigkeit des Ellipsometers keinen signifikanten Ätzabtrag. Damit wird sogar die Ätzresistenz von in LPCVD- (low pressure chemical vapor deposition) Prozessen bei hoher Temperatur abgeschiedenen Nitridschichten etwas übertroffen. **Der Brechungsindex von exakt 2.0** (im Rahmen der Genauigkeit des Ellipsometers) deutet auf eine **Stöchiometrie der Form Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>** für das beschriebene Sputternitrid hin.

### 2.3. Schichthaftung auf ZnO und Metallisierung

Die **Haftung von Plasmaoxid auf ZnO ist gut**; nur vereinzelt treten bei länger andauernder KOH-Einwirkung Poren in der Schicht auf, durch die die Lauge eindringen kann, so daß an den betreffenden Stellen ZnO-Schicht und Si-Wafer angeätzt werden. Für das Auftreten dieser Poren scheinen unregelmäßige Strukturen der ZnO-Schicht ("Körner") Ursache zu sein. Jedoch behält ZnO selbst in der Umgebung solcher Poren, durch die Lauge eindringt, seine vorteilhaften elektrischen Eigenschaften, wie mit KOH-beständigen Goldkontakten nachgewiesen werden konnte.

Als **problematisch** erweist sich dagegen die **Haftung auf gesputterten Metallisierungsschichten**; weder auf gesputterten Aluminium- (Al + 1 % Si-Anteil) noch auf Goldkontakten widersteht die Passivierung über längere Zeit dem Angriff der heißen KOH, sondern wird großflächig abgehoben. Untersuchungen der Metalloberflächen mit dem Lichtmikroskop bei 1000-facher Vergrößerung zeigten eine sehr grobe, streuselartige Struktur, die wahrscheinlich für die ungenügende Haftung verantwortlich ist.

Hier soll versucht werden, durch Optimierung des Sputterprozesses eine wesentlich verbesserte Oberflächenqualität der Metallisierung zu erreichen.

Alternativ werden **Metallkontakte untersucht, die durch Aufdampfprozesse abgeschieden werden**. In ersten Versuchen **aufgedampfte Aluminiumschichten besaßen eine wesentlich bessere Oberflächenstruktur als die gesputterten Schichten**: Sie erschienen im Lichtmikroskop bei 1000-facher Vergrößerung als spiegelblanke Schichten ohne Struktur. Wie vermutet, hielt die Passivierung über einen längeren Zeitraum dem Angriff der heißen KOH stand ohne abzublattern. Nach ca 30' lösten sich jedoch bei diesen ersten Versuchen die Aluminiumkontakte ganzflächig einschließlich ihrer Passivierschicht(en) von der ZnO-Oberfläche ab, d.h. die Haftung des aufgedampften Aluminiums auf ZnO war nicht ausreichend.



Beim Aufdampfprozeß sind Verbesserungen möglich, um die Schichthaftung auf ZnO und Silicium unter diesen Gesichtspunkten zu erhöhen (Abscheidetemperatur, Vorbehandlung der Oberflächen usw.). Bei Haftungsproblemen sind aber auch Spannungen der Passivierschichten mit zu berücksichtigen, die später zu einem Abplatzen des gesamten Schichtsystems führen können; in die Optimierung der Haftung sind also auch die Plasmaabscheideprozesse einzubeziehen.

Während die plasmaabgeschiedenen Schichten zumindest auf ZnO in heißer KOH eine gute Haftung besitzen, platzen die gesputterten Schichten sowohl auf ZnO als auch auf den Metallkontakten nach wenigen Minuten in heißer KOH flächig ab. Möglicherweise sind hierfür hohe intrinsische Schichtspannungen verantwortlich, die es zu erfassen und zu reduzieren gilt. Aufgrund der hervorragenden KOH-Resistenz der Sputternitridschichten besteht auch die Möglichkeit, über ein auf ZnO abgeschiedenes, relativ dickes Plasmaoxid (z.B. 150 nm) noch eine sehr dünne Schicht von Sputternitrid (z.B. 10-20 nm) aufzubringen, um eine nahezu perfekte Passivierung zu erreichen. Das dünne Sputternitrid sorgt hierbei für eine extrem hohe Ätzbeständigkeit, während dem dickeren Plasmaoxid darunter die Rolle eines "Haftvermittlers" zufällt.

#### 2.4. Alternative Ansätze

Als Alternative zur Passivierung einer unbeständigen Metallisierung durch ein nachträglich darüber aufgebrachtetes ätzresistentes Schichtsystem soll versucht werden, eine KOH-beständige Metallisierung (z.B. Cr oder Au+Haftschicht) über der ZnO-Passivierschicht abzuscheiden, wobei benötigte Verbindungen zum Siliciumsubstrat durch Kontaktlöcher in der Passivierschicht(folge) hergestellt werden. Dies ist in Abbildung 4 verdeutlicht. Der Prozeßablauf wird dadurch vereinfacht, daß das abschließende Öffnen von Kontaktfenstern in der Passivierschicht(folge), durch die die Metallisierung später elektrisch kontaktiert werden soll, entfällt, da die Metallisierung vollständig freiliegt. Ferner reduziert sich die Anzahl von Prozessen, die durch freiliegendes ZnO kontaminiert werden könnten.

Als Nachteil ist dabei zu werten, daß ein Teil des angelegten elektrischen Potentials in der Passivierschicht (statt im ZnO) abfällt. Da aber beispielsweise eine Kombination von Plasmaoxid und darüber Sputternitrid relativ dünn ausgelegt werden kann, ist dieser Effekt sicher nicht dramatisch. Problematischer ist möglicherweise die Tatsache, daß Cr- oder Au+Haftvermittler-Schichten bei einer zukünftigen integrierten Lösung (d.h. Integration von mikromechanischem Sensor und Halbleiterelektronik zu einem Mikrosystem) stören bzw. zusätzliche Randbedingungen in den Prozeßablauf einbringen können.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, beim letzten Silicium-Ätzschritt, d.h. dem Freiätzen von Biegebalken aus der mit strukturiertem ZnO, Metallkontakten und Passivierung versehenen Membranen anstelle des KOH-Naßätzprozesses einen geeigneten Trockenätzprozeß vorzusehen. Bisherige Versuche mit reaktivem Ionenätzen (RIE) scheiterten an der unzureichenden Selektivität der RIE-Prozesse von Silicium gegenüber gebräuchlichen Maskenmaterialien (Photolack: Selektivität maximal etwa 8:1, oder SiO<sub>2</sub>: 15-40:1), da Si-Äztiefen von 50 µm zur Membranstrukturierung realisiert werden müssen.

Seit kurzer Zeit ist bei Bosch eine Hochratenätzeinrichtung verfügbar, die nach dem Propagation Ion Etching- (PIE-) Verfahren mit kombinierter Mikrowellen- und HF-Anregung arbeitet. Erste Versuche mit PIE von Silicium ergaben Ätzraten von 3 µm/min und eine Selektivität >100:1 gegenüber SiO<sub>2</sub> als Maskenmaterial. Maximal erzielbare Ätzraten und Selektivität liegen bei ca 15 µm/min bzw. 300:1. Gelingt es, die Ätzprofile reproduzierbar zu beherrschen und eine Schädigung des ZnO (z.B. durch kurzweilige Strahlung, Einwirkung von Plasmaspezies oder thermische Beanspruchung während des Ätzens) zu vermeiden, steht hiermit ein Strukturierungsverfahren zur Verfügung, mit

dem völlig frei und unabhängig von der Kristallorientierung Resonatoren definiert werden können.

### 3. Elektrische Anregung und Auslesung ZnO-getriebener Kraftsensoren

Abbildung 5 zeigt einen resonanten Kraftsensor mit ZnO-Antriebs- und Aufnehmerelement, die jeweils in den Randbereichen des Biegebalkens angebracht sind.

Eine elektrische Wechselspannung am Antriebselement regt den Biegebalken zu mechanischen (Biege-)Schwingungen an, die am Aufnehmerelement zu einer entsprechenden Piezospannung führen. Die Aufnehmerspannung ist im Resonanzfall entsprechend der größeren mechanischen Amplituden überhöht (im wesentlichen um den Gütefaktor  $Q$ ) und weist eine charakteristische Phase zum Verlauf der Anregungsspannung auf (Resonanzphase).

Für einen Sensoreinsatz muß eine geeignete Elektronik selbsttätig dafür sorgen, daß der Sensor kontinuierlich auf einer seiner Moden entdämpft wird. Dies wird in der Regel durch Rückkopplungsschaltungen bewerkstelligt. Die Rückkopplung muß eine ausreichende Aufholverstärkung aufweisen, um Übertragungsverluste zwischen Antrieb und Aufnehmer auszugleichen, ferner einer geeigneten Bandpaßcharakteristik besitzen, um den "richtigen" Mode zu entdämpfen, und muß zuletzt die für eine Oszillation erforderliche Phasenbeziehung zwischen Antrieb und Aufnehmer herstellen.

Voraussetzung für die Einsetzbarkeit einer Rückkopplung ist, daß die elektrische Signalspannung am Aufnehmerelement wirklich der mechanischen Resonatoramplitude entspricht und nicht von elektrischen Übersprechphänomenen überlagert wird. Wenn elektrisches Übersprechen dominiert, wird eine Oszillatorschaltung gar nicht oder allenfalls unkontrolliert (d.h. mit zufälliger, häufig fluktuierender Frequenz) anschwingen.

Übersprechen vom Antriebs- zum Aufnehmerelement war ein schwerwiegendes Problem bei den ersten bei Bosch hergestellten Kraftsensormustern. Aus diesem Grund war eine elektrische Auslesung der Sensoren unmöglich. Wie im letzten Halbjahresbericht beschrieben ist, wurden diese ersten Sensoren daher mit einer optischen Methode (Rodenstock RM600) ausgewertet und der Nachweis der Resonanzoszillation dadurch erbracht.

Als Ursache für das starke Übersprechen stellte sich die Kombination folgender Faktoren heraus:

1. elektrische Verbindung vom Antrieb zum Aufnehmer über eine durchgehende ZnO-Schicht
2. ZnO mit teilweise relativ geringem Isolationswiderstand, so daß unnötig große Masseströme durch die ZnO-Schicht auftraten
3. Masseschlüsse über die Aluminiummetallisierung zum Si-Substrat infolge des verwendeten Schattenmaskenherstellungsverfahrens, dadurch unnötig große parasitäre Masseströme
4. Schlechte Kontaktierung des Siliciumsubstrats (p-dotiert, 5-20  $\Omega\text{cm}$ ) durch aufgedampften oder -gesputterten Al-Kontakt, dadurch große Spannungsabfälle in den (Schottky-)Kontakten (insbesondere in Verbindung mit Punkt 2.) und 3.)



Als Abhilfe wurden bei den Sensormustern der zweiten Generation die folgenden Maßnahmen ergriffen:

1. Unterbrechung der ZnO-Schicht zwischen Antrieb und Aufnehmer durch entsprechende Schattenmasken
2. Einsatz verbesserter ZnO-Schichten mit höherem Isolationswiderstand
3. Überätzen der metallisierten Struktur mit alkalischer Aluminiumätz, um parasitäre Masseschlüsse an den Strukturrändern zu beseitigen
4. Tempern des Al/Si-Kontakts, um Schottky-Übergänge von der Metallisierung zum Si-Substrat zu beseitigen

Alternativ zu Punkt 4 (thermische Behandlung) besteht auch die Möglichkeit, mit hoch p-dotierten Si-Leitungsbereichen zu arbeiten, die per se eine sehr gute leitende Verbindung zur Metallisierung garantieren.

Das Resultat dieser Bemühungen ist eine praktisch vollständige Beseitigung des störenden Übersprechens, das auf Werte unter -60 dB reduziert werden kann. So verbesserte Sensoren können sowohl elektrisch ausgelesen und damit auf sehr einfache Weise charakterisiert als auch durch elektronische Oszillatorschaltungen kontinuierlich zum Schwingen erregt werden. Über die Aussagen einer optischen Messung hinaus erhält man zusätzlich Information über die piezoelektrischen Eigenschaften des aufgetragenen ZnO.

### 3.1. Gain-Phasenkurven ZnO-getriebener Kraftsensoren

Analog zu den piezokeramisch angetriebenen/abgetasteten Sensoren, auf die im vorhergehenden Halbjahresbericht ausführlich eingegangen worden ist, bietet sich auch bei den ZnO-getriebenen/abgetasteten Sensoren die direkte elektrische Auswertung mit Hilfe eines Gain-Phase-Analysators (Hewlett-Packard HP 4194A) an. Dabei wird der Sensor antriebsseitig mit einer elektrischen Wechselspannung von konstanter Amplitude und kontinuierlich variierter Frequenz gespeist und am Aufnahmerelement Amplituden- und Phasenverlauf (relativ zur Anregung) der Piezospaltung als Funktion dieser Frequenz ermittelt; Transmissionsfunktion und Phasengang werden dann in Abhängigkeit von der Frequenz in einem Diagramm aufgetragen.

Abbildung 6 zeigt eine so gewonnene Kurve für einen Sensor mit den Biegebalkendimensionen  $l \cdot b \cdot d = 6 \cdot 0,4 \cdot 0,05$  [mm]. Die obere Kurve wurde gemessen über einen Frequenzbereich von 100 Hz bis 100 kHz. Man erkennt drei scharfe Resonanzen (13,7 kHz, 31,7 kHz, 66,3 kHz), die sich sowohl im Transmissions- als auch im Phasenverlauf jeweils in großen Effekten manifestieren.

Der Bereich der Grundresonanz ist im unteren Bild nochmals vergrößert dargestellt (von 12,5 kHz bis 15 kHz). Man erkennt in der Transmissionsfunktion die Serienresonanz bei  $f_s = 13,685$  kHz und die Parallelresonanz bei  $f_p = 13,906$  kHz als Minimum bzw. Maximum der Kurve. Die Resonanzüberhöhung beträgt ca 10 dB. Minimum und Maximum der Transmissionsfunktion entsprechen im Phasenverlauf Wendepunkte, die bei einem Wert der Phasenverschiebung von ca  $53^\circ$  liegen (Resonanzphase). Zwischen Serien- und Parallelresonanz erreicht die Phasenfunktion Werte von annähernd  $100^\circ$ .

Der theoretische Wert der mechanischen Biegebalkenresonanz (Serienresonanz) ergibt sich nach der Formel:

$$f = f_0 \frac{d}{l^2} = 12,24 \text{ kHz} \quad \text{mit} \quad f_0 = 8,811 \cdot 10^6 \frac{\text{mm}}{\text{s}};$$

Die Abweichung des gemessenen Werts resultiert aus mechanischer Spannung der ZnO-Schicht, die bereits mit bloßem Auge in Form einer statischen Durchbiegung des Biegebalkens zu erkennen ist, was seine Resonanzfrequenz entsprechend verschiebt.

Als 3 dB-Resonanzbreite (Eckfrequenzen  $f_1$  und  $f_2$ ) liest man einen Wert von etwa 200 Hz ab (Serien- oder Parallelresonanz); dem entspricht eine Güte  $Q$  des mechanischen Resonators von ca. 70 nach der Beziehung  $Q = \frac{f_1 - f_2}{f_s}$ .

Gain-Phasekurven der beschriebenen Art stellen die Grundlage dar für den Entwurf von Oszillatorschaltungen, wie sie im Kapitel 3.3 beschrieben werden. Sie erlauben weiter die Berechnung charakteristischer Größen des ZnO-Antriebs wie den  $k_{31}$ -Faktor und den  $d_{31}$ -Koeffizienten, sowie eine Abschätzung der Resonanzamplitude des Schwingers, wie im folgenden Kapitel gezeigt wird.

### 3.2. Bestimmung charakteristischer Größen aus der Gain-Phase-Messung

Das Verhältnis von mechanischer Energie  $E_{\text{mech}}$  zu elektrischer Energie  $E_{\text{el}}$  des piezoelektrischen Antriebssystems errechnet sich aus Serien- und Parallelresonanzfrequenz ( $f_s$  respektive  $f_p$ ) des angekoppelten Biegeschwingers nach folgender Formel:

$$\frac{E_{\text{mech}}}{E_{\text{el}}} = \frac{k_{31}^2}{1 - k_{31}^2} = \frac{\pi}{2} \frac{f_p}{f_s} \tan \left( \frac{\pi}{2} \frac{f_p - f_s}{f_s} \right) = 0.04055 \quad 1)$$

Daraus ergibt sich für  $k_{31}^2$ , das Verhältnis der mechanischen Energie zur Gesamtenergie des Antriebssystems:

$$k_{31}^2 = 0.03879 \quad \text{bzw.} \quad k_{31} = 0.1974$$

In der Literatur werden für  $k_{31}$  von ZnO Werte zwischen 0.18...0.19 angegeben. 2)

Mit:

$$k_{31}^2 = \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E \epsilon_{33}^T}$$

$$\epsilon_{33}^T = 9.3 \cdot 10^{-11} \frac{\text{As}}{\text{Vm}}, \quad s_{11}^E = 0.7858 \cdot 10^{-11} \frac{\text{m}^2}{\text{N}}$$

folgt für den  $d_{31}$ -Koeffizienten des verwendeten ZnO:

$$d_{31} = k_{31} \sqrt{s_{11}^E \epsilon_{33}^T} = 5.34 \cdot 10^{-12} \frac{\text{As}}{\text{N}}$$

(Vgl. Literaturwert:  $5 \cdot 10^{-12} \frac{\text{As}}{\text{N}}$ )

1) VIBRIT, Piezokeramik von Siemens, Siemens-Publikation, Best.-Nr. N-281/5035

2) Mollwo, Kapitel 3.5, Zinc oxide (ZnO), p 35 ff (ZnO-Datenblatt)



Zwischen elektrischer Feldstärke  $E_3$  senkrecht zur ZnO-Schicht (3-Richtung) und der mechanischen Spannung  $T_1$  in Richtung des Biegebalkens (1-Richtung) gilt bei vernachlässigbar kleiner Auslenkung die Beziehung:

$$T_1 = - \frac{d_{31} E_3}{s_{11} E} = 1.36 \cdot 10^6 \frac{\text{N}}{\text{m}^2} \quad \text{für eine elektrische}$$

Spannung von 10 V an einer ZnO-Schicht der Dicke 5  $\mu\text{m}$ .

Daraus ergibt sich ein mechanisches Biegemoment  $M$ , das näherungsweise am Einspannpunkt des Biegebalkens wirken soll, von:

$$M = T_1 A d' / 2 = T_1 b d'^2 / 2 = 6.8 \cdot 10^{-9} \text{ Nm} \quad (b: \text{Breite, } d': \text{Dicke der ZnO-Schicht})$$

Zwischen dem am Einspannpunkt des Biegebalkens wirkenden Biegemoment  $M$  und der Auslenkung  $a$  in Biegebalkenmitte gilt im statischen Fall die Beziehung:

$$a = \frac{M l^2}{2 E b d^3} = 0.0144 \mu\text{m}^3 \quad \text{mit} \quad E = 1.7 \cdot 10^{11} \frac{\text{N}}{\text{m}^2} \quad \text{für Silicium.}$$

Im Resonanzfall gilt: ( $Q = 70$ )

$$a_{\text{res}} = \frac{8}{\pi^2} Q a = 0.82 \mu\text{m},$$

was gut konsistent ist mit optischen Messungen der Resonanzamplitude in Biegebalkenmitte.

### 3.3. Entwicklung einer elektronischen Oszillatorschaltung für ZnO-Sensoren

An eine Oszillatorschaltung sind nach den vorstehenden Erläuterungen folgende Forderungen zu stellen:

1. Ausreichende Aufholverstärkung, um die in der Transmissionsfunktion enthaltene Signaldämpfung auszugleichen
2. Bandpaßcharakteristik, um die "richtige" Mode zu selektieren (und Obertonschwingungen zu diskriminieren)
3. Phasendrehung, um die Resonanzphase zu kompensieren

Die in Abbildung 7 gezeigte modifizierte Schaltung, die bereits im vorhergehenden Halbjahresbericht zur Entdämpfung von PZT-getriebenen Sensoren diskutiert wurde, erfüllt die gestellten Anforderungen:

Der erste Operationsverstärker stellt mit seiner externen Beschaltung eine Kombination von integrierendem Tiefpaß mit zusätzlicher Hochpaßcharakteristik dar, also einen Bandpaß, der die Grundmode des Sensors im Bereich zwischen 10 und 20 kHz selektiert. Die Phasendrehung erreicht in diesem Frequenzbereich annähernd  $-90^\circ$ .

<sup>3)</sup> Roark, Formulas for Stress and Strain, p 100 ff

Der zweite Operationsverstärker arbeitet im wesentlichen als Aufholverstärker, dem noch eine im fraglichen Frequenzbereich relativ unwirksame Hochpaßcharakteristik aufgeprägt ist.

Die Anpassung der für PZT entwickelten Schaltung an die ZnO-Verhältnisse wurde erreicht, indem lediglich die frequenzbestimmenden Kondensatoren des Bandpasses neu bestimmt wurden; die Aufholverstärkung wird mit dem eingezeichneten Trimmwiderstand auf einen Wert knapp oberhalb der Anschwingschwelle des Sensors einmal manuell eingestellt. An dieser Stelle kann und sollte in einem fortgeschritteneren Schaltungsentwurf eine automatische Amplitudenregelung eingesetzt werden, die einerseits sicheres Anschwingen gewährleistet und andererseits verhindert, daß eine Schaltungskomponente in die elektrische Sättigung getrieben wird.

Mit der beschriebenen Schaltung war es problemlos möglich, mehrere Sensormuster auf ihrer Grundfrequenz stabil zu betreiben. Sie kann daher als Ausgangspunkt für eine integrationsfähige Lösung (mit einem Minimum an zusätzlicher externer Beschaltung, z.B. großen Kapazitäten) dienen.

#### 4. Weiterarbeit


Ein Schwerpunkt der Weiterarbeit ist die Herstellung der vollen Prozeßkompatibilität von ZnO-Dünnschichttechnik und Silicium-Mikromechanik. Erst eine zuverlässige Passivierung wird einen breiten Einsatz dieses vielversprechenden Materials bei Sensoren oder Aktoren ermöglichen. Die bei der Passivierung von ZnO bzw. von ZnO mit Metallisierung anfallenden Probleme und einzuhaltenden Randbedingungen sind im Kapitel 2. dieses Berichts ausführlich diskutiert. Die bisher erzielten Resultate sind beschrieben; für noch offene Probleme werden aussichtsreiche Lösungsvorschläge angegeben, die in der Weiterarbeit verfolgt werden.

Durch Einbeziehung von Silicium-Trockenätzverfahren wird eine Verbesserung der Ätztechnik angestrebt. Dabei soll ein neues Hochratenätzverfahren mit kombinierter Mikrowellen-/Hochfrequenzanregung, das sogenannte Propagation Ion Etching- (PIE) Verfahren zum Einsatz kommen.

Trockenätzverfahren erlauben unabhängig von der Kristallorientierung eine weitaus größere Zahl von Resonatorgeometrien zu realisieren, als dies mit konventioneller Naßätztechnik möglich ist. Die bisherigen Erfahrungen mit Plasmaätzprozessen lassen ferner erwarten, daß dadurch auch die Passivierungsproblematik etwas entschärft wird.

In Zusammenarbeit mit der Firma Bizerba Werke, Balingen wird ein Redesign der Sensoren angestrebt, um bis Projektende erste funktionsfähige Muster von Waagen mit frequenzanalogen Kraftaufnehmern zu verwirklichen. Die mit diesen Sensoren erzielten Ergebnisse (Empfindlichkeit, Auflösung, Linearität...) werden in eine Sensoroptimierung einfließen.

Eine geeignete Aufbau- und Verbindungstechnik muß noch entwickelt und erprobt werden, da zusätzliche Spannungen, die aus der Sensorbefestigung herrühren, die Sensorantwort verfälschen können. Auch hier ist eine Zusammenarbeit mit Bizerba geplant.

ZWD-Dr. Lärmer/- 6905  
25.1.1992 

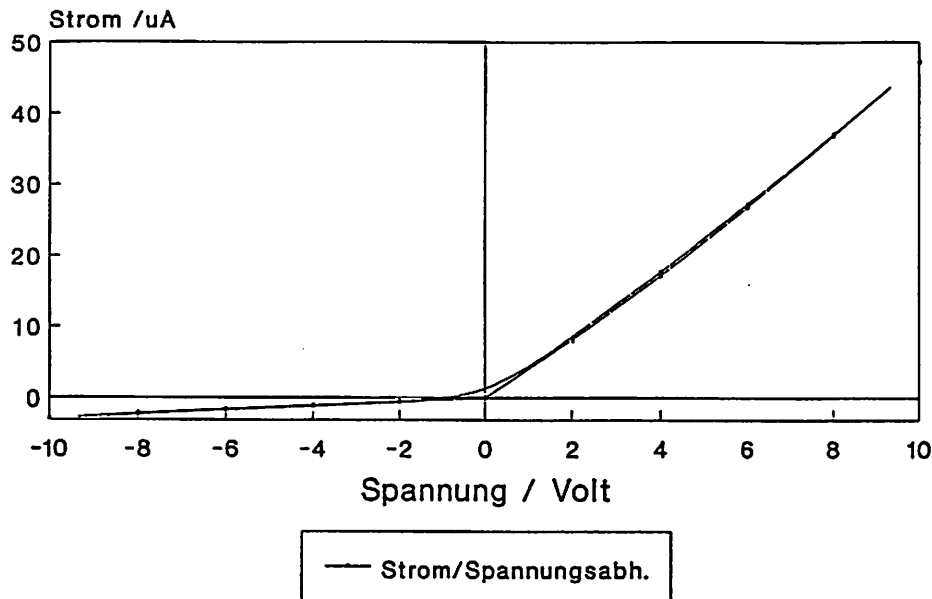




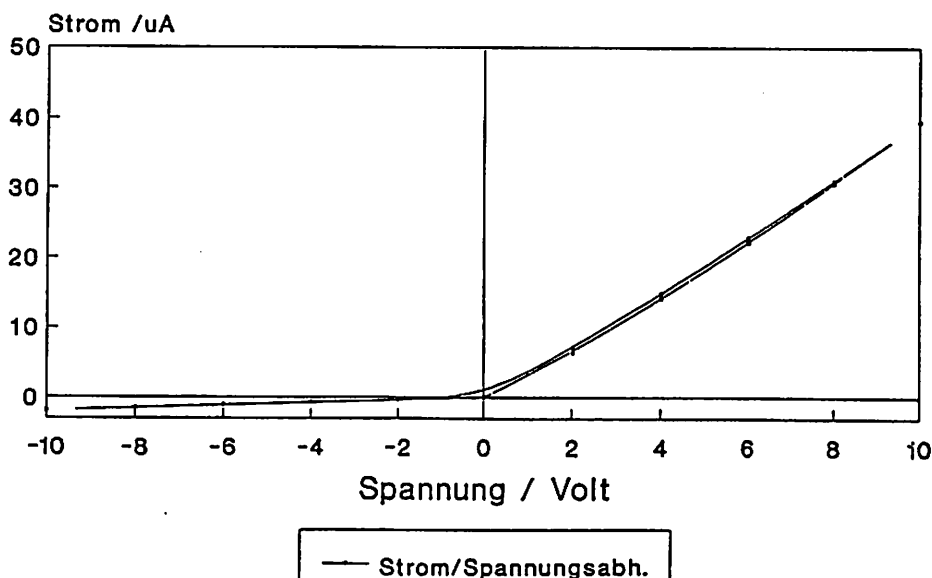
|   | Plasmaoxid  | Plasmanitrid                                | Sputteroxid  | Sputternitrid   |
|---|---|---|--|---|
| Proze: T   | 200° C<br>SiH <sub>4</sub> /N <sub>2</sub> O      | 200° C<br>SiH <sub>4</sub> /NH <sub>3</sub> | 150° C<br>Ar-Sputtern<br>Quarztarret                     | 150° C<br>reaktives Ar/<br>N <sub>2</sub> -Sputtern     |
| Vernderung<br>in R <sub>el</sub> von<br>ZnO + Al | neutral<br>(hoher N <sub>2</sub> O-<br>Anteil !!) | fatal<br>(H <sub>2</sub> -Gehalt ?)         | Verschlech-<br>terung in R <sub>el</sub><br>ca Faktor 30 | Verschlech-<br>terung in R <sub>el</sub><br>ca Faktor 3 |
| tzrate KOH<br>(40% 60°C)                         | 50 nm/h   | 130 nm/h                                    | 40 nm/h  | 0 nm/h  |
| Haftung auf<br>ZnO in KOH                         | sehr gut  | sehr gut                                    | schlecht<br>( < 15 ' )                                   | schlecht<br>( < 25 ' )                                  |
| Haftung auf<br>Algesputtert<br>in KOH             | schlecht<br>( < 10 ' )                            | schlecht<br>( < 10 ' )                      | schlecht<br>( < 15 ' )                                   | schlecht<br>( < 25 ' )                                  |
| Haftung auf<br>Algedampft<br>in KOH               | gut<br>( > 30 ' )                                 | gut<br>( > 30 ' )                           | ?  | ?   |

Tabelle 1

ZnO 084 unbeschichtet  
Al/Si-Kontakt(0) gg. Al/ZnO-Kontakt (4)



ZnO 084 beschichtet  
Al/Si-Kontakt(0) gg. Al/ZnO-Kontakt (4)

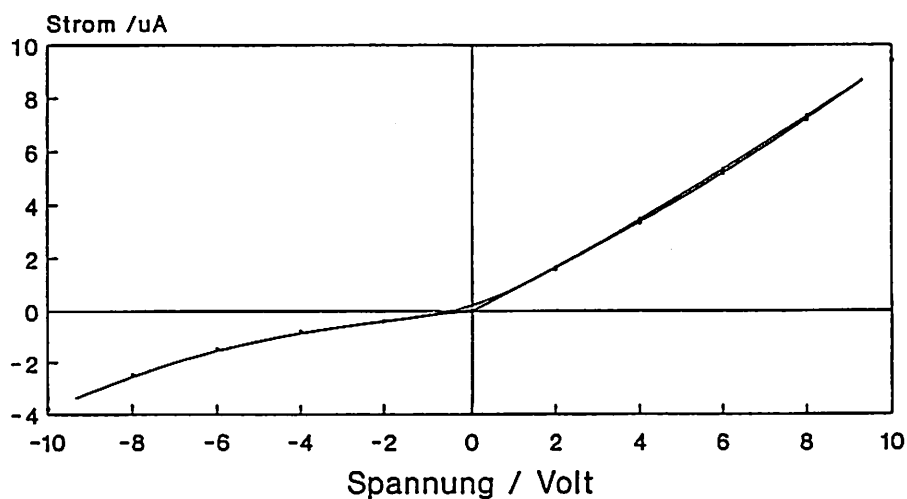


150 nm SiO<sub>2</sub> + 350 nm Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 10 W 180 Grad

Abbildung 1

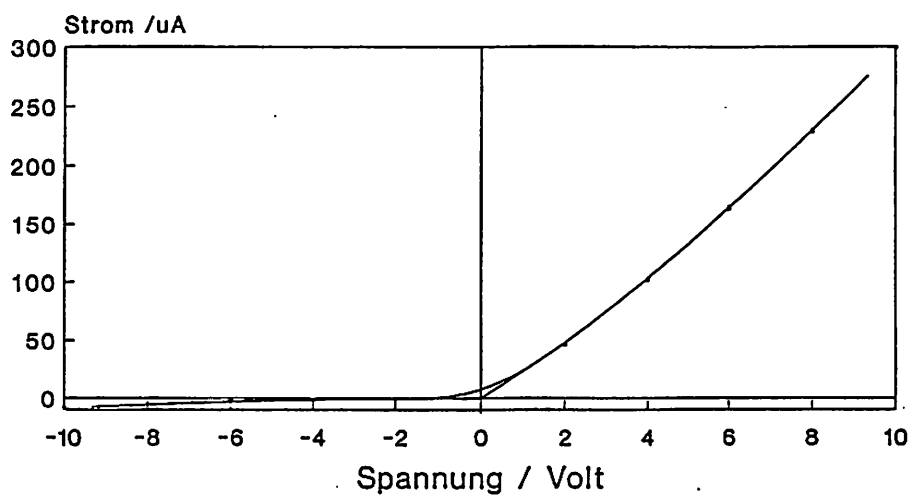


ZnO 113A unbeschichtet  
Al/Si-Kontakt gegen Al/ZnO-Kontakt



— Strom/Spannungsabh.

ZnO 113A beschichtet  
Al/Si-Kontakt gegen Al/ZnO-Kontakt

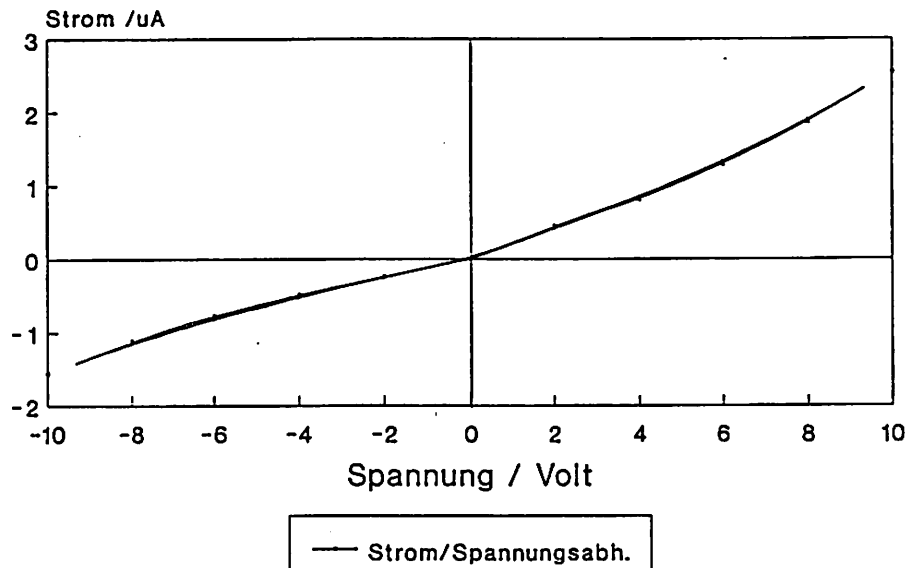


— Strom/Spannungsabh.

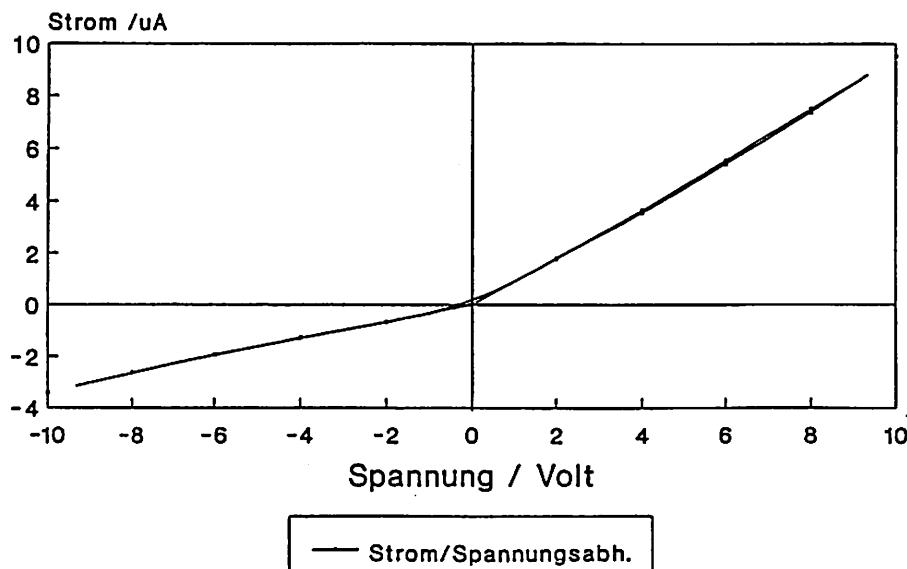
500 nm Sputteroxid (Quarztarget) 150 C

Abbildung 2

ZnO 113B unbeschichtet  
Al/Si-Kontakt gegen Al/ZnO-Kontakt



ZnO 113B beschichtet  
Al/Si-Kontakt gegen Al/ZnO-Kontakt



500 nm Sputter-Si3N4 (reaktives N2-...)

Abbildung 3

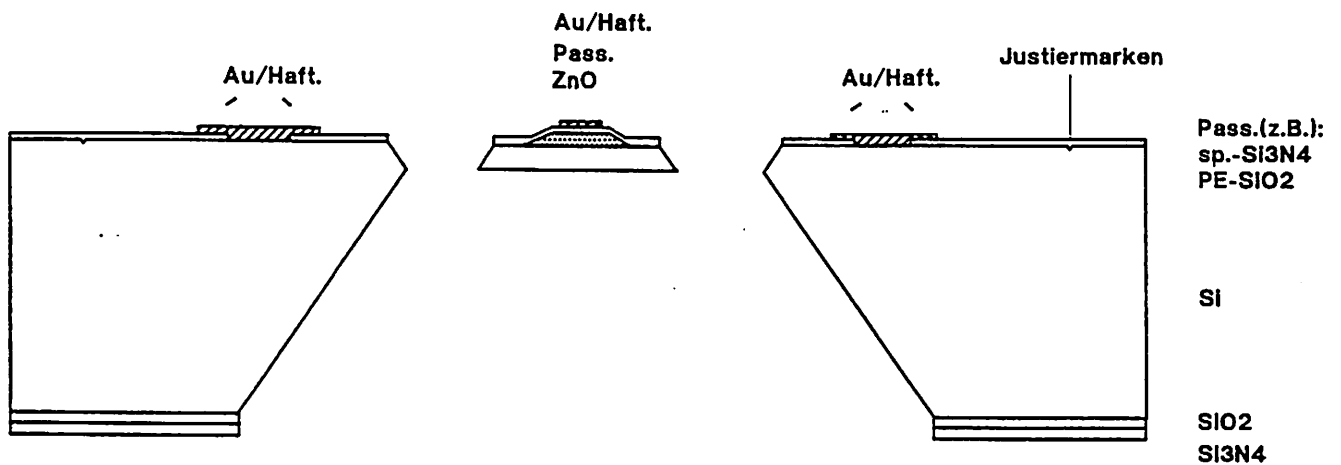
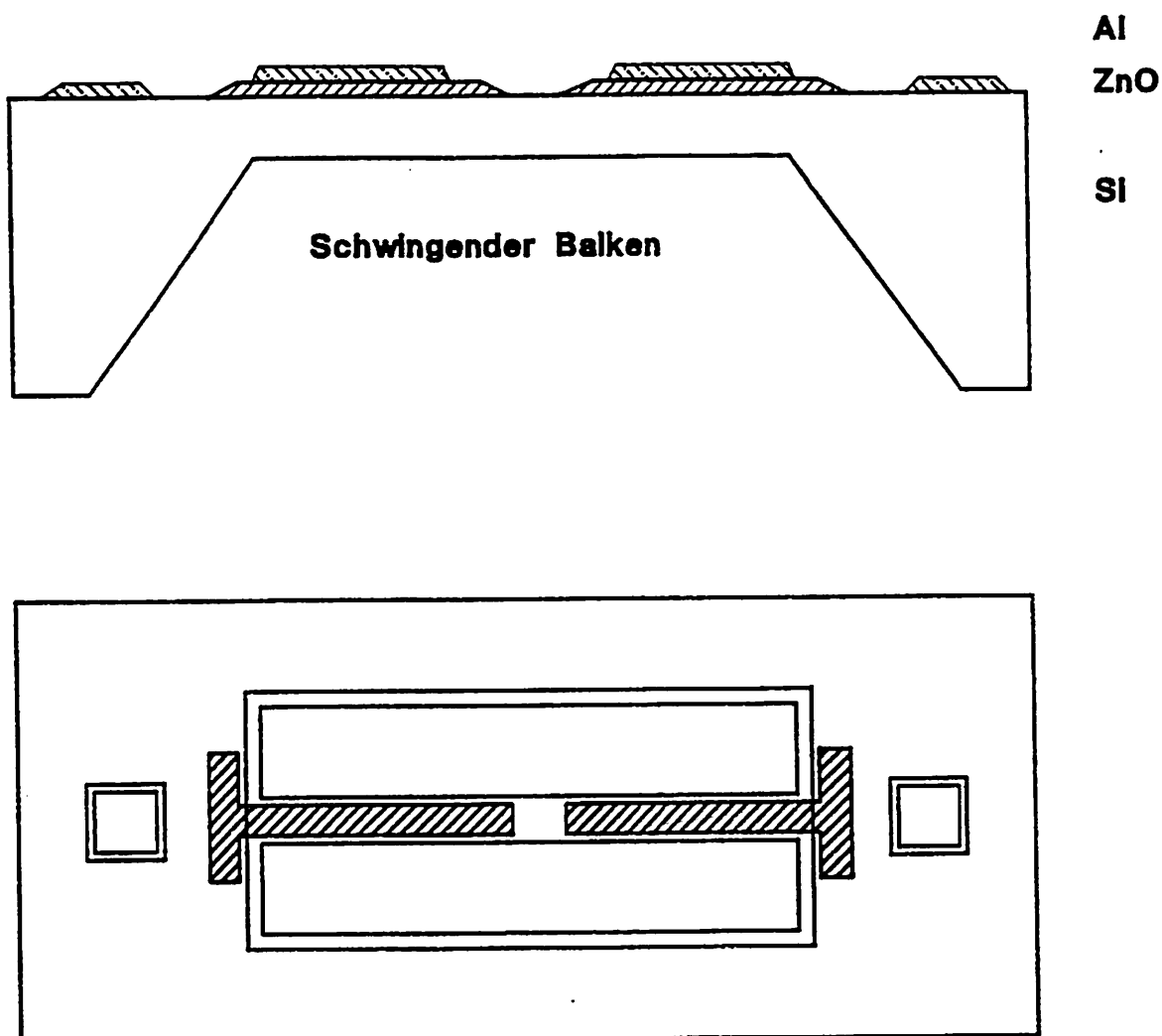


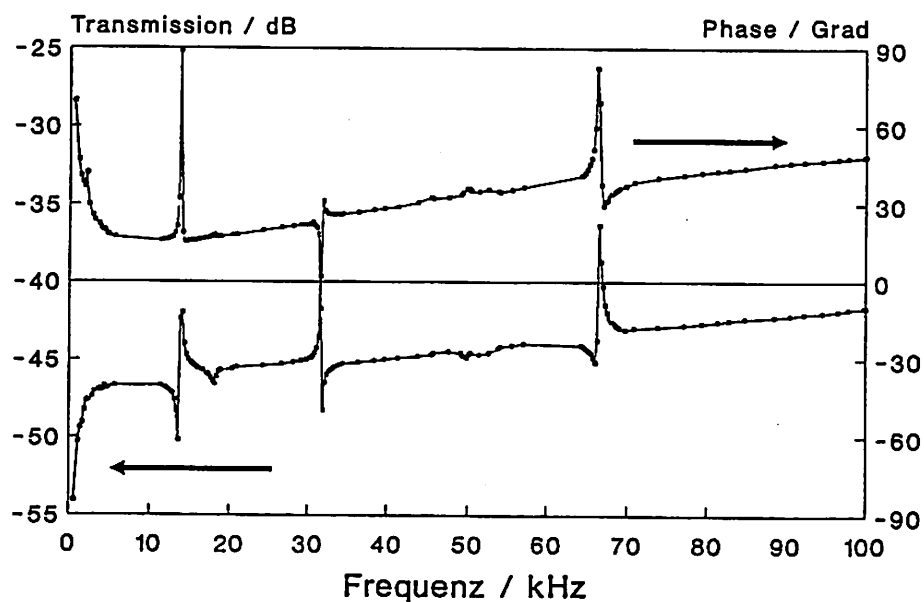
Abbildung 4



## Querschnitt und Draufsicht



Gain-Phase Kurven  
Sensor Nr. 2 ZnO



Gain-Phase Kurven  
Sensor Nr. 2 ZnO

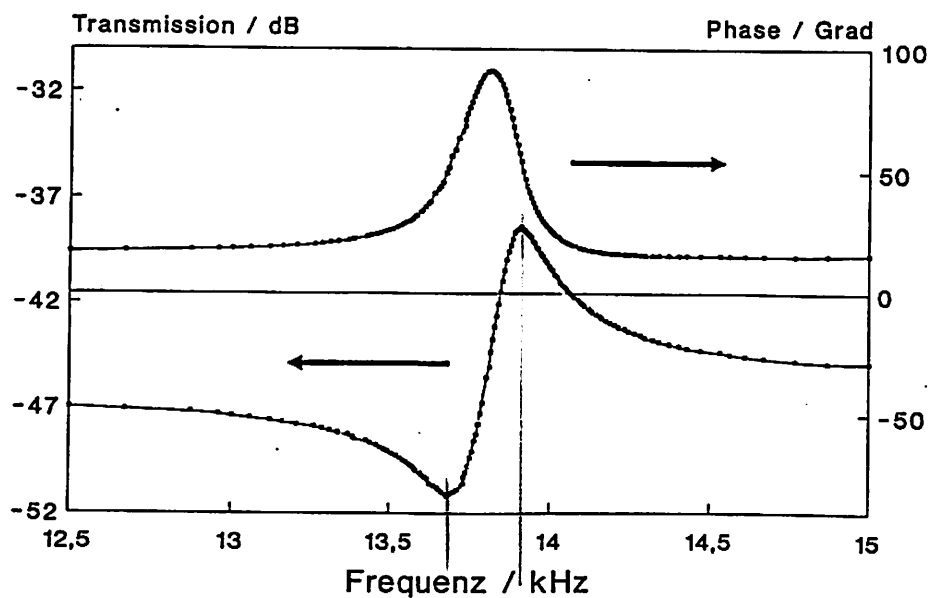


Abbildung 6

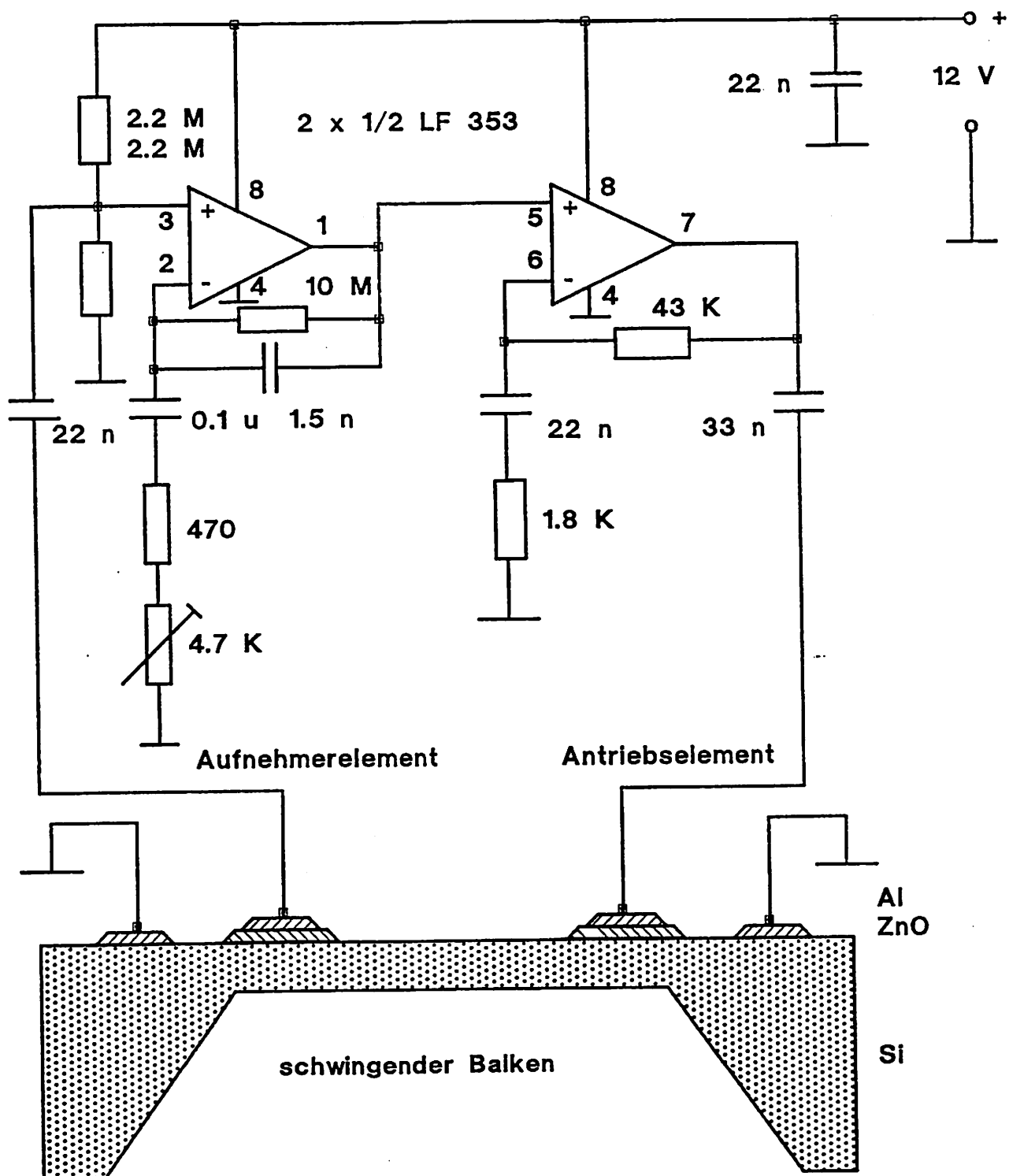


Abbildung 7