

Postępy nanometrologii układów MEMS/NEMS

Progress in nanometrology of MEMS/NEMS devices

MAGDALENA MOCZAŁA
ANDRZEJ SIERAKOWSKI
PAWEŁ JANUS
PIOTR GRABIEC
WOJCIECH LEŚNIEWICZ
TEODOR GOTSZALK*

DOI: 10.17814/mechanik.2016.11.459

Przedstawiono podstawowe zagadnienia pomiaru właściwości układów mikro- i nanoelektromechanicznych (*micro- and nanoelectromechanical systems – MEMS/NEMS*) przeznaczonych do wysokorozdzielczych obserwacji zmian masy i siły w zakresie mniejszym niż 1 ng i 1 pN.

SŁOWA KLUCZOWE: nanometrologia, układy MEMS, układy NEMS

In the presented paper we discuss high resolution and sensitivity measurement method used in the characterization of modern micro- and nanoelectromechanical systems (MEMS, NEMS), which are foreseen to perform mass detection and force investigations in the range from 1 ng and 1 pN.

KEYWORDS: nanometrology, MEMS/NEMS devices

Rozwój technologii zaawansowanych, których istotą jest opracowanie i zastosowanie funkcjonalnych struktur materiałowych oraz przyrządowych o wymiarach rzędu dziesiątek nanometrów, jest jednym z najbardziej charakterystycznych zjawisk współczesnego świata. Dziedziną, w której trendy te są szczególnie widoczne, jest mikro- i nanoelektronika.

Rozwój technik mikro- i nanoelektronicznych pozwala również na konstrukcję układów mikro- i nanoelektromechanicznych (*microelectromechanical systems – MEMS* i *nanoelectromechanical systems – NEMS*), których wychylenia są obserwowane, aktwowane i sterowane elektrycznie. Miniaturyzacja układów MEMS i NEMS umożliwia prowadzenie badań ze zdolnością rozdzielczą nadającą się do obserwacji zjawisk w skali pojedynczych molekuł oraz zjawisk kwantowych [1, 2]. Do najbardziej efektywnych eksperymentów należą obserwacje adsorpcji samoorganizujących się warstw molekularnych (*self-assembled monolayers – SAM*) prowadzone w skali rzędu ułamków pikogramów ($pg = 10^{-12}$ g) czy obserwacje siły wiązań między cząsteczkami receptora i ligandów, rzędu pojedynczych femtoNewtonów ($fN = 10^{-15}$ N).

Postępy w wytwarzaniu oraz zastosowaniu systemów mikro- i nanostruktur wyprzedzają rozwój w dziedzinie ich metrologii, nazywanej „nanometrologią”. Autorzy przyjrzeni się zasadniczym ograniczeniom rozwoju tego typu badań oraz działaniom Wydziałowego Zakładu Metrologii Mikro- i Nanostruktur (ZMMiN) Wydziału Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej mierzącym do ich pokonania. Technologie MEMS i NEMS przyczyniają się do postępu nanometrologii. Duża swoboda w wytwa-

rzaniu tej klasy układów oraz znaczna elastyczność w opracowywaniu ich otoczenia sterująco-pomiarowego otwierają niespotykane możliwości eksperymentalne i badawcze.

W pracy przedstawione zostaną podstawowe układy pomiarowe z zastosowaniem układów typu MEMS i NEMS na bazie dwustronnie utwierdzonych mikro- i nanobelek, których wychylenia są aktwowane termicznie i magnetoelektrycznie. Ich przeznaczeniem jest obserwacja zmian masy i siły odpowiednio w zakresie pojedynczych pikogramów i pikoNewtonów ($pN = 10^{-12}$ N). Omówione zostaną układy obserwacji zmian wychylenia i częstotliwości drgań tego typu przetworników pomiarowych opracowane w ZMMiN. Bazują one na układach optycznych śledzenia wiązki światła odbitej od uginanego mechanicznie elementu MEMS lub NEMS sygnałów wyjściowych interferometrów światłowodowych. Właściwe przetwarzanie sygnałów pozwala na wyznaczanie szytywności, częstotliwości rezonansowej i dobroci ustroju mechanicznego.

Porównane zostaną metody wyznaczania tych parametrów bazujące na analizie geometrii struktury, szumu jej drgań termomechanicznych i tzw. masy dodanej osadzanej metodami zogniskowanej wiązki jonów i elektronów (*focused electron beam induced deposition and focused ion beam – FEBID/FIB*) [3–5]. Omówione zostaną również układy nanomechaniczne na bazie materiałów dwuwymiarowych, takich jak grafen (*graphene nanoelectromechanical systems – GNEMS*), które z racji atomowych wymiarów charakteryzują się największą zdolnością i czułością rozdzielczą umożliwiającą detekcję pojedynczych molekuł (*single molecule detection*).

Teoria ruchu rezonansowej struktury MEMS

Systemy mikroelektromechaniczne mają – oprócz układu sterowania – ustrój mechaniczny. Bardzo często ustrój jest zrealizowany jako mikrobělka drgająca w swojej częstotliwości rezonansowej. Mikrobělkę sprężystą należy rozpatrywać jako prosty oscylator harmoniczny w postaci punktowej masy zawieszony na sprężynie o stałej sprężystości [6]. Ruch takiej belki pobudzonej do drgań siłą okresowo zmienną $F = F_0 \sin(\omega t)$ można opisać:

$$m \frac{\partial^2 x(t)}{\partial t^2} + B \frac{\partial x(t)}{\partial t} + kx(t) = F_0 \sin(\omega t) \quad (1)$$

gdzie: B odpowiada za tłumienie ośrodka. Wtedy częstotliwość drgań rezonansowych można wyrazić:

$$f = 2\pi \sqrt{k/m_{ef}} \quad (2)$$

a dobroć:

$$Q = B / \sqrt{k \cdot m_{ef}} \quad (3)$$

gdzie: m_{ef} – masa efektywna mikrobělki, która dla belki dwustronnie zamocowanej wynosi: $m_{ef} = 0,73 \cdot m$.

* Mgr inż. Magdalena Moczala (magdalena.moczala@pwr.edu.pl), mgr inż. Wojciech Leśniewicz (wojciech.lesniewicz@pwr.edu.pl), prof. dr hab. inż. Teodor Gotszalk (teodor.gotszalk@pwr.edu.pl) – Wydziałowy Zakład Metrologii Mikro- i Nanostruktur, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki Politechniki Wrocławskiej; dr inż. Andrzej Sierakowski (asierak@ite.waw.pl), dr inż. Paweł Janus (janus@ite.waw.pl), dr inż. Piotr Grabiec (grabiec@ite.waw.pl) – Instytut Technologii Elektronowej, Zakład Technologii Mikrosystemów i Nanostruktur Krzemowych

Układy typu MEMS są stosowane jako czujniki bardzo małych mas. Rejestrują one przesunięcia częstotliwości rezonansowej f_0 spowodowane dodaniem masy m_1 na ustroju mechanicznym układu MEMS [7]. Częstotliwość rezonansową f_1 po dodaniu masy można wyrazić wzorem:

$$f_1 = 2\pi \sqrt{\frac{k}{m_{ef} + m_1}} \quad (4)$$

Miniaturyzacja struktury w celu uzyskania jak najlepszej czułości

Mikromostek opisywany jest jako belka dwustronnie zamocowana o przekroju prostokątnym $w \cdot t$ oraz o długości l . Właściwości mechaniczne takich belek są charakteryzowane za pomocą klasycznej teorii Eulera-Bernoulliego [2]. Znając wymiary oraz parametry materiałowe struktury, można wyznaczyć sztywność k struktury oraz częstotliwość rezonansową f_0 . Sztywność k sprężystej belki dwustronnie zamocowanej dla działającej siły punktowej wynosi $k = 32 \cdot E(w \cdot t^3/l^3)$, gdzie E to moduł Younga materiału, z którego jest wykonana belka. Podstawowy mod drgań rezonansowych dla belki dwustronnie zamocowanej jest liniowo zależny od geometrii struktury zgodnie ze współczynnikiem t/l^3 za wzorem:

$$f_0 = 1,05 \sqrt{E/\rho} (t/l^3) \quad (5)$$

gdzie: ρ – gęstość materiału, z którego wykonana jest belka.

Czułość czujnika masy S jest określana jako stosunek zmiany częstotliwości drgań rezonansowych do wywołującej ją zmiany masy: $S = \partial\omega/\partial m = -f/2m$ wyrażana w hercach na kilogram [2]. Widać, że w celu zwiększenia czułości belki na zmianę masy należy zwiększyć częstotliwość rezonansową oraz zmniejszyć masę.

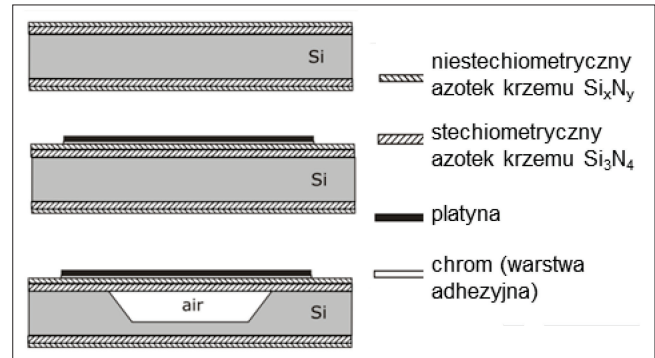
Rozpatrując taką czułość dla belki opisanej jako belka dwustronnie zamocowana uzyskujemy: $S \cong (1/w \cdot l^3) \sqrt{E/\rho}^3$. Czułość mikromostka drgającego jako czujnika masy zależy od wymiaru belki oraz parametrów materiałowych. Podsumowując, w celu uzyskania jak najlepszej czułości pomiaru zmian masy należy możliwie miniaturyzować ustroje mechaniczne czujników typu MEMS.

Technologia wytwarzania dźwigni dwustronnie podpartej

Dźwignia dwustronnie zamocowana powstaje w wyniku złożonej sekwencji procesów technologicznych. Materiałem wyjściowym jest czterocalowa płytka krzemowa o orientacji 100 o dowolnym typie przewodności (w opisywanym przypadku wykorzystano płytki typu n o rezystywności 4–6 Ωcm).

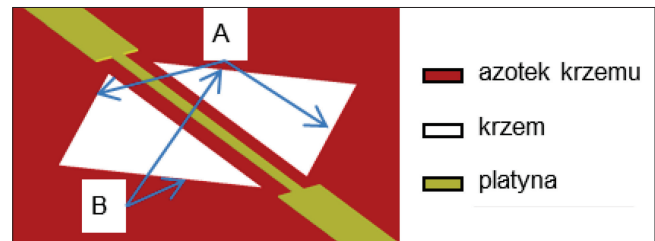
Na całej płytce osadza się dwie warstwy azotku krzemu w procesie chemicznego osadzania z fazy gazowej pod obniżonym ciśnieniem (*low pressure chemical vapour deposition* – LPCVD). Pierwsza warstwa to stechiometryczny azotek krzemu Si_3N_4 o grubości 300 nm. Następnie, po zmianie warunków procesu (zmianie stosunku gazów $\text{SiH}_2\text{Cl}_2/\text{NH}_3$ w reaktorze z 1:4 na 8:1), osadzono azotek niestechiometryczny Si_xN_y o grubości 200 nm. Uzyskano warstwę nisko naprężonego azotku krzemu (rys. 1a), w której zdefiniowano mikromostki. Warstwa ta jest także wykorzystana jako maska w trakcie anizotropowego trawienia krzemu. Wykonanie mikromostków poprzedzane jest osadzaniem warstw

metalicznych: chromu o grubości 10 nm (warstwa adhezyjna), a następnie platyny o grubości 200 nm (rys. 1b). Kształt metalizacji został zdefiniowany w procesie fotolitografii i trawienia plazmowego.



Rys. 1. Technologia wytwarzania dźwigni dwustronnie podpartej: a) osadzenie warstwy dielektrycznej (nisko naprężony azotek krzemu), b) definicja kształtu metalizacji, c) trawienie anizotropowe krzemu przez maskę z azotku krzemu

W kolejnym procesie fotolitografii poprzez selektywne trawienie warstwy azotku krzemu definiuje się kształt mikromostków. Należy zwrócić uwagę, że w płytkach o orientacji 100 trawienie krzemu w roztworze KOH będzie hamowane przez płaszczyzny {111} na krawędziach wzoru równoległych i prostopadłych do ścienia bazowego (rys. 1c) [8]. Odpowiednio zaprojektowana geometria otworów wytrawionych w warstwie azotku krzemu (rys. 2) umożliwiła uzyskanie dźwigni dwustronnie podpartej na przekątnej wnęk w kształcie ostrosłupa (prawidłowego lub ściętego).

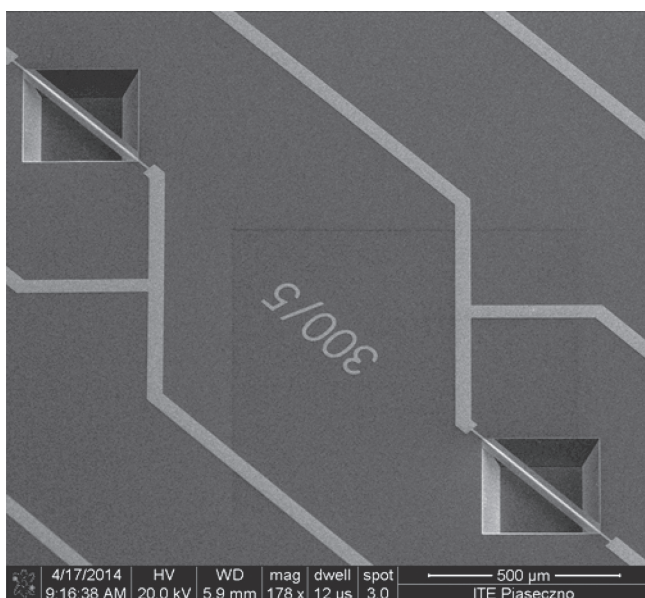


Rys. 2. Geometria maski wykorzystanej w trakcie anizotropowego trawienia krzemu do definicji dźwigni dwustronnie podpartej. Krawędzie A i B są odpowiednio równoległe i prostopadłe do ścienia bazowego płytki krzemowej

W wyniku przedstawionego procesu uzyskano mikromostki z nisko naprężonej dielektrycznej warstwy azotku krzemu o szerokości 40 μm , ze ścieżkami platynowymi o różnych szerokościach (wykonano trzy wersje szerokości: 5, 10 oraz 20 μm). Mikromostki są podparte na przekątnych wnęk o wymiarach boków równych 200 i 300 μm , a ich długość wynosi odpowiednio ok. 283 i 424 μm (rys. 3).

Wyniki eksperymentalne

Metod wzbudzenia struktury do drgań rezonansowych i ich odczytywania jest wiele. Do najpopularniejszych zalicza się akwację za pomocą piezoelementu. Wykorzystuje się także akwację elektromagnetyczną i elektrotermiczną [9]. Piezoelement pobudzany sygnałem zmiennym o zadanej częstotliwości drga. Drgania te są znaczące jedynie w pewnym zakresie częstotliwości, jednakże są wystarczające, żeby pobudzić do drgań strukturę MEMS o częstotliwości własnej poniżej 500 kHz. W układzie tym



Rys. 3. Zdjęcie SEM struktury z dwoma mikromostkami. Wymiary mikromostka: długość $424 \mu\text{m}$ \times szerokość $40 \mu\text{m}$, grubość 500 nm , szerokość metalizacji platynowej na mikromostku $5 \mu\text{m}$, szerokość ścieżek doprowadzających $40 \mu\text{m}$

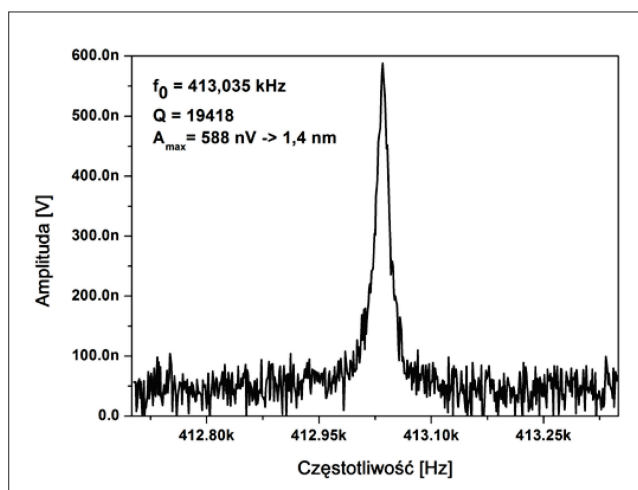
badana struktura jest ściśle mocowana do kryształu piezoelektrycznego, którym może być piezopastyłka lub piezostos.

Detekcja drgań rezonansowych struktury może się odbywać za pomocą optycznych metod interferometrycznych, siły elektromotorycznej (SEM) lub efektu piezorezystywnego [9, 10]. Siłę elektromotoryczną można zarejestrować jako zmianę napięcia wygenerowanego na spolaryzowanej strukturze poruszającej się w jednorodnym polu magnetycznym.

Aby zmierzyć częstotliwości własne, mikrostruktury umieszczano w obniżonym ciśnieniu lub w próżni. Wychylenia takich struktur w rezonansie – w zależności od zastosowanej metody aktuacji – mieszczą się w zakresie od setek pikometrów do pojedynczych nanometrów. Zastosowanie ośrodka o mniejszej gęstości skutkuje wzrostem droboci drgań ze 100 w powietrzu do ok. 20 000 w próżni.

Tak małe wychylenia skutkują także bardzo małymi różnicami rejestrowanych napięć. Aby zmierzyć drgania mikrostruktur metodą detekcji magnetoelektrycznej, zaprojektowano i wykonano bardzo czułe napięciowe przedwzmacniacze pomiarowe wzmacniające sygnał SEM indukowany w pętli metalicznej. Przedwzmacniacze mają wzmacniać sygnały o amplitudzie rzędu pojedynczych mikrowoltów, a nawet setek nanowoltów, tak aby można je było przesłać przewodem pomiarowym do wzmacniacza typu *lock-in*. Przedwzmacniacze powinny się cechować dużym wzmocnieniem ($10\,000\times$) w szerokim paśmie częstotliwości od 1 kHz do 1 MHz . Dodatkowo zaprojektowano i wykonano specjalny uchwyt przytrzymujący magnesy neodymowe w celu uzyskania stałego pola magnetycznego. Indukcja magnetyczna pomiędzy magnesami wynosi 380 mT i jest praktycznie stała na powierzchni 1 cm^2 , centralnie względem osi magnesów.

Na rys. 4 przedstawiono pomiar częstotliwości rezonansowej mikromostka zrealizowany w próżni o ciśnieniu $P = 4,5 \cdot 10^{-5} \text{ mbar} = 0,0045 \text{ Pa}$. Aktuacja została wykonana za pomocą piezoelementu, natomiast detekcja – z siły elektromotorycznej. Zarejestrowano zmianę napięcia na poziomie 588 nV , co jest równoważne z wychyleniem ok. $1,4 \text{ nm}$.



Rys. 4. Pomiar częstotliwości rezonansowej mikromostka w próżni (aktuacja za pomocą piezoelementu, detekcja elektromotoryczna)

Podsumowanie

Przedstawiono zasadę działania układów MEMS/NEMS przeznaczonych do badania zmian masy i siły. Omówiono metody wytwarzania belek obustronnie zamocowanych integrujących struktury metalizacji cienkowarstwowej przeznaczonej do magnetoelektrycznej i termicznej aktuacji wychylenia mikrostruktury. Wykazano, że miniaturyzacja układów prowadzi do wzrostu zdolności rozdzielczej detekcji zmiany masy i siły. Zilustrowano sposób pomiaru zachowań rezonansowych mikromostka pobudzanego termicznie do drgań, którego wychylenia obserwowane były w drodze detekcji napięcia indukowanego elektromagnetycznie.

Prace były finansowane w ramach zlecenia statutowego Politechniki Wrocławskiej zlec. S50037.

LITERATURA

- Li M., Tang H.X., Roukes M.L. "Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications". *Nat. Nanotechnol.* 2 (2007): pp. 114–120.
- Ekinci K.L., Roukes M.L., "Nanoelectromechanical systems", *Review of Scientific Instruments*. 76, 061101 (2005): pp. 1–12.
- Jóźwiak G., Kopiec D., Zawierucha P., Gotszalk T., Janus P., Grabiec P., Rangelow I.W., "The spring constant calibration of the piezoresistive cantilever based biosensor". *Sensors and Actuators, B: Chemical*. 170 (2012): p. 201.
- Nieradka K., Kopiec D., Małociąg G., Kowalska Z., Grabiec P., Janus P., Sierakowski A., Domański K., Gotszalk T., "Fabrication and characterization of electromagnetically actuated microcantilevers for biochemical sensing, parallel AFM and nanomanipulation". *Micro-electronic Engineering*. (2012): pp. 676–679.
- Woszczyzna M., Zawierucha P., Paletko P., Zielony M., Gotszalk T., Sarov Y., Ivanov T., Frank A., Zöllner J., Rangelow I.W. "Micromachined scanning proximal probes with integrated piezoresistive readout and bimetal actuator for high eigenmode operation". *J. Vac. Sci. Technol. B* 28 (2010).
- Bao M. H. "Micro Mechanical Transducers". Elsevier, 2000.
- Senturia S.D., "Microsystem Design". Kluwer Academic Publishers, 2002.
- Sikorski S. „Wstęp do elektroniki półprzewodników”. Warszawa: ITE, 2010.
- Moczała M., Babij M., Majstrzyk W., Sierakowski A., Dobrowolski R., Janus P., Grabiec P., Gotszalk T. „Technology of thermally driven and magnetotomically detected MEMS microbridges”. *Sensors and Actuators A: Physical*. 240 (2016): pp. 17–22.
- Tortonesi M., Barrett R.C., Quate C.F. "Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection". *Applied Physics Letters*. 62 (1992).