Hahn-Schickard-Gesellschaft für angewandte Forschung e.V.

Thomas Fabula, Axel Schumacher, Hans-Joachim Wagner

Zwischenbericht über die Durchführung und den Stand des Verbundvorhabens

"Einsatz der Mikromechanik zur Herstellung frequenzanaloger Sensoren"

- Förderkennzeichen: 13 AS 0114 -

Projektleiter: Dipl.-Phys. H.-J. Wagner

Berichtszeitraum: 1.7.1991 - 31.12.1991

Inhalt

[Zusammemassung	
Im Berichtszeitraum durchgeführte Arbeiten	S. 3
Weiteres konkretes Vorgehen	S. 3
II Einzeldarstellung	
1. Theoretische Untersuchungen	
 a) Analytische Untersuchungen über das dynamische Verhalten von Silizium-Membranen 	S. 4
b) Numerische Berechnungen zu a).	S. 5
c) Bewertung der Simulationsergebnisse	s. 7
2. Technologie	
2.1 Resonante Siliziumbalkenstrukturen	
a) Entwurf und Maskenerstellung	S. 9
b) Technologische Aspekte und Vorversuche zum Prozeßablauf	S. 10
2.2 Quarztechnologie	S. 16
3. Beiträge zur Meßtechnik	S. 17
4. Literatur	S. 18
III Anhang: Materialdatenliste	S. 19 - 2

I Zusammenfassung

• Im Berichtszeitraum durchgeführte Arbeiten

Es wurden dynamische Berechnungen an Siliziummembranen durchgeführt und der Einfluß der Parameter des Finite-Elemente-Modells auf die Eigenfrequenzen und Eigenschwingungsformen untersucht. Als Ergebnis kann festgehalten werden, daß analytische Rechnungen lediglich für die Membrangrobdimensionierung und als Startwerte für FEM-Berechnungen verwendet werden sollten. Nichtlineare Effekte und verschiedene Einspannbedingungen können nur numerisch exakt berechnet werden.

Der Entwurf von Siliziumbalkenstrukturen und Teststrukturen zur elektrischen Charakterisierung des Multilayer-Schichtaufbaus wurde im Berichtszeitraum abgeschlossen. Der Maskendatensatz wurde mit *Edge* erstellt und wird extern bei einem Maskshop zur Herstellung der Chrommasken verwendet.

Umfangreiche Vorversuche zum Herstellungsprozeß, der acht Lithographieschritte umfaßt, wurden an ZnO-beschichteten Siliziumproben durchgeführt. Vorversuche zum Verfahren der Laserbearbeitung mit nachfolgendem anisotropen Ätzen zeigten, daß eine Herstellung von Siliziumbalkenstrukturen mit diesem Verfahren möglich ist. Um mit dieser Technologie reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, müssen allerdings noch umfangreiche technologische Probleme gelöst werden.

• Weiteres konkretes Vorgehen

a) Simulation

Berechnung verschiedener Stegquerschnitt-Geometrien (3D-Modellierung) und deren Einfluß auf die Eigenschaften von Kraftsensoren.

Piezoelektrische FE-Berechnungen (Optimierung der Elektrodenformen, Effektivität des Anregungsmechanismus, Optimierung des Dickenverhältnisses Zinkoxid/Siliziumbalken.

b) Technologie

Erstdurchlauf des Herstellungsprozesses, Redesign der Dreifachbalkenstrukturen für Optimierung der Resonatorstruktur (Schwingungsgüte, Modenselektivität).

Prozeßbegleitende Vorversuche zum Herstellungsprozeß.

c) Meßtechnik

Gain/Phase-Messungen mit Breitbandverstärker.

II Einzeldarstellung

- 1. Theoretische Untersuchungen
- a) Analytische Untersuchungen über das dynamische Verhalten von Silizium-Membranen

Es wurden dynamische Berechnungen an Siliziummembranen durchgeführt und der Einfluß der Parameter des Finite-Elemente-Modells auf die Eigenfrequenzen und Eigenschwingungsformen untersucht. Für eine quadratische, unbelastete, fest eingespannte Membran der Kantenlänge a=9.2 mm und der Membrandicke $h=100~\mu m$ (siehe Silizium-Drucksensoren des Projektpartners BOSCH) wurden verschiedene FE-Modelle erstellt, die sich im Elementtyp, der Modellsymmetrieeigenschaften, den Materialkennwerten (isonortho-, anisotrop) und der Membraneinspannungsart unterscheiden. Die numerisch berechneten Eigenfrequenzen der verschieden komplexen FE-Modelle wurden untereinander und mit den Ergebnissen analytischer Rechnungen verglichen, um quantitative Schlüsse über die Fehlereinflüsse der verschiedenen Modellparameter zu erhalten.

Die in der Literatur angegebenen analytischen Zusammenhänge für den Auslenkungs- und Spannungszustand sowie die Resonanzfrequenzen von Membranen beruhen auf der Kirchhoffschen Theorie der Platten und Schalen und gehen von der Annahme ebener Objekte aus, deren laterale Abmessungen wesentlicher größer als deren Dicke ist [BLE 84]. Die bei der Ermittlung der Eigenfrequenzen und Schwingungsformen zu lösende Differentialgleichung (siehe z.B. [PON 91]) ist analytisch nicht exakt lösbar, so daß verschiedene Näherungsverfahren ([PON 91], [BLE 84], [YOU 50]) verwendet werden. Für eine solche Lösung wird in [BLE 84] angegeben:

$$f_{ij} = \frac{\lambda_{ij}^2}{2\pi a^2} \sqrt{\frac{Eh^2}{12\rho(1-v^2)}}$$

wobei:

E: isotroper Elastizitätsmodul,

 ν : Poissonzahl,

a,h: Seitenlänge, Dicke der Membran,

i,j: Anzahl der Halbwellen in x- bzw. y-Richtung,

 ρ : Dichte (Materialhomogenität angenommen) ist.

Die Konstante λ ist von den Einspannbedingungen und dem Seitenverhältnis der Membran abhängig und wird auch als normierte Eigenfrequenz für den jeweiligen Schwingungsmode bezeichnet. Tabelle 1 enthält eine Zusammenstellung der normierten Eigenfrequenzen einer fest eingespannten, quadratischen, homogenen Membran, wobei in [PON 91] auch die Frequenzwerte für anisotropes Materialverhalten angegeben werden:

<u>Tabe</u>	lle 1:	Eigenfrequenzen einer Siliziummembran			
		λ^2_{ij}	λ^2_{ij}	λ^2_{ij}	
Mate	rial:	isotrop	isotrop	anisotrop	
Liter	atur:	[BLE 84]	[PON 91]	[PON 91]	
Mod	e ij				
1	11	35.99	35.99	35.16	
2	21	73.41	73.39	71.91	
3	12	73.41	73.39	71.91	
4	22	108.30	108.22	104.35	
5	31	131.60	131.78	130.09	
6	13	132.20	132.41	130.67	
7	32	165.15	165.16	159.73	
8	23	165.15	165.16	159.73	
9	33		220.32	211.34	
•		•		•	

b) Numerische Berechnungen zu a).

Für die vorgegebene Silizium-Membran wurden die jeweils ersten zwölf Eigenfrequenzen berechnet und die in Tabelle 2 aufgelisteten FE-Modell-Parameterkombinationen verwendet. Die 21 unterschiedlichen FE-Modelle unterscheiden sich in der Dimension der Elemente (Schalen bzw. Volumenelemente), den speziellen ANSYS-Elementtypen (E.typ: STIF nn) und den damit verbundenen Elementansatzfunktionen, den Materialkennwerten und den Symmetrieeigenschaften. Um den Einfluß der Einspannung zu ermitteln, wurde die unendlich steife Einspannung (fest) bei Schalenmodellen mit der einer endlich steifen Bulkmaterialeinspannung (90° bzw. 54.7° Winkel) verglichen.

Tabelle 2: Übersicht der berechneten FE-Modelle

Nr.	Dim.	E.typ	Material	Symmetrie	Elemente	Knoten	1
1	2D	43 [·]	Ε, ν	Vollmem.	361	400	
2	2D	43	ortho .	Vollmem.	361	400	
3	2D	93	Ε, ν	Vollmem.	361	1160	
4	2D	93	ortho	Vollmem.	144	481	
5	3D	45	Ε, ν	Halbmem.	276	624	einlagig
6	3D	45	ortho	Halbmem.	276	624	
7	3D	95	Ε, ν	Halbmem.	128	1019	
8	3D	95	ortho	Halbmem.	276	2110	•
9	3D	64	aniso	Vollmem.	529	1152	
10	3D	45	Ε, ν	Halbmem.	384	612	dreilagig
11	3D	45	ortho .	Halbmem.	570	_. 880	·
12	3D	95 -	ortho	Halbmem.	144	941	•
13	3D	64	aniso	Viertelmem.	192	324	
14	3D	64	aniso	Halbmem.	570	880	
15	3D	64	aniso	Vollmem.	588	900	
16	3D	64	aniso	Vollmem.	1587	2304	Referenzmodell
Varie	ation de	r Finsos	annungsart:		•• ••		
17	3D	64	aniso	Viertelmem.	256	578	fest
18	3D	64	aniso	Viertelmem.	960	1700	bulk (90°)
19	3D	64	aniso	Viertelmem.	672	1188	bulk (54.7°)
20	3D	64	ortho	Viertelmem.	960	1700	bulk (90°)
21	3D	64	aniso	Viertelmem.	•	1700	bulk (54.7°)

Die jeweils verwendeten Materialkennwerte betrugen (siehe auch im Anhang):

$$E = 1.689e11 Pa$$

$$\nu = 0.0625$$

$$E_x = E_y = 1.689e11 Pa$$

$$\nu_{xy}=0.0625$$

$$E_z = 1.300e11 \text{ Pa}$$

$$\nu_{xz} = \nu_{yz} = 0.278$$

$$c_{11} = 1.674e11 Pa$$

$$c_{12} = 0.652e11 Pa$$

$$c_{44} = 0.796e11 Pa$$

Die Komponenten c_{ij} des Elastizitätsmoduls für Silizium beziehen sich auf die <100>- Kristallrichtung, d.h., das Koordinatensystem der finiten Elemente wurde um 45° bezüglich der [110]-Richtung um die z-Achse gedreht. Ein Vergleich der anisotropen Rechnungen mit den isotropen ergibt, daß in guter Näherung für <100>-orientierte, entlang der [110]-Kante (Flatrichtung) ausgerichtete Silizummembranen mit den isotropen Materialkennwerten E=1.689e11 Pa und $\nu=0.0625$ sowohl statische als auch dynamische Problemberechnungen durchgeführt werden können.

c) Bewertung der Simulationsergebnisse

In Tabelle 3 sind die Ergebnisse der numerischen Berechnungen zusammengetragen. Als Vergleichsbasis ist das mit dem höchsten Rechenaufwand erstellte Modell (Nr. 16) verwendet worden. Bei diesem FE-Modell wurde die volle Materialanisotropie der Elastizitätsmoduln und die 54.7°-Randeinspannung infolge der {111}-Ebenen berücksichtigt. Zusätzlich wurde die gesamte Membran (Vollmembran) modelliert, um auch die unsymmetrischen Schwingungsformen mit zu erfassen. Eine detaillierte Beschreibung der einzelnen Modelleinflüsse ist in [SCH 92] enthalten.

Die angegebenen Angaben stellen die mittleren Abweichungen für die Resonanzfrequenzen der ersten zwölf Schwingungsmoden dar. Die Angaben in den Klammern beziehen sich auf die Resonanzfrequenz des Grundmodes f_{11} . So beträgt beispielsweise die maximale Abweichung für den Grundmode zwischen einer isotropen, analytischen Berechnung und einer möglichst exakten numerischen FE-Berechnung (vgl. Modell Nr.16) in der Summe etwa 10%. Dieser Wert nimmt für die höheren Schwingungsmoden erheblich zu (Faktor 2 - 3), so daß die vereinfachenden, analytischen Rechnungen lediglich für die Membrangrobdimensionierung und als Startwerte für FEM-Berechnungen dienen sollten. Nichtlineare Effekte und verschiedene Einspannbedingungen können nur noch numerisch exakt berechnet werden.

<u>Tabelle 3:</u> Vergleich der Fehlereinflüsse auf die Resonanzfrequenzen

Vernetzungsgüte:

- bei zu grober Finite-Elemente-Vernetzung beträgt der Fehler > 20 %
- bei feiner Vernetzung, d.h. Elementlänge/Membranseitenlänge < 1/10, ist der Restfehler < 3 %

Einspannungsart:

- fest ⇔ Rand rechtwinklig:	< 1.5 %	
- Rand rechtw. ⇔ Rand 54.74°:	< 0.6 %	 7 1
- fest ⇔ Rand 54.74°:	< 2.3 %	2, 3
_		•

Materialkennwerte:

- • ,
J. 1

Membransymmetrie:

		•		
- Viertelmem. ⇔ Vollmem.:	< 4.0 %	(1.6 %)		7,6
- Halbmem. ⇔ Vollmem.:	< 0.2 %	(0.2 %)		1 (
- Vierteimem. W Halomem		•	•	•
- Viertelmem. ⇔ Halbmem.:	< 3.6 %	(1.8 %)	•	•

Elementlagen: bei Volumenmodellen

- einlagig	⇒ dreilagig:	•	3.1 %	(1.6 %)		71770
	•				•	
:	•				•	

Grundmodell:

5.5 %	(0.1 %)
4.1 %	(0.8 %)
9.8 %	(0.9 %)
	4.1 %

0.9

2. Technologie

2.1 Resonante Siliziumbalkenstrukturen

a) Entwurf und Maskenerstellung

Der Entwurf von Siliziumbalkenstrukturen und Teststrukturen zur elektrischen Charakterisierung des Schichtaufbaus wurde im Berichtszeitraum abgeschlossen. Für den im letzten Bericht erwähnten Prozeßablauf sind insgesamt 8 Masken notwendig.

Der Maskendatensatz wurde im Datenformat GDSII mit dem Maskenprogramm Edge (Fa. Cadence) erstellt. Dieser Maskendatensatz wird extern in einem kommerziellen Maskshop (Universität Chemnitz) mittels Pattern-Generator-Verfahren zur Herstellung der Belichtungsmaskensätze verwendet.

Die Verteilung der Siliziumbalkenstrukturen DROSO(2-9) sowie der Testfelder TF3, der Justierfelder ALI4 und der Testmembranen MEM(1,2) sind in Abbildung 1 dargestellt.

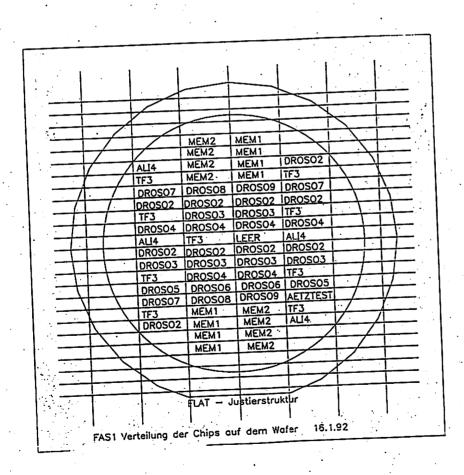


Abb. 1: Verteilung der Chips auf dem Siliziumwafer

- Auf jedem Wafer (Ø = 100 mm) sind jeweils noch ein Ätztest-Chip für die Tiefenätzung in KOH und ein Leerchip vorgesehen. Der Randbereich des Wafers ist so gestaltet, daß eine Ätzhalterung zum einseitigen Ätzen verwendet werden kann.
 - Die Siliziumbalken-Chips DROSO 2 DROSO 9 mit den Außenabmessungen 15 x 3,75 mm enthalten Teststrukturen mit den Spezifikationen:
 - Einfachbalkenstrukturen mit den Balkenlängen l=3,4,5 mm, der Balkendicke $t=25~\mu m$ und der Balkenbreite $w=400~\mu m$.
 - Dreifachbalkenstrukturen mit den Balkenlängen l=3, 4, 5 mm; $t=25 \mu m$; $w=400 \mu m$ (Innenbalken) bzw. $w=200 \mu m$ (Außenbalken).
 - ZnO-Bedeckung der Balkenenden (am Übergangsbereich zum Bulkmaterial): jeweils
 17, 20 und 23% der Länge des Balkens.

Die ZnO-Bedeckung der Balkenenden ist schematisch in Abbildung 2 dargestellt.

b) Technologische Aspekte und Vorversuche zum Prozeßablauf

• Justiermarkenerkennung von prozessierten Wafern im Maskaligner

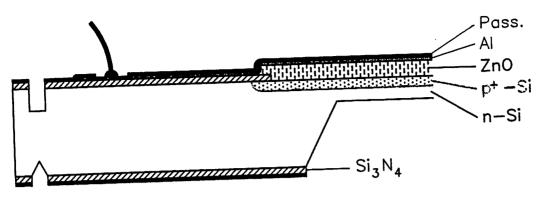
Der Herstellungsprozeß der Siliziumbalkenstruktur erfordert bei einem Lithographieschritt eine Justiermarkenerkennung durch eine mehrere Mikrometer dicke Zinkoxidschicht hindurch.

Vorversuche zeigten, daß bei der geeigneten Wahl der Sputterparameter eine 100 nm tiefe Stufe einer im thermischen Oxid geätzten Grabenstruktur durch eine mehrere μ m dicke, transparente ZnO-Schicht im Mikroskop deutlich zu erkennen ist (siehe Abbildung 3).

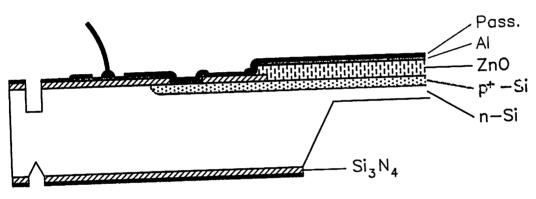
• Löslichkeit von ZnO in DI-Wasser

Eine ZnO-beschichtete Siliziumprobe wurde bei Raumtemperatur 5 min in DI-Wasser getaucht. Anhand einer auf der Probe befindlichen Stufe konnte nach dem Wässerungsprozeß keine Abnahme der Stufenhöhe gemessen werden.

Kontaktierung obere Elektrode



Kontaktierung untere Elektrode



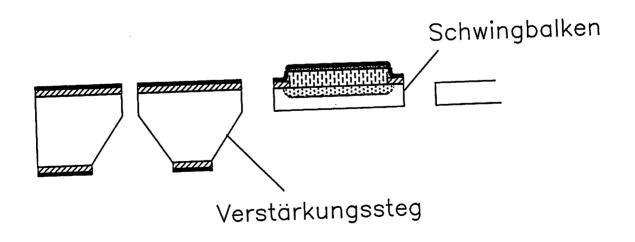


Abb. 2: ZnO-Bedeckung der Balkenenden (schematisch).

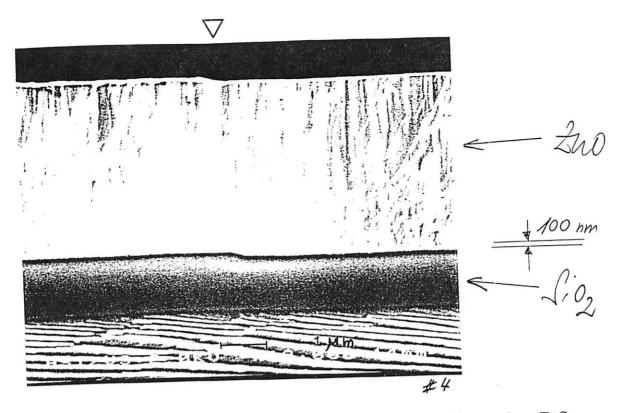


Abb. 3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Bruchkante eines ZnObeschichteten Siliziumwafers. In die thermische Oxidschicht wurden vor der ZnO-Beschichtung 100 nm tiefe Stufen geätzt. In der Bildmitte ist die Stufenabbildung an der ZnO-Oberfläche zu sehen.

Photolithographische Strukturierung von ZnO

Ein ZnO-beschichteter Wafer durchlief folgenden Photolithographieprozeß:

- 1) Reinigen mit Aceton auf Lackschleuder.
- 2) Belacken (AZ 1518, 4000 U/min).
- 3) Softbake (Hotplate, 95 °C, 2 min).
- 4) Belichten (10 sec) mit Maske "SP-Mask".
- 5) Entwickeln (30 sec in AZ-Developer 1:1).

Die Entwicklungszeit wurde minimal gehalten, da der basische Entwickler auch die unter dem belichteten Fotoresist befindliche Zinkoxidschicht angreift [VEL 90].

- 6) Wässern (2 min).
- 7) Trockenschleudern bei 4000 U/min.
- 8) Hardbake (Hotplate, 115 °C, 2 min).
- 9) Vermessen der Stufenhöhe im Fotoresist. Durch Differenzmessung ist hier auch der Ätzangriff des Entwicklers auf die ZnO-Schicht zu ermitteln.

10) Ätzen in ZnO-Ätze.

Zur Durchführung von Ätzversuchen von dünnen ZnO-Schichten wurde folgende Ätzlösung verwendet:

 $15ml\ H_3PO_4 + 15ml\ CH_3COOH + 470ml\ H_2O\ (\approx 1+1+30)$

Diese Lösung ätzte 5 μ m ZnO in ca. 1,5 min bei 22 °C. Daraus folgt eine Ätzrate von 3,3 μ m/min. Silizium wird von dieser Lösung offenbar nicht angegriffen.

- 11) Wässern (2 min).
- 12) Entfernen des Fotoresist mit Aceton auf Lackschleuder.
- 13) Vermessen der Stufenhöhe im ZnO.

Ergebnis: Kein meßbarer Ätzangriff.

- ⇒ Die Acetonreinigung ist unkritisch.
- ⇒ Der Entwicklungsprozeß in AZ-Developer ist kritisch.

• Naßchemisches Ätzen dünner ZnO-Schichten

An Testsubstraten wurden Ätzversuche von dünnen ZnO-Schichten durchgeführt:

Trägersubstrat: <100>-Siliziumwafer, 3", 380 μ m dick.

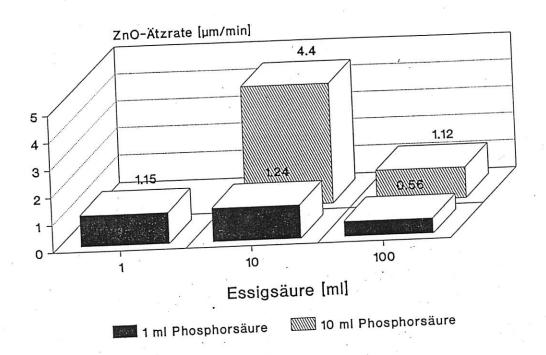
Dicke der ZnO-Schicht: 3,3 ... 3,7 μ m.

Ätzlösungen: Mischungen aus Phosphorsäure (85%), Essigsäure (100%) und DI-Wasser bei 21 °C.

Aus dem Ausgangssubstrat wurden durch Ritzen und Brechen Testsubstrate mit darauf befindlichen ZnO-Stufen hergestellt. Die Bruchstücke wurden nochmals gereinigt (Tickopur R 30 in DI-Wasser und Ultraschall), anschließend gewässert und im Trockenofen bei 100 °C getrocknet und ausgeheizt. Anschließend wurden die ZnO-Schichtdicken vermessen.

Sämtliche Ätzversuche wurden bei ständiger Bewegung der Ätzlösung durchgeführt (entweder von Hand oder mit Magnetrührer). Eine Kontrollmessung in unbewegter Flüssigkeit (Probe am Boden liegend mit Schichtseite nach oben) ergab eine ca. 4,4-fache Ätzdauer in derselben Ätzlösung. Daraus folgt, daß die Bewegung der Ätzlösung einen wesentlichen Einfluß auf das Ätzverhalten hat. Dies ist auch daran zu erkennen, daß bei sämtlichen Ätzversuchen die Ätzraten am Substratrand am größten waren.

Die Bestimmung der Ätzrate erfolgte durch Ermittlung der Abtragzeiten der gesamten Schichtdicken.



Anteile in 100 ml Wasser

ZnO + [H₃PO₄ (85%), CH₃COOH (100%), H₂O]_{121 °C}

Abb. 4: Ätzrate von Zinkoxid in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Ätzlösung.

Ergebnisse der Ätzversuche:

- Die Ätzrate steigt mit steigendem Phosphorsäuregehalt.
- Die Ätzrate nimmt mit zunehmendem Essigsäuregehalt ab.
 - ⇒ Essigsäure wirkt als Puffer.
- Rühren steigert die Ätzrate um ca. Faktor 4.
 - ⇒ Die Ätzreaktion ist diffusionsbegrenzt.

• Versuche zur Balkenherstellung mittels Laserschneiden von Silizium-Membranen Das Schneiden von Silizium-Membranen mit Festkörperlasern stellt ein maskenloses Verfahren dar, das ohne den Einsatz aggressiver Ätzmedien auskommt. Somit ist das Laserschneiden als Alternative zu Trockenätzprozessen zur Separierung von ZnO-beschichteten Silizium-Membranstrukturen denkbar.

Mit einem gepulsten Nd:YAG-Laser mit Q-Switch zur Pulsleistungs/Pulsdauer-Verbesserung wurden Schneidversuche zur Herstellung von freitragenden Balkenstrukturen in dünngeätzten Silizium-Membranen durchgeführt. Abb. 2 zeigt die REM-Aufnahme eines lasergeschnittenen Balkens in einer Silizium-Membran (Dicke: $50~\mu m$).

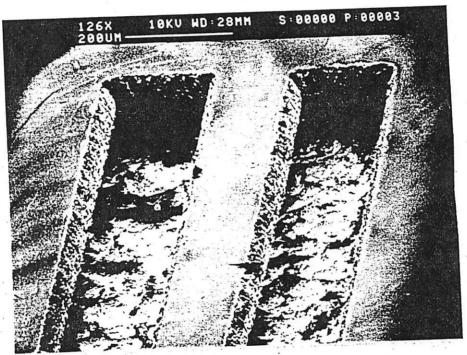


Abb. 4: Balkenstruktur in einer 50 μ m dicken Siliziummembran, hergestellt mit einem Nd:YAG-Laser mit Q-Switch.

Laserparameter: Pulsenergie: 4 mJ

Pulsdauer: 200 ns

Pulsfrequenz: 1 kHz

Strahldurchmesser: ca. 10 μ m

Leistungsdichte: ca. 1 GW/cm²

Vorschubgeschwindigkeit: 200 μm/s

Positioniergenauigkeit: 1 μm

Herstellung von monolithischen Balkenstrukturen in <110>-Silizium durch Laserbearbeitung und anisotropes Ätzen

Durch Laserbearbeitung von geeignet maskierten <110>-Siliziumsubstraten und anschließendem anisotropen Ätzen ist es möglich, ohne die Verwendung von Ätzstoppschichten freistehende Balkenstrukturen aus Silizium herzustellen. Das Verfahren beruht auf der gleichzeitigen Erzeugung von zwei parallel angeordneten, teilweise geschlossenen Mikrokanalstrukturen, die sich bei geeignetem Abstand überlagern (siehe Abbildung 5). Die Abbildung 6 zeigt eine REM-Aufnahme einer monolithischen Balkenstruktur in <110>-Silizium.

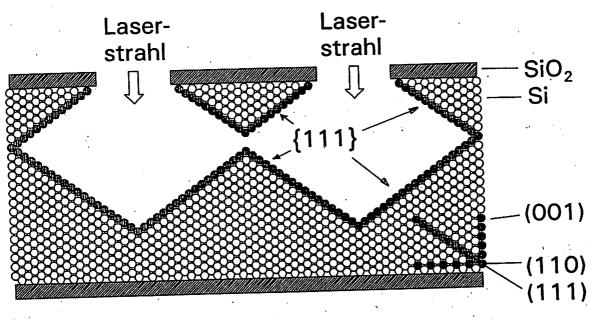


Abb. 5: Schematische Darstellung einer monolithischen Balkenstruktur in <110>Silizium, hergestellt durch Laserbearbeitung und anisotropes Ätzen

2.2 Quarztechnologie

Weitere Belackungsversuche von quadratischen 1,5"-Quarzblanks mit Hilfe eines mikromechanisch hergestellten Si-Belackungschuck wurden durchgeführt. Diese Versuche zeigten, daß bei der Belackung die vier Blankkanten-Flächen mitbelackt werden und dadurch Haftprobleme bei der nachfolgenden Rückseitenbelackung auftreten. Diese können durch ein Redesign des Si-Belackungschucks möglicherweise behoben werden. Ein kompletter Prozeßdurchlauf des Quarz-Drucksensors des Verbundpartners MotoMeter

Ein kompletter Prozeßdurchlauf des Quarz-Drucksensors des Verbundpartners WotoWeter konnte trotz dieser Einschränkung durchgeführt werden.

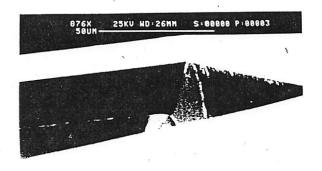


Abb. 6: REM-Aufnahme einer monolithischen Balkenstruktur in <110>-Silizium.

3. Beiträge zur Meßtechnik

• Charakterisierung resonanter Strukturen mittels optischer Meßtechnik

Am Hahn-Schickard-Institut in VS-Villingen wurden die optischen Meßsysteme UBM-Autofocussystem und POLYTEC-Laservibrometer aufgebaut und in Betrieb genommen. Mit diesen Meßsystemen wurden Resonanzfrequenzen, Schwingungsformen und absolute Amplitudenspektren von resonanten Sensorstrukturen der Verbundpartner HSI (Si-Dreifachbalkenstrukturen), Bosch (ZnO-beschichtete Silizium-Membranen) und MotoMeter (strukturierte Quarz-Membranen) vermessen.

Literaturverzeichnis

- [BLE 84] Blevins, R.D.: Formulas for natural frequency and mode shapes.

 R.E. Krieger Publishing Company, Malabar/Florida (1984)
- [PON 91] Pons, P.; Blasquez, G.: Natural vibration frequencies of silicon diaphragms. Proc. 6th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators (Transducers '91), San Francisco, CA, USA, June 23-27 1991, pp. 543-546
- [SCH 92] Schroth, A.: Modellierung mikromechanischer Membranen.
 Diplomarbeit, TU Chemnitz (1992)
- [VEL 90] Vellekoop, M.J.; Visser, C.C.G.; Sarro, P.M. und Venema, A.:

 Compatibility of Zinc Oxide with IC Processing. Sensors and Actuators,

 A21 A23 (1990) 1027
- [YOU 50] Young, D.: Vibration of rectangular plates by the Ritz method.

 Journal of Applied Mechanics, Dec., (1950) S.448-453

ANHANG: Materialdatenliste

Die folgende Zusammenstellung enthält die wichtigsten Materialdaten von:

- Silizium (einkristallin)
- Quarz (einkristallin)
- Zinkoxid (polykristallin)

Sofern Datenmaterial vorhanden war, wurde die Unterscheidung Dünnschicht-Eigenschaften bzw. Bulkmaterial-Eigenschaften getroffen. Die Hauptliteraturquelle für die Materialdaten ist die Reihe Landolt-Börnstein (z.B. Zinkoxid: LB III/17, Kap. 3.5, S.35 ff) sofern nicht anders angegeben. Sonstige Materialangaben sind den jeweils erwähnten Veröffentlichungen entnommen. Alle Materialdaten beziehen sich auf Raumtemperatur (T = 20 °C), sofern nicht anders angegeben.

Stand: 1/92, wird laufend ergänzt

Silizium

Knoophärte:

(Bezugstemperatur: T = 25 °C)

Elastizitätsmoduln [1	0e11 Pa]:	Elastizitätskoe	effizienten [10e-12 Pa ⁻¹]:
$c_{11} = 1.658 \text{ [Lan 82]}$		$s_{11} = 7.68 [L]$	an82]
$c_{11} = 1.657 [Sze83]$		$s_{11} = 7.74 \text{ [H]}$	[eu89]
$c_{11} = 1.650 \text{ [Hue89]}$		$s_{11} = 7.691$	Bus89]
$c_{11} = 1.6564$ [Bus89]	ľ		
			•
$c_{12} = 0.639 \text{ [Heu89]}$		$s_{12} = -2.14 \text{ [L]}$	an82]
$c_{12} = 0.6394 $ [Bus89]]	$s_{12} = -2.16 \text{ [H]}$	Ieu89]
C.2 = 63,9 (I	on 12]	$s_{12} = -2.142$ [Bus89]
$c_{44} = 0.796 [Lan82]$		$s_{44} = 12.56 [I]$	_an82]
$c_{44} = 0.792 [Heu89]$		$s_{44} = 12.577$	[Bus89]
$c_{44} = 0.7951$ [Bus89]]		
	Si(100)	Si(110)	Si(111)
E-Modul [10e11 Pa]	1.301	1.691	1.8785 [Eng89]
	1.300	1.6896	- [Bus89]
**************************************	1.30-169	1.30-1.87	1.69 [Heu91]
	1.304	1.695	1.883 [Ove77]
	w		
Poissonzahl v:	0.064-0.279	0.143-0.384	0.262 [Heu89]
	0.2785	0.06247	- [Bus89]
	0.2767	0.2098	0.1776 [Ove77]
$E/(1-\nu)$	181 GPa	·=-	229 GPa [Heu89]
	- 8	X a	
Dichte:	2329	$[kg/m^3]$	
Dichteänderung bei	Bordotierung:	3 kg/m³ pro	1 % Dotierung [Eng89]
			STORY .

1150 kg/mm² [Büt91]

Thermischer Ausdehnungskoeff.: 2.54e-6 K-1 [Büt91]

2.33e-6 K-1 [Heu89]

α [10e-6 K ⁻¹]	Temperatur	[Bus89]
- 0.472	80 K	
≈ 0	120 K	
2.223	260 K	
2.432	280 K	
2.616	300 K	19
3.253	400 K	

Temperaturkoeffiezienten der E-Moduln:

 $K(c_{11}) = -94 \text{ ppm/K}$ [Lan82]

 $K(c_{12}) = -98 \text{ ppm/K}$

 $K(c_{44}) = -83 \text{ ppm/K}$

Spezifische Wärmekapazität: 703 J/kg/K [Büt91]

678 J/kg/K [Bus89]

Wärmeleitfähigkeit: 156 W/m·K [Büt91]

157 W/m·K [Heu89]

Bruchspannung:

Silizium ist ein sprödes Material und zeigt unterhalb von 500° - 600°C keine plastische Verformung, d.h. die Streckgrenze fällt mit der Bruchspannung zusammen [Heu89]. Die experimentell ermittelten Bruchspannungen liegen erheblich unterhalb (z.T. einige Zehnerpotenzen) der Trennfestigkeit eines idealen Kristalls $\sigma_{th} \approx 10^{-1}$ E. Die in [Ove77] untersuchten Silizium-Proben brechen spröde ohne Anzeichen von makroskopischer Verformung unterhalb von 700°C. Die Ursache für die Verminderung der experimentell ermittelten Bruchspannungen ist in Oberflächenschädigungen (Kerbwirkungen), mikroskopischen Rissen, Kristallversetzungen und Leerstellen sowie Kristallgitterverunreinigungen (Dotierung) zu sehen. Die veröffentlichten Daten schwanken daher sehr stark und sind von den Silizium-Proben und den Meßbedingungen abhängig.

Bruchspannungen für Si(100): [Heu89]

- Whisker (250 μ m Durchmesser):

1 - 5 [GPa] (Mittelwert = 2.26 [GPa])

- Bulkmaterial (> 0.1 mm):

0.35 [GPa]

- chem.-mech. poliert:

2.8 [GPa]

(Maximalwert = 6.9 [GPa])

- Oberflächenschädigungen ($> 3 \mu m$):

0.3 - 0.4 [GPa]

Bruchspannungen für Si(111): [Ove77]

- Bulkmaterial:

0.2 [GPa] (für -200° < T < 400° C)

0.3 [GPa] (für $T = 800^{\circ} C$)

 $0.4 \text{ [GPa]} \text{ (für T} = 1000^{\circ} \text{ C)}$

0.6 [GPa] (für T = 1100° C)

- Maximalwert:

 $0.8 \text{ [GPa]} \text{ (für T} = 700^{\circ} \text{ C)}$

Quarz

Elastizitätsmoduln:

$$c_{11} = 0.867 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{11} = 0.868 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{12} = 0.070 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{12} = 0.0704 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{13} = 0.119 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{13} = 0.1191 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{14} = -0.179 \cdot 10e11 \text{ Pa}$$

$$c_{14} = -0.1804 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{33} = 1.072 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{33} = 1.0575 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{44} = 0.579 \cdot 10e11 Pa$$

$$c_{44} = 0.5820 \cdot 10e11 Pa$$

Elastizitätskoeffizienten:

$$s_{11} = 12.77 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Bri85]

$$s_{11} = 12.777 \cdot 10e-12 \text{ Pa}^{-1} \text{ [Tic80]}$$

$$s_{12} = -1.79 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Bri85]

$$s_{12} = -1.807 \cdot 10e - 12 Pa^{-1} [Tic80]$$

$$s_{13} = -1.22 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Bri85]

$$s_{13} = -1.235 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Tic80]

$$s_{14} = 4.50 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Bri85]

$$s_{14} = 4.521 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Tic80]

$$s_{33} = 9.60 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Bri85]

$$s_{33} = 9.735 \cdot 10e - 12 Pa^{-1} [Tic 80]$$

$$s_{44} = 20.04 \cdot 10e - 12 Pa^{-1}$$
 [Bri85]

$$S_{44} = 19.985 \cdot 10e-12 \text{ Pa}^{-1} \text{ [Tic80]}$$

Dichte:

2650 kg/m^3

Therm. Ausdehnungskoeff.:

Piezoelektrische Koeffizienten:

$$d_{11} = 2.310 \cdot 10e - 12 \text{ C/N [Büt91]}$$

$$d_{11} = 2.300 \cdot 10e - 12 \text{ C/N [Tic80]}$$

$$d_{14} = -0.727 \cdot 10e - 12 \text{ C/N [Büt91]}$$

$$d_{14} = -0.670 \cdot 10e - 12 \text{ C/N [Tic80]}$$

Zinkoxid

Herstellung:

Dioden-, Trioden-, Magnetron-Sputtern;

DC-, RF- Anregung

1-telia } Squake

(= (-Ache)

Abscheidungstemp.:

 $T_s = 400 - 450$ °C

Materialart:

polykristallin

Kristallart:

 C_{6v}

Symmetic: 6 mm 3 hexagonal

Bulkdaten: Kristall

Dichte:

$$\rho = 5675.26 \text{ kg/m}^3 \text{ (T} = 293 \text{ K)}$$

Isotrope Steifigkeitseigenschaften:

E-Modul:

E_s = 127 GPa, (senlæcht c-Achse) [Fli91]

 $E_p = 200 \text{ GPa}, \text{ (parallel c-Achse)}$

Poissonzahl:

 $\nu = 0.36$

Schmelzpunkt:

 $T_m \approx 2300 \text{ K}$

(10-50 atm)

Thermischer Ausdehnungskoeffizient: (interferometrische und kapazitive Meßmethode)

- parallel c-Achse:

 $\alpha_{\rm p} = 2.92 \text{e-}6 \text{ 1/K}$

(T = 300K)

- senkrecht c-Achse:

 $\alpha_{\rm s} = 4.75 {\rm e}{-6} {\rm 1/K}$

(T = 300K)

Thermal conductivity kappa x: (steady-state longitudinal heat flow),

wobei:
$$x_{average} = 1/3 (2*x_{11} + x_{33})$$

Thermische Ausdehnungskoeffizienten (parallel, senkrecht zur c-Achse):

T (K)	$\alpha_{\rm p}$ (1/K)	α_s (1/K)
9	-0.18e-7	-0.09e-7
13	-0.59e-7	-0.26e-7
17	-1.20e-7	-0.60e-7
22.5	-2.50e-7	-1.45e-7
30	-4.80e-7	-2.70e-7
40	-7.20e-7	-4.10e-7
60	-8.85e-7	-5.15e-7
80	-8.65e-7	-3.80e-7
100	-6.20e-7	0.40e-7
120	-1.60e-7	6.40e-7
150	5.00e-7	16.9e-7
200	15.1e-7	28.8e-7
250	22.5e-7	39.0e-7
300	29.2e-7	47.5e-7
400	38.2e-7	60.7e-7
500	43.8e-7	71.5e-7
600	47.0e-7	78.5e-7
700	49.0e-7	81.3e-7
800	49.8e-7	83.0e-7

 $\begin{array}{lll} c_{ij} : elastic \ moduli \ c^E \ (*10^{10} \ dyn/cm^2), \ T = 25 ^{\circ}C \\ (5 \ unabhängige \ Komponenten: \ c_{66} = (c_{11} - c_{12})/2) \\ c_{11} = 209.7 \ / \ 207.0 & c^D_{11} = 209.6 \\ c_{12} = 121.1 \ / \ 117.7 & c^D_{12} = 120.4 \\ c_{13} = 105.1 \ / \ 106.1 & c^D_{13} = 101.3 \\ c_{33} = 210.9 \ / \ 209.5 & c^D_{33} = 221.0 \\ c_{44} = 42.47 \ / \ 44.48 & c^D_{44} = 46.1 \end{array}$

 $(c_{66} = 44.29 / 44.60)$

C₁₁ = 2,10 C₁₂ = 1,21 C₁₃ = 1,05 C₃₃ = 2,11 C₄₄ = 0,42 C₆₆ = 0,44 C₆₆ = 0,44 C₆₆ = 0,44

 $C_{11} = C_{22}$ $C_{13} = C_{23}$ $C_{44} = C_{55}$ 25

Cyy = Css.

Ts;; : temp.coeff. of elastic constants (1/K)

$$Ts_{11}^{E} = 7.5e-5$$

$$Tc^{D}_{33} = -12.3e-5$$

$$Ts_{12}^{E} = 5.4e-5$$

$$Tc^{D}_{44} = -6.9e-5$$

$$Ts_{44}^{E} = 7.1e-5$$

 d_{ij} : piezoelectrical coeff. (+10⁻¹² m/V), RT

$$d_{15} = -8.3 / -\overline{10}...-13 / -13.9 / -8.3$$

$$d_{31} = -5 / -4.7 / -5.2 / -5.12$$

$$d_{33} = 12.4 / 12 / 10.6 / 12.3$$

e;; : piezoelectrical moduli (As/m²), RT

$$e_{15} = -0.353 / -0.443 / -0.59 / -0.37$$

$$e_{31} = -0.351 / -0.294 / -0.61 / -0.62$$

$$e_{33} = 1.56 / 1.51 / 1.14 / 0.96$$

 \boldsymbol{k}_{ij} : electromechanical coupling factor, RT

$$k_{15} = -0.316 / 0.285 / 0.196 / 0.199$$

$$k_{31} = 0.182 / -0.220 / -0.189 / 0.181$$

$$k_{33} = 0.400 / 0.472 / 0.408 / 0.480 / 0.466$$

$$k_t = 0.310 / 0.280 / 0.282 / 0.38 / 0.225$$

$$d_{35} = d_{24}$$
 $d_{31} = d_{32}$

(Scherung)

(thickness coupling factor)

p: pyroelectric constants (10e-10 As/cm²K), T = 300 K

pe parallel
$$c = -10$$

px parallel
$$c = -9.3$$

 ε_{ij} : dielectric permittivity, RT

$$\varepsilon_{11}^{T} = 9.26$$

$$\varepsilon^{\mathrm{T}}_{33} = 11.0$$

$$\varepsilon_{11}^{s} = 8.33$$

$$\varepsilon_{33}^{S} = 8.84$$

 β_{ij} : impermeability, RT

$$\beta^{\text{T}}_{33} = 0.122$$

relative dielect

€0 = 8,854. 10-12 A.S

E33 = 7,26 - 10-11 (bill) E23 = 8,854 10-14 (this File)

ZnO-Dünnschicht-Daten

Schichtspannungen:

20 MPa.....einige GPa, abhängig von Sputterparametern

sowohl Zug- als auch Druckspannungen

 $\sigma = 0.1 - 0.5 \text{ GPa}$ (Schichtdicke: 1 - 5 μ m) [Fli91]

[Tij91] 170 MPa (Schichtdicke: 1.6 μm)

300 MPa (Schichtdicke: 0.4 μm)

24*1010 Pa (Schichtdicke: 1.6 μm) E-Modul:

[Tij91]

15*10¹⁰ Pa (Schichtdicke: 0.4 μm)

Widerstand:

1 Ωcm.....1012 Ωcm, kann abhängig von Sputterparametern

in großem Bereich eingsetellt werden.

[Fli91] $\Omega = 3.10e7 - 3.10e10 \text{ Ohm} \cdot \text{cm}$

 $R = 2.9 \cdot 10e12 \text{ Ohm (Fläche} = 4.9 \cdot 10e-5 \text{ cm}^2)$ [Pol84]

Relative Dielektrizitätskonst.:

 $\varepsilon = 10.3$

[Pol85]

Pyroelektrische Koeff.:

 $p^{\sigma} = 1.4e-9 \text{ C/K} \cdot \text{cm}^2 \text{ (Dicke: } 1 \mu\text{m)}$

[Mul87]

[Heil66]

 $p^{\sigma} = 6.8e-10 \text{ C/K} \cdot \text{cm}^2 \text{ (Mittelw. für 77-198 K)}$

Therm. Ausdehnungskoeff.:

 $\alpha_p = (2.4 +- 0.1) \ 10e-6 \ 1/K \ (T = 300K) \ [Heil66]$

 $\alpha_s = (4.3 +- 0.2) \, 10e-6 \, 1/K \, (T = 300K) \, [Heil66]$

Piezoelektrische Koeff.: (Einheiten: *10-12 C/N bzw. m/V)

 $d_{15} = -8.3$ [Schiller, Polla]

Dynas ducht: (Oxford - Berlules firmer seg, school)

27

 $d_{31} = -5.1$ [Mul87], [Blo90]

 $d_{31} = 6.6$ [Twente, Sushi 90]

 $d_{31} = -5.0$ [Schiller, Polla]

 $d_{33} = 12.4$ [Schiller, Polla]

[Mul87], [Pol86] $d_{33} = 14.4$

E11 8,5 8,85

k31 0,14 0,18
kt 0,25 0,29

Literatur Materialdatenliste

[Blo90]: Blom, et al.:

Sensors and Actuators A21-23 (1990) S.226

[Bri85]: J.C.Brice:

"Crystals for Quartz Resonators", Rev.Mod.Phys. 57 (1985)

[Bus89]: Rudolf A. Buser,

"Theoretical and experimental investigations on silicon single crystal reso-

nant structures", Dissertation, Univ. of Neuchâtel (1989)

[Büt91]: Stephanus Büttgenbach,

"Mikromechanik", Teubner Studienbücher, Stuttgart (1991)

[Eng89]: Wolfgang Engelhardt,

"Messung der inneren Spannung von Silizium-Membranen",

Diplomarbeit, Univ. Stuttgart (1989)

[Fli91]: Flik, G., persönliche Mitteilungen (1991)

[Heil66]: Heiland, Ibach:

"Pyroel. .. of Zinc Oxid", Solid State Comm 4 (1966) S.353

[Heu89]: Anton Heuberger (Hrsg.),

"Mikromechanik", Springer-Verlag, Berlin (1989)

[Lan82]: Landolt-Börnstein:

"Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaft und Technik",

Gruppe III, Band 17a, Berlin, Springer Verlag (1982)

[Muller]: Muller: Transducers'87, Tokio, Japan (1987) S.107

[Ove77]: Hans-Helmut Over,

"Elastische und plastische Eigenschaften von einkristallinem Silicium in

Abhängigkeit von der Temperatur und der Versetzungsdichte",

Dissertation, RWTH Aachen (1977)

[Pol84]: Polla, Muller, White:

IEEE Int. Electron Dev. Meeting, IEDM84, San Francicso (1984) S.382

[Pol85]: Polla, Chang, Muller, White:

IEEE Int. Electron Dev. Meeting, (1985) S.133

[Pol86]: Polla, Muller:

IEEE Solid State Sensor Workshop, Hilton Head, (1986)

[Sze83]: S.M.Sze

"VLSI-Technology", Hamburg: McGraw-Hill (1983)

[Tic80]: J.Tichy, G.Gautschi

"Piezoelektrische Meßtechnik", Springer-Verlag, Berlin (1980)

[Tij91]: Tijhen, Schiler, Polla:

"Properties of piezoelectric thin films", IEEE (1991) S.114