

Fekete Zoltán

Szilícium mikroturbina megvalósítása proton sugaras direktírással és pórusos szilícium mikromegmunkálással

Bevezetés

Az integrált mikrofluidikai elemek a lab-on-a-chip alkalmazások nélkülözhetetlen egységei [1]. Az eszközök komplexitása alkalmazásfüggő. Az egyszerű, néhány passzív elemből kialakított keverőktől [2] elkezdve a miniaturizált kémiai reaktorokon át, egész a nagybonyolultságú mintaadagoló és pumparendszerekig [3] terjedhet. A mikroelektromechanikai eszközök (MEMS) különböző elemekből állhatnak: nyitott vagy eltemetett csatornákból, üregekből, folyadékkeverőkből. A modern eszközök további aktív elemeket is tartalmazhatnak. Tipikusan tipikusan fűtőtesteket, különböző szenzorokat, illetve olyan mozgó elemet is tartalmazó szelepeket, melyek a reaktorok csatornáiban a folyadékáramlást és az adagolást is képesek ellátni.

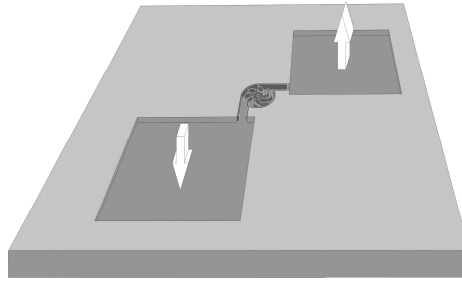
A lab-on-a-chip MEMS eszközök előállítására többféle eljárás is létezik: öntés, lézeres abláció, az ún. LIGA eljárás vagy a vastagréteg megmunkálás. A leggyakrabban használt anyag továbbra is műanyagok, ill. rugalmas polimerek csoportjába tartozik (SU-8, PMMA, PDMS, KAPTON, poly-karbonát) [4,5]. A komplex funkciókat megvalósító eszközöket azonban igen gyakran szilíciumból, ill. szilícium és más anyagok, pl. emlékező fémek vagy SU-8 kombinációjával készítik. [6].

A leggyakoribb alkalmazások a tintaadagoló fejek [7], a biokémiai analízisekhez használt mátrix típusú mintadagolók [8], és a membrane kialakítású mikropumpák [3], melyek jellemzően piezoelektromos, pneumatikus vagy termikus elvű aktuálással rendelkeznek.

Habár a laterális irányú szilícium membrane elkészítését már évtizedekkel ezelőtt kidolgozták, a complex 3-D rendszerek megvalósítása továbbra is kihívásnak számít. Alternatív technológiaként megemlítendő a tömbi szilícium nedveskémiai marása, ill. a felületi mikromegmunkálás, ahol az aktuált membránt leválasztott polikristályos szilíciumból vagy fémrétegből alakítják ki [3].

A felsorolt technológiák egyike sem képes azonban nagy mélység-szélesség arányú, függőleges falakkal rendelkező, csatornarendszerbe ágyazott, *mozgó* struktúrát produkálni. Ilyen komponensek előállítására a legígéretesebb technika az ún. DRIE eljárás, melyet az iparban elterjedten használnak giroszkópok, gyorsulás- és erőmérő szenzorok fejlesztéséhez [9,10]. Noha a módszer a MEMS technológia meghatározó eszközévé vált, sajátos tulajdonságai miatt számos szilícium struktúra kialakítására nem alkalmas. Míg szilíciumban nagy oldalarányú, függőleges struktúrákat képes adni, az álló komponensek szögének változtatására már nincs lehetőségünk, továbbá a különböző mélységben megmunkált üregek elkészítése már igen bonyolult több lépcsős megmunkálási folyamatot jelent.

Mindemellett, a hasonló struktúrák létrehozása további alternatíva is kínálkozik. Az utóbbi néhány évben a proton sugaras direktírással (PBW) és a pórusos szilícium készítés kombinációját felhasználó technikákkal több kutatócsoport is jelentős eredményeket prezentált [11-13]. Az MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet (MTA-MFA) és az Atommagkutató Intézet (MTA-ATOMKI) munkatársainak korábban egy nagy elmozdulásra képes membránt sikerült megvalósítaniuk e technika segítségével [14]. A kutatócsoport legújabb eredményeit prezentálva, jelen dolgozat egy új módszert mutat be, mellyel akár egy szilícium mikroturbina is elkészíthető (1. ábra).



1. ábra: A 6 mm x 6 mm területű turbine chip sematikus ábrája

A kísérleti háttér

Ha nagy energiájú protonokat vagy He^+ ionokat implantálunk a szilícium egykristályba, az ionpálya mentén hibahelyek keletkeznek, melyek az elektromos ellenállás lokális megváltozását okozzák. Amennyiben a hibahelyek sűrűsége eléri egy meghatározott szintet, a roncsolt térfogatrész a minta elektrokémiai marása során képes teljesen eltéríteni a kialakult áramvonalakat. Emiatt, nagy implantálási dózis esetén, az érintett térfogatrészben gyakorlatilag nem alakul ki a szilíciumban pórusos réteg, és végeredményben egy pórusos szilíciummátrixba ágyazott egykristályos struktúrát kapunk [11-14]. Az ionnyalábot a felületre merőlegesen pozícionálva, lokálisan megnövelt ellenállást kihasználva nagy oldalarányú, függőleges, egykristályos szilícium struktúrákat kapunk [12-14]. Mivel az ionpálya vertikális kiterjedését az implantált ionok energiája határozza meg, ezért különböző energiájú, illesztett mikronyalábokkal, a szilíciumban különböző mélységben kialakított függőleges falú 3-D struktúrák előállítására van lehetőség. A pórusos szilícium marási folyamatának izotróp jellege miatt, a kisebb energiával besugárzott komponensek túlmarrással hívhatók elő, míg a nagyobb energiával besugárzott területek továbbra kapcsolódnak a tömbi anyaghoz. Ezt a két energetikus implantációt kihasználva mozgó elemeket állíthatunk elő, melyek geometriáját az ionnyaláb tulajdonságai (geometria és energiaeloszlás) és az illesztési pontosság határozzák meg.

Jelen munka során, hagyományos mikrotechnológiai eljárások (nem-sztöchiometrikus szilícium-nitrid, polikristályos szilícium és alumínium vékonyrétegek leválasztása, kétoldalas fotolitográfia, száraz és nedves marási technikák) és a PBW és pórusos szilícium megmunkálás kombinálása eredményezte a mikrotubina, mint demonstrációs eszköz megalkotását.

A technológia folyamat során először egy p-típusú 10-15 Ωcm fajlagos ellenállású, $\langle 100 \rangle$ orientáltságú szilícium kristályt két oldalára 0,4 μm vastag, szilíciumban gazdag szilícium-nitridet és 0,5 μm vastag adalékolatlan polikristályos szilíciumot választottunk le, hogy a végső chip eszközön kívül eső részeit védjük a pórusos marás ellen. A kis belső feszültséggel (kb. 200-300 MPa) rendelkező szilícium-nitrid jól maszkol az elektrokémiai marás során, az oldódási sebessége 30% HF oldatban mindössze 5-6 nm/perc [15]. A hátoldalon alumíniumréteget és kétoldalas fotolitográfiát alkalmazva, illesztő jeleket hoztunk létre, mind az alumíniumon, mind az előoldali kettősrétegen. A kétoldalas illesztés pontossága kisebb mint $\pm 2\mu\text{m}$. Mivel az ion mikroszkop kamráját úgy alakították ki, hogy a minta pozícionálását a target hátoldaláról tudjuk elvégezni, ezért a hátoldali alumínium illesztőjelek segítségével határoztuk meg a protonnyaláb koordinátáit. A nagyobb energia (2 MeV) besugárzással a függőleges falakkal, ki- és beömlő csatornákkal rendelkező turbine házat, ill. a rotor függőleges tengelyét hoztuk létre. A ház és a tengely implantálása után, a nyaláb energiáját 1,6 MeV-ra csökkentettük, majd ismét bepozicionáltuk a rotor implantálásához. A

megfelelő behatolási mélység eléréséhez szükséges nyalábenergiát SRIM szimulációs szoftverrel határoztuk meg [16].

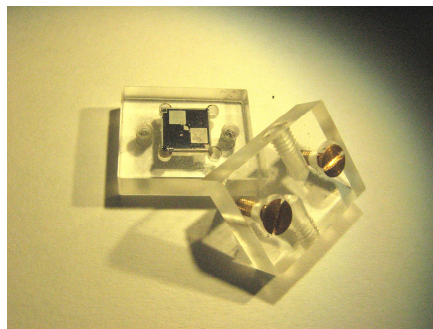
A következő lépésben a szilícium-nitrid/poiszilícium szendvics-szerkezetet plazmamarással szelektíven eltávolítottuk a turbinaház által definiált területről. Ennek hatására, ablakot nyitottunk a turbine struktúra a csatlakozó csatornák pórusos marása számára. Az elektrokémiai marást 37 μm mélységig végeztük, ami alatt a turbine rotort teljesen alámartuk. A kialakult pórusos segédréteget 1%-os KOH oldattal távolítottunk el, melynek hatására előállt a kész struktúra. Ugyanakkor meg kell jegyezni, hogy az elektrokémiai marás természetéből fakadóan, az alámart komponensek továbbra sem válnak el a szubsztráttól, hanem egy vékony (kb. 0,1-0,2 μm vastag) szilícium fallal a struktúra középvonala alatt rögzítve vannak [17]. A fennmaradó szilícium hártya vastagságát a nagy ellenállású tértöltésréteg szélessége határozza meg, lokálisan korlátozza az áram kialakulását. A struktúra teljes kioldásához további nedves kémiai műveletre van szükség, melynek során a szilíciumot egy szigorúan kontrollált marási lépésben, poli-szilícium maróban (kb. $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{CH}_3\text{COOH}=3:2:5$) áztatunk.

Az eszköz kialakítására egy alternatív megoldás a turbinaház és a rotor előállítása külön szubsztráton, melyet egy tovább összeszerelési lépés is követ. Habár ez a megoldás a PBW technika számára kedvező, az összeszerelés a mai technikákkal összehasonlítva igen komplikáltá válhat. Munkánk során mindkét módszer létjogosultságát vizsgáltuk.

A kulcsfontosságú mikromegmunkálási műveletek paraméterei az alábbiak:

- A PBW eljárás során a nyaláb szkennelését és kapcsolását az *IonScan* [18] szoftverrel végeztük.
- Az implantálás paramétereit az alábbiak szerint választottuk meg. A turbineház 2 MeV energiával 47,7 \pm 2 μm mélységig került besugárzásra, laterális szóródás 2,6 μm volt. A turbine rotor implantálása 1,6 MeV energián történt. Ez 33,5 \pm 1,5 μm behatolási mélységet, és 1,9 μm laterális szóródást eredményezett. Mindkét esetben a dózis 3 $\times 10^{15}\text{cm}^{-2}$ [13,14] volt, mely gyakorlatilag teljes mélységben megakadályozza pórusos marás során az áram kialakulását az érintett térfogatrészben. A nyalábátmérő 1 μm , míg a két nyaláb illesztési pontossága $\pm 1,5$ μm -re adódott.
- A pórusos szilícium segédréteg előállítását kis áramsűrűséggel (10 mA/cm²) HF(49%):EtOH =7:3 elektrolitban végeztük el. A marás során a 10 μm vastag rotor alámárása a kisebb energiájú ionok behatolási mélységénél 6–8 μm -rel mélyebben történt. Ezáltal vált lehetővé a rotor kioldása.

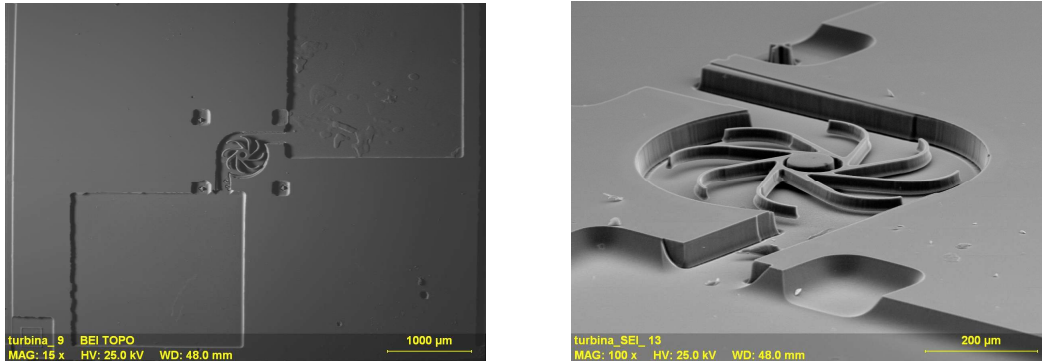
Végül a turbina chip-et egy megfelelően kialakított PMMA befogószerkezetbe helyeztük és egy szintén PMMA-ból megmunkált fedőréteggel láttuk el. A műanyag mintabefogó a tesztelés érdekében beömlő furatokat is tartalmazott (2. ábra).



2. ábra: PMMA befogószerkezet az eszköz funkcionális tesztelésére

Eredmények

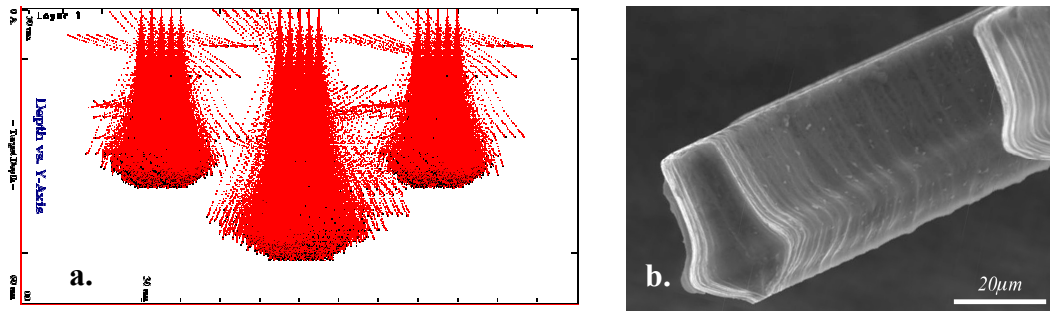
A mikroturbina elkészítésein az előző fejezetben ismertetett mindkét megmunkálási koncepciót kiprobáltuk. A megvalósított eszközről készült SEM képek a 3. ábrán láthatók. Habár az illesztett két energias PBW módszer elegánsabb és praktikusabb lenne az előállítás szempontjából, az eljárással elkészült eszközök a geometriai korlátok és rotor kioldása közben szükséges járulékos szilícium marás miatt több kedvezőtlen tulajdonsággal is bír.



3. ábra: Az elkészített turbinachip felülnézeti (bal oldalt), és közeli perpektivikus SEM képe (jobb oldalt)

Az ionpálya végén kialakuló kiszélesedő roncsolt térfogatrészt figyelembe véve, a szomszédos elemek minimális távolsága meghatározható (4.a. ábra). Ennek következménye, hogy a struktúra geometriáját leginkább a laterális méretek szabják meg. A roncsolt terület laterális méretét nem csupán az ionsugár foltátmérője, de az ionok laterális szóródása is meghatározza. A létrehozott demonstrációs eszköz esetében ez azt jelenti, hogy a tengely és a rotor perselye közötti távolság meg kell haladja az optimális méretet. A kísérleti eredmények alapján megállapítható, hogy a struktúra mindkét oldalán 3 µm széles kiszélesedés, illetve a szomszédos elemek közötti kb. 2,5 µm minimális laterális távolság már elegendő a pórusos maráshoz szükséges lyukáram kialakulásához [12]. Összefoglalva, az állóreész tengelye és a rotor csapágyperselyének belső átmérője közötti távolságot - 1,6 and 2 MeV PBW megmunkálás esetén – legalább 5 µm-re kell megválasztani. Fontos továbbá a nyalábenergiák különbségének meghatározásakor a két implantálási sugár kiszélesedésének lehetséges átlapolását is figyelembe venni.

A geometriai probléma a 4.b. ábrán, egy rotor lapátszárnyról készült SEM felvételen tisztán megfigyelhető. Sajnos a kiszélesedő térfogatrész szelektív csökkentésére nem találtunk olyan egyszerű megoldást, mely az ionkaskád által létrehozott maradék kristályhibákat érintetlenül hagyta volna. A különböző energiájú ionnyalábok korlátozott újraillesztési pontossága miatt, a számolt energia lépcsőket megfelelően kiválasztott energiaelnyelő fóliákkal keresztül szeretnénk a jövőben megvalósítani, ehhez azonban további kísérletek még szükségesek. A módszer gyorsabbá tenné a több-energiás besugárzásokat. Nem lenne szükség a gyorsító energiaváltására, és a mikronyaláb újrafókuszálásra és újraillesztésére sem.



4. ábra: Laterális szóródási profil 10 μm széles, 1,6-2-1,6 MeV energiával implantált ionpálya esetén (a.), 1,6 MeV energián implantált nyílás keresztmetszeti képe, pórusos marást követően (b.)

Konklúzió

A mikroturbina chip, mint MEMS mikrofluidikai elem elkészítésével kutatócsoportunk sikeresen prezentálta a protonnyalábos mikromegmunkálás, a pórusos szilícium marás és a hagyományos mikrotechnológiák kombinálásának újszerű lehetőségét. Az illesztett két energias protonimplantáció nagy oldalirányú, teljesen vagy részlegesen kioldott, üregbe vagy csatornába ágyazott, mozgó mikrofluidikai komponensek létrehozására alkalmas. Habár a kidolgozott technológia új lehetőségekhez vezethet a mikromegmunkálás területén, az ionpálya végén megjelenő kiszélesedés jelentős hatással van, a megvalósítandó eszköz geometriai méreteire. A bemutatott technikával sikerült az első önálló mozgó alkatrészt is tartalmazó, tisztán egykristályos szilíciumból, PBW technikával megvalósított eszközt létrehozni.

References

1. Gravesen, P., Branebjerg, J., Jensen, O.S., Microfluidics - A review, (1993) Journal of Micromechanics and Microengineering, 3 (4)
2. Nguyen, N.-T., Wu, Z., Micromixers - A review, (2005) Journal of Micromechanics and Microengineering, 15 (2), pp. R1-R16.
3. Laser, D.J., Santiago, J.G, A review of micropumps, (2004) Journal of Micromechanics and Microengineering, 14 (6), pp. R35-R64
4. Pihl, J.a , Karlsson, M.a , Chiu, D.T.b, Microfluidic technologies in drug discovery,(2005) Drug Discovery Today, 10 (20), pp. 1377-1383
5. Becker, H., Gärtner, C, *Polymer microfabrication technologies for microfluidic systems*, Analytical and Bioanalytical Chemistry 390 (1), pp. 89-111, 2008
6. Abgrall, P., Gué, A.-M, Lab-on-chip technologies: Making a microfluidic network and coupling it into a complete microsystem - A review, Journal of Micromechanics and Microengineering 17 (5), art. no. R01, pp. R15-R49, 2007
7. Nayve, R., Fujii, M., Fukugawa, A., Takeuchi, T., Murata, M., Yamada, Y., Koyanagi, M. , High-resolution long-array thermal ink jet printhead fabricated by anisotropic wet etching and deep Si RIE , Journal of Microelectromechanical Systems 13 (5), pp. 814-821 , 2004
8. Koltay, P., Steger, R., Bohl, B., Zengerle, R., The dispensing well plate: A novel nanodispenser for the multiparallel delivery of liquids, Sensors and Actuators, A: Physical 116 (3), pp. 483-491, 2004
9. Beccai, L., Roccella, S., Arena, A., Valvo, F., Valdastrì, P., Menciassi, A., Carrozza, M.C., Dario, P., Design and fabrication of a hybrid silicon three-axial force sensor for biomechanical applications, Sensors and Actuators, A: Physical 120 (2), pp. 370-382, 2005
10. Xie, H., Fedder, G.K., A pendulous oscillating gyroscopic accelerometer fabricated using deep-reactive ion etching, Journal of Microelectromechanical Systems 12 (1), pp. 21-28., 2003
11. P. Polesello et al., Micromachining of silicon with a proton microbeam ,Nucl. Inst. Meth., B158 (1999) 173
12. Breese, M.B.H., Teo, E.J., Mangaiyarkarasi, D., Champeaux, F., Bettioli, A.A., Blackwood, D. , Proton beam writing of microstructures in silicon,, Nucl. Inst. Meth., B231 (2005) 357.
13. Teo, E.J., Breese, M.B.H., Tavernier, E.P., Bettioli, A.A., Watt, F., Liu, M.H., Blackwood, D.J. Three-dimensional microfabrication in bulk silicon using high-energy protons , Applied Physics Letters 84 (16), pp. 3202-32 .
14. Dücső, Cs., Rajta, I., Fürjes, P., Baradács, E, *Concept for processing of silicon check valves by proton beam micromachining*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms 260 (1), pp. 409-413, 2007

15. Dücső, Cs., Vázsonyi, É., Ádám, M., Szabó, I., Bársony, I., Gardeniers, J.G.E., Van Den Berg, A., *Porous silicon bulk micromachining for thermally isolated membrane formation*, Sensors and Actuators, A: Physical 60 (1-3), pp. 235-239, 1997
16. SRIM-2008.03 <http://www.srim.org/>
17. Bársony, I., Fürjes, P., Ádám, M., Dücső, C., Vízváry, Z., Zettner, J., Stam, F., Thermal response of microfilament heaters in gas sensing, Sensors and Actuators, B: Chemical 103 (1-2), pp. 442-447, 2004
18. A.A. Bettiol, C.N.B. Udalagama, J.A. van Kan, F. Watt, Ionscan: scanning and control software for proton beam writing, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 231 (2005) 400-406
19. Hiltunen, L., Leskela, M., Makela, M., Niinisto, L., Nykanen, E., Soininen, P., Nitrides of titanium, niobium, tantalum and molybdenum grown as thin films by the atomic layer epitaxy method, Thin Solid Films 166, pp. 149-154, 1988
20. Heil, S.B.S., Langereis, E., Roozeboom, F., Kemmeren, A., Pham, N.P., Sarro, P.M., Van De Sanden, M.C.M., Kessels, W.M.M, Plasma-assisted atomic layer deposition of TiN films at low deposition temperature for high-aspect ratio applications, Materials Research Society Symposium Proceedings 863, art. no. B6.4, pp. 215-220, 2005