(19) SUOMI - FINLAND
(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 920182 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS**
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE PUBLIC

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 920182

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
G01N 27/12

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **11.05.1990**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **16.01.1992**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **16.01.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - Internationell ansökan - International application **11.05.1990 PCT/DE1990/000337**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

17.07.1989 DE 3923595

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **Fraunhofer Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.,** Leonrodstrasse 54, 80636 München, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **Richter, Axel,** BRD, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Boco IP Oy Ab, Itämerenkatu 5, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention
Laite kaasujen kosteusasteen mittaamiseksi
Anordning för att mäta gasers fukthalt

Laite kaasujen kosteusasteen mittaamiseksi
Anordning för att mäta gasers fukthalt

Keksinnön kohteena on laite kaasujen kosteusasteen mittaamiseksi, joka laite käsittää kantorungon, johon on sijoitettu peruselektrodi, vastaelektrodi ja huokoinen, johtamaton kerros.

Tämä huokoinen, johtamaton kerros sijaitsee mainitussa laitteessa joko elektrodien välissä tai elektrodit on sijoitettu tämän huokoisen kerroksen pinnalle siten, että virtaa voi johtua vain tätä kerrosta pitkin. Kaasun kosteusasteen muutos voidaan päätellä siitä, kuinka huokoiseen kerrokseen tunkeutunut kosteus on muuttanut kapasiteettia tai sähkövastusta.

Patenttijulkaisun DE 36 06 500 A1 perusteella tunnetaan toisentyyppinen laite, jolla ilmassa läsnäolevien erottuvien kaasujen pitoisuus mitataan lämpöefektiperiaatetta noudattaen. Tällöin erään muuttumattoman lämpötilan ylläpitämiseen välttämätön lämmitysteho pienenee osoitettavan kaasun katalyyttisen polton seurauksena saatavan, vastaavan palamistehon verran. Täten lämmitystehon muutos toimii mitattavan kaasun pitoisuuden mittana.

Ilmankosteuden tarkka määritys on hyvin tärkeätä esimerkiksi meteorologiassa, ilmastointitekniikassa sekä elintarviketekniikassa. Tästä syystä alalla on jo ehdotettu monia erilaisia pienikokoisia kosteusastemittareita, joiden tehtävänä on tällaisten laitteiden mittaustarkkuuden sekä taloudellisuuden parantaminen.

Patenttijulkaisussa US 3 523 244 on kuvattu kosteusastemittari, jossa alumiinisubstraatin pinta muunnetaan elektrolyyttisellä syövytysprosessilla huokoiseksi alumiinioksidikerrokseksi, jonka päälle sijoitetaan metallikerros vastaelektrodiksi. Hakemusjulkaisun DE 27 29 249 perusteella tunnetaan kos-

teusastemittari, jossa pii-puolijohdekappaleen eräs alue muunnetaan elektrolyyttisellä syövytysprosessilla piidioksidikerrokseksi, jonka huokoisuus on suuri. Tämän kerroksen erääseen alueeseen sijoitetaan vastaelektrodi siten, että ympäristön kosteus pääsee tunkeutumaan tämän elektrodin alla olevaan huokoiseen kerrokseen.

Kuitenkin näiden tunnettujen kosteusastemittareiden asettumisaika on suhteellisen pitkä, eli niiden hitaus on suuri ajatellen muuttumattoman loppuarvon saavuttamista, eikä niiden hystereesikäyttäytymistä voida jättää huomioonottamatta. Lisäksi kun tällaiset tunnetut laitteet ovat kostuneet, ne tarvitsevat pitkän elpymisajan. Erityisesti matalissa lämpötiloissa (< 5 °C), ilmankosteuden ollessa pieni (< 10 %) tai alhaisessa paineessa olisi edullista, mikäli käytettävissä olisi tarkempia mittalaitteita.

Mittaustulosten parantamista silmälläpitäen on ehdotettu, että loppuarvo päätellään kosteuden muuttuessa mittasignaalin ajallisesta kehittymisestä. Tällainen mittausmenetelmä vaatiin kuitenkin hyvin mutkikkaita laitteita.

Näin ollen keksintö perustuu tehtävään saada aikaan hystereesitön, kostumisen kannalta epäherkkä kosteusastemittari, jonka asettumisaika on lyhyt.

Tämän tehtävän keksinnön mukaisen ratkaisun ja sen kehittyneempien suoritusmuotojen tunnusomaiset piirteet on esitetty patenttivaatimuksissa.

Patenttivaatimuksen 1 mukaisesti kaasujen kosteusasteen mittaukseen tarkoitetun laitteen tunnusomaisena piirteenä on se, että mittaukseen välttämättömät elementit on sijoitettu membraanista muodostuvan kantorungon erääseen alueeseen. Tällä tavalla aikaansaatu pieni lämpökapasiteetti tekee mahdolliseksi huokoisen kerroksen hyvin nopean kuumenemisen ja jäähtymisen. Keksinnön mukaisesti tämä membraani sekä huokoinen kerros

kuumennetaan laitteen käsittämän lämmityselementin sekä sopivan säätökytkennän avulla sen verran ympäristön lämpötilaa suurempaan lämpötilaan, että mitattu kapasiteetti tai mitattu vastus asettuu vakioarvoon, joka vastaa kuumentamattoman huokoisen kerroksen ja kosteutta lähes sisältämättömän kaasun tapauksessa saatua arvoa. Tällöin vastaanotettu lämmitysteho tai lämmitysvastukseen johdettu virta on tutkittavan kaasun kosteusasteen mitta.

Patenttivaatimuksen 2 mukaisesti kantokappale ja membraani on tehty piin yksikiteestä litografisten vaiheiden ja taustan syövytyksen avulla. Tällä tavalla voidaan käyttää hyväksi mikromekaniikassa hyväksi havaittua menetelmää suojareunan käsittävän, äärimmäisen ohuen membraanin valmistamiseksi.

Keksinnön eräs edullinen suoritusmuoto on määritelty patenttivaatimuksessa 3. Äärimmäisen ohut membraani toimii kantoelementtinä sekä samalla peruselektrodina. Tämän elektrodin pintaliitännät toteutetaan kantokappaleen suojareunan yli. Membraanin pinnalle on sijoitettu huokoinen kerros ja sen päälle vastaelektrodi siten, että ne muodostavat yhdessä membraanin kanssa kondensaattorin levyt. Huokoinen kerros toimii eristeenä, joka muuttaa kondensaattorin kapasiteettiä vastaanotetusta kosteudesta riippuen.

Patenttivaatimuksen 4 mukaisesti huokoinen kerros on membraanin pintaan syövytetty alue, joka ulottuu ennalta määrätylle syvyydelle membraanissa, ja joka muuttuu johtamattomaksi kerrokseksi termisen hapettumisen seurauksena. Tällä tavalla päästään eroon huokoisen kerroksen levityksestä. Tässä suoritusmuodossa huokoisen kerroksen ja kuumennetun membraanin välinen lämpökytkeytyminen on erityisen hyvä.

Sen takaamiseksi, että huokoisen kerroksen koko pinta ottaa vastaan kosteutta, patenttivaatimuksen 5 mukaisesti vastaelektrodi koostuu kosteutta läpäisevästä, sähköä johtavasta kalvosta. Tämä suoritusmuoto on osoittautunut edulliseksi erityises-

ti piitä olevaa huokoista kerrosta käytettäessä, koska tällaisessa kerroksessa kosteuden vaihtuminen tapahtuu suureksi osaksi pystysuoria kanavia pitkin. Patenttivaatimuksen 6 mukaisesti tämä kosteutta läpäisevä kalvo koostuu erittäin ohuesta kultakerroksesta, jonka tunnusomaisena piirteenä on hyvä korroosionkesto.

Patenttivaatimuksen 7 mukaisessa vaihtoehtoisessa suoritusmuodossa kumpikin elektrodi on tehty kampamaiseksi, ja ne on sijoitettu huokoisen kerroksen pinnalle siten, että näiden "kampojen" piikit ovat työntyneet lomittain. Elektrodit on erotettu toisistaan galvaanisesti siten, että virtaa johtuu vain huokoista kerrosta pitkin. Tätä suoritusmuotoa voidaan käyttää edullisesti silloin, kun halutaan välttää pii-puolijohdekappaleen pintaliitännät.

Keksinnön eräässä edullisessa suoritusmmuodossa kantorungon pinnalle on levitetty eristekerros, joka käsittää syvennetyn kohdan huokoisen kerroksen alueella. Tämä eristekerros suojaa piipintaa silloin, kun tämä syvennetty alue muunnetaan huokoiseksi kerrokseksi syövyttämällä ja termisellä hapetuksella. Samalla se kytkee vastaelektrodin galvaanisesti irti kantorungosta, ja toimii mahdollisesti lämmityselementin alustana.

Patenttivaatimuksen 9 mukaisesti lämmityselementti on toteutettu johdinsilmukkana, joka ympäröi huokoisen kerroksen alueen. Lämmitysvastus voidaan sijoittaa erityisen yksinkertaisesti rengasmaisena tai suorakulmaisena metallikalvona eristekerroksen päälle. Kontaktikohtien, joiden avulla virtaa johdetaan lämmittimeen, välissä tämä metallikalvo on epäjatkuva. Lämmitysvastuksen geometria on valittu siten, että huokoinen kerros saadaan kuumenemaan mahdollisimman nopeasti ja tasaisesti. Huokoisen kerroksen kuumentamiseen voidaan luonnollisestikin käyttää myös muunlaisia lämmityselementtejä, esimerkiksi piitä olevaa lämmitysvastusta.

Patenttivaatimuksen 10 mukaisesti eristyskerros käsittää, välittömästi huokoisen kerroksen läheisyydessä, virtaa johtavan reitin. Ohuena kerroksena toteutettu vastaelektrodi peittää sekä huokoisen kerroksen että tämän virtaa johtavan reitin, ja tällä tavalla voidaan yksinkertaisesti toteuttaa liitäntä sähköä johtavaan reittiin. Sähköä johtava reitti on toteutettu rengasmaisena tai suorakulmaisena, huokoisen kerroksen alueen ympäröivänä metallikalvona, jotta saataisiin aikaanmahdollisimman hyvä sähköinen kontakti vastaelektrodin kanssa.

Keksinnön eräs erityisen edullinen suoritusmuoto on määritelty patenttivaatimuksessa 11. Mittasignaalin arviointiin tarkoitettu sähkökytkentä on yhdistetty samaan kantorunkoon. Tällä tavalla saadaan aikaan pienoiskokoon saatettu kosteusastemittari, joka voidaan yhdistää monoliittisesti yhteen puolijohdesiruun mikrorakennetekniikasta ja mikroelektroniikasta tunnettujen menetelmien avulla.

Menetelmävaiheet keksinnön mukaisen laitteen valmistamiseksi on kuvattu patenttivaatimuksessa 12.

Keksintöön liittyvät edut saavutetaan erityisesti siksi, että kuumennetun huokoisen kerroksen adsorboima kosteusmäärä on hyvin pieni ja vakio mittauksen aikana, jolloin muuttuva kosteusaste ei voi johtaa hystereesikäyttäytymiseen. Koska membraanin lämpökapasiteetti on hyvin pieni, niin lämpötilan säätö tapahtuu pienellä aikavakiolla ja kosteusastemittarin asettumisaika on lyhyt. Tämä pätee myös pienen kosteuspitoisuuden, alhaisen lämpötilan ja pienen paineen tapauksessa. Laitteessa päästään suureksi osaksi eroon lämpötilasta riippuvista diffuusiotapahtumista, jotka johtavat pitkään asettumisaikaan tunnettujen kosteusastemittareiden tapauksessa.

Valmistusmenetelmällä kyetään valmistamaan useita samanlaisia kosteusastemittareita samanaikaisesti yhdelle puolijohdekiekolle.

Keksintöä kuvataan lähemmin seuraavassa erään suoritusesimerkin avulla, piirustukseen viitaten. Tämä piirustus on kolmiulotteinen esitys leiaktusta kosteusastemittarista.

Kuvion 1 mukainen kosteusastemittari käsittää kantorungon 10, joka on valmistettu esimerkiksi p^--johtavasta pii-yksikiteestä <100>-suuntautuneena. Kantorungon 10 pinta on peitetty piinitridiä olevalla eristekerroksella 11. Kantorungon 10 pintakerroksen eräs alue on muunnettu johtamattomaksi huokoiseksi kerrokseksi 12 sähkökemiallisella syövytystoimenpiteellä ja sitä seuraavalla termisellä hapetuksella. Eristekerroksessa 11, tämän huokoisen kerroksen 12 alueella, on syvennös 15. Sisempi ja ulompi sähköä johtava reitti 13 ja 14 kulkevat tämän syvennöksen 15 ympäri. Tämä ulompi sähköä johtava reitti 14 on avonainen kohdasta, jota ei näy kuviossa, ja se toimii lämmitysvastuksena. Sisemmällä sähköä johtavalla reitillä 13 toteutetaan vastaelektrodin liittäminen, jota vastaelektrodia ei olle esitetty selkeyden vuoksi. Tämä vastaelektrodi koostuu ohuesta kultakerroksesta, joka ulottuu sähköä johtavan reitin 13 ja huokoisen kerroksen 12 yli. Alueessa 16, joka toimii huokoisen kerroksen 12 sekä sähköä johtavien reittien 13 ja 14 kantoelementtinä, kantorunko on ohennettu äärimmäisen ohueksi mambraaniksi. Tämä membraani toimii peruselektrodina, joka muodostaa yhdessä vastaelektrodin kanssa kondensaattorin. Elektrodien välisen huokoisen kerroksen dielektrisyysvakio vaihtelee adsorboituneesta kosteudesta riippuen.

Ennen tämän kosteusastemittarin käyttöä piimembraanin ja vastaelektrodin välinen kapasiteetti tai vastus mitataan kuivalla kaasulla. Mittaria käytettäessä lämmitysvastusta 14 lämmitetään sopivan säätökytkennän, joka on myös voitu yhdistää tähän piitä olevaan puolijohderunkoon, avulla Ohmisella lämmöllä siten, että kuivalla kaasulla saatu arvo saavutetaan uudestaan.

Tätä tilaa pidetään säätämällä jatkuvasti yllä, myös kosteusasteen muuttuessa. Ympäröivän kaasun kosteusaste saadaan vastaanotetusta lämmitystehosta.

Kuvion 1 mukaista kosteusastemittaria valmistettaessa lähtömateriaalina käytetään <100>-suuntautunutta piikiekkoa, jonka paksuus on 0,5 mm. Yhdelle kiekolle voidaan samanaikaisesti valmistaa useampia kosteusastemittareita. Kiekon 10 pinta suojataan esimerkiksi siten, että sille kerrostetaan epitaksisesti muutaman mikrometrin paksuinen piinitriittikerros 11 ennen sähkökemiallista syövytysprosessia. Tästä piinitriittikerroksesta poistetaan pieniä alueita 15, joiden ala on joitakin 100 neliömikrometrejä, ja näiden alueiden alla oleva piikerros muunnetaan erittäin huokoiseksi piikerrokseksi 12 sähkökemiallisella syövytysprosessilla, joka ulottuu 0,1 mikrometristä muutaman mikrometrin syvyydelle. Syövyttävä liuos koostuu edullisesti 10-33 paino-%:sta HF-happoa sekä 50 paino-%:sta etanolia. Virran tiheys on alueella 0,1-200 mA/cm², ja käytetyn kiekon ominaisvastus on alueella 0,001-1 Ohm/cm.

Tämä koko rakenne huokoisine alueineen käy läpi termisen hapetuksen huokoisten kerrosten 12 hapettamiseksi. Hapetus toteutetaan edullisesti 300 °C:n lämpötilassa 2 tunnin ajan puhtaassa happi-ilmakehässä yhden molekyylin paksuisen piidioksidikerroksen saamiseksi huokoisten kerrosten 12 päälle.

Seuraavassa valmistusvaiheessa suorakulmaisesti sijoitetut sähköä johtavat reitit 13 ja 14 kerrostetaan eristekerroksena toimivan piinitriittikerroksen päälle. Sitten muodostetaan kosteutta läpäisevät vastaelektrodit suojanaamion avulla, joka naamio peittää kiekon pinnan, sähköä johtavien reittien 13 sekä huokoisten kerrosten alueita lukuunottamatta. Tämä toimenpide tapahtuu edullisesti noin 10 nm:n paksuisen kultakerroksen katodisumutuksena tai höyrytyksenä suuressa vakuumissa.

Kiekon kääntöpuoli syövytetään ohueksi mikrorakennetekniikasta tutuilla menetelmillä alueiden 16 kohdalta siten, että mem-

braanin paksuudeksi saadaan noin 0,5 -20 mikrometriä. Syövyttävänä liuoksena tässä anisotrooppisesti vaikuttavassa syövytysprosessissa käytetään esimerkiksi kaliumhydroksidiliuosta. Jotta membraani saataisiin kytketyksi vieläkin paremmin termisesti irti suojareunasta, jäljelle jäänyt piikerros voidaan poistaa täydellisesti rengasmaisista alueista.

Elektrodeina toimivien membraanien pintaliitosten toteuttamiseksi kiekon kääntöpuolelle levitetään metallikerros sen jälkeen, kun luonnollinen oksidi on poistettu kuivakemiallisella syövytysprosessilla. Liitännät voidaan myös toteuttaa kiekon etupuolelta käsin. Tätä tarkoitusta varten eristekerrokseen 11 syövytetään reikiä, ja paljastuneet alueet metalloidaan.

Lopuksi piikiekko jaetaan sopivalla tavalla erillisiksi kosteusastemittarialueiksi.

Patenttivaatimukset

1. Laite kaasujen kosteusasteen mittaamiseksi, jonka laitteen käsittämään kantorunkoon on sijoitettu peruselektrodi, vastaelektrodi sekä huokoinen, johtamaton kerros, t u n n e t t u siitä, että tämä kantorunko on toteutettu elektrodien ja huokoisen kerroksen alueessa äärimmäisen ohuena membraanina, ja että laite käsittää huokoisen kerroksen kuumentamiseksi lämmitys-elementin, jonka vastaanottama lämmitysteho arvioidaan kosteusasteen mittaamiseksi.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että mainittu kantorunko sekä sen käsittämä, äärimmäisen ohut membraani on tehty piitä olevasta yksikiteestä litografisten vaiheiden ja kääntöpuolen syövytyksen avulla.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että mainittu äärimmäisen ohut membraani muodostaa peruselektrodin, jonka päälle on laitettu huokoinen kerros ja sen päälle vastaelektrodi.

4. Jonkin patenttivaatimuksen 1-3 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että mainittu huokoinen, johtamaton kerros on äärimmäisen ohuen membraanin pinnalle syövytetty ja termisen hapetuksen läpikäynyt alue.

5. Jonkin patenttivaatimuksen 1-4 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että vastaelektrodi muodostuu kosteutta läpäisevästä, sähköä johtavasta kalvosta.

6. Jonkin patenttivaatimuksen 1-5 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että vastaelektrodi muodostuu ohuesta metallikalvosta, edullisesti kultakalvosta, joka on levitetty huokoisen kerroksen pinnalle.

7. Jonkin patenttivaatimuksen 1 tai 2 tai 4-6 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että sekä peruselektrodi että vasta-

elektrodi on toteutettu kampamaisina, ja on sijoitettu huokoisen kerroksen pinnalle siten, että näiden "kampojen" piikit ovat sijoittuneet lomittain.

8. Jonkin patenttivaatimuksen 1-6 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että mainitun kantorungon pinnalle on laitettu eristekerros, joka käsittää syvennöksen huokoisen kerroksen alueessa.

9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että lämmityselementti on toteutettu johdinsilmukkana, joka sijaitsee eristekerroksen päällä ja ympäröi huokoisen kerroksen alueen.

10. Patenttivaatimuksen 8 tai 9 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että vastaelektrodin pintaliitäntöjen toteuttamiseksi eristekerroksen päälle on sijoitettu sähköä johtava reitti huokoisen kerroksen välittömään läheisyyteen, ja että tämä vastaelektrodi peittää sekä huokoisen kerroksen että sähköä johtavan reitin.

11. Jonkin patenttivaatimuksen 1-10 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että myös elektroninen kytkentä mittasignaalin arvioimiseksi on yhdistetty samaan kantorunkoon.

12. Menetelmä patenttivaatimuksen 1 mukaisen laitteen valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää vaiheet, joissa:

- yksikiteisen pii-puolijohdekappaleen pinta peitetään eristävällä passivointikerroksella, esimerkiksi piinitriittikerroksella,

- tämä passivointikerros poistetaan eräästä alueesta, ja paljastunut alue muunnetaan erittäin huokoiseksi piikerrokseksi tavanomaisella, ennnalta määrätylle syvyydelle ulottuvalla

sähkökemiallisella syövytysmenetelmällä, ja hapetetaan termisellä hapetuksella,

- passivointikerroksen päälle, paljastetun alueen ympärille kerrostetaan kaksi suunnilleen samansuuntaista johdinsilmukkaa,

- vain huokoisen kerroksen ja sisemmän johdinsilmukan alueet paljaaksi jättävää suojanaamiota käyttäen tämän kerroksen ja tämän johdinsilmukan päälle höyrystetään ohut kultakerros suuressa vakuumissa,

- piitä olevan puolijohdekappaleen kääntöpuoli syövytetään ohueksi litografisilla ja anisotrooppisesti vaikuttavilla syövyttävillä toimenpiteillä siten, että huokoisen kerroksen, elektrodien ja ulomman johdinsilmukan alueeseen syntyy äärimmäisen ohut membraani.

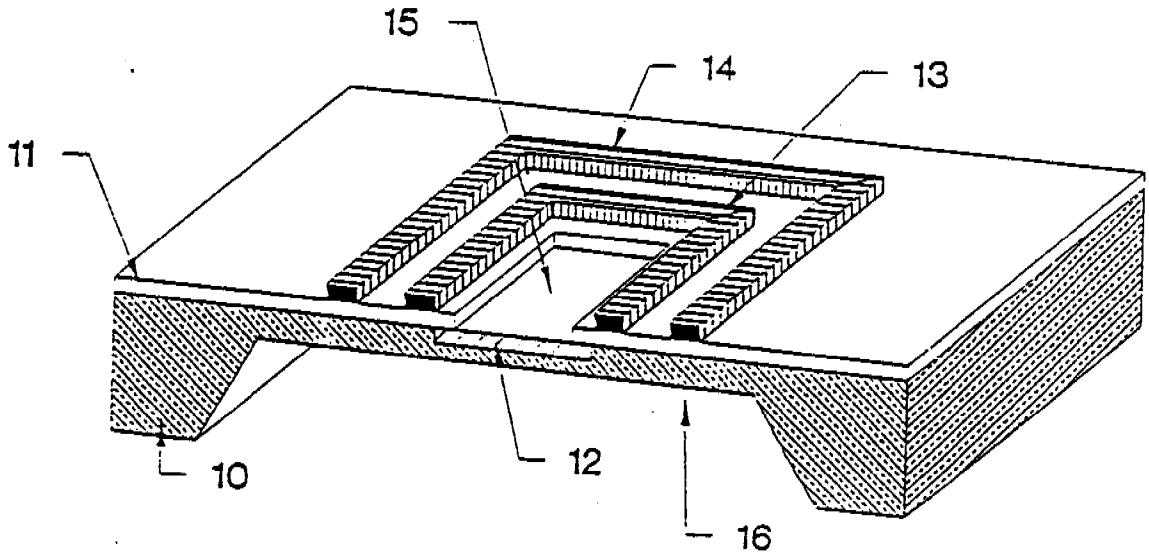


FIG. 1

PATENTTI-JA REKISTERIHALLITUS
PATENTTIOSASTO

TUTKIMUSRAPORTTI

PATENTTIHAK.NRO	LUOKKA	TUTKIJA	TUTKIMUSTUL. SAATU
920182	G01N 27/12	AV	(X) X

TUTKITUT LUOKAT	TUTKITUT MAAT FI SE NO DK CH DE WO EP GB US	TUTK. KESK. *)
G01N 27/00-04	X X X X	
27/12	X X X X	
27/14	X X X X	
27/22	X X X X	

PATENTTIVIRASTOJEN JULKAISUT	LUOKKA	HUOM!
1)		
2)		
3)		
4)		
5)		
6)		
7)		
8)		
9)		

*) TUTKIMUS KESKEYTETTY ESTEEN LÖYTYMISEN TAKIA

KÄÄNNÄ!



Missing

page/

pages