

525/93

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

7

Kivonat

Elrendezés folyadékok mikroszűrésére nukleáris úton
előállított membránokkal

MTA Atommagkutató Intézete, Debrecen, HU

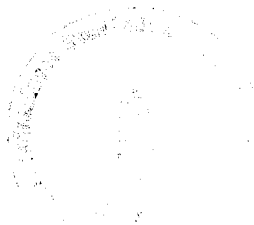
A bejelentés napja: 1993. 02. 15. 26.

A találmány cross flow elven működő spirál modulos mikroszűrő elrendezés amelynél az alkalmazott szűrőmodul nukleáris úton előállított, felületi szűrőként működő "track" membránnal kerül kialakításra. ~~a 2. ábra szerint, ahol az R_1 távtartó minden esetben a szűrési problémához kerül megválasztásra és így a 3. ábra szerinti elrendezésben az F golyóscsappal és P szivattyúval stabil szűrési teljesítmény állítható be a különböző folyadékokra.~~

Az így kialakított spirálmodulos elrendezés folyadékok mikroszűrését teszi lehetővé a 0,1 - 7 μm tartományban, ~~az alkalmazott modul többször, nagy hatásfokkal regenerálható.~~

2. ábra

Atto



Pálkócsy

Alkalmazható, területről és elektronosai /02
integrálható, területről és elektronosai /02
szigetelt membrán mikrovesztés

ÁLTALÁNOS ELŐZMÉNYEK:

Membránkészítési technológiák

Mikromechanikai eljárásokkal készült membránokat Si-ból, SiC-ből, GaAs-ból és rokon vegyületeiből készített szubsztrátokban vagy azok tetején alakítanak ki. A legelterjedtebben használt Si eszközökben a membránok anyaga egykristályos vagy polikristályos szilícium, szilícium dioxid, szilícium-oxinitrid, szilícium-nitrid, szilíciumban dús szilícium-nitrid, ill. egy-egy alkalmazásban szilícium-karbid, vagy polikristályos gyémántréteg, amelyeket a szilícium hordozóból alakítanak ki, illetve arra választanak le, majd a szokványos vékonyréteg leválasztási és ábrakialakítási technikák mellett az alábbi mikromechanikai megmunkálásokat alkalmazzák:

- Felületi mikromechanikai megmunkálás

Az eljárás lényege, hogy először a membrán és a hordozó közötti rés méretének megfelelő vastagságú segédreteget, majd ennek tetejére a membrán anyagául szolgáló réteget választják le. Az utóbbit fotolitográfiai és marási technikákkal alkalmasan perforálva, a segédreteg hozzáférhetővé válik a megfelelő száraz, ill. nedves marószerek számára, így az a membrán alól, szelektíven kioldható. Ezzel az eljárással perforált, maximum 1-2 μ m vastagságú polikristályos vagy amorf szerkezetű önhordó membránok alakíthatók ki a szubsztráttól maximum 1-2 μ m távolságban.

- Tömbi mikromechanikai megmunkálások

A tömbi eljárások során az eltávolítandó anyag a hordozó egykristály, a membrán anyaga lehet leválasztott vékonyréteg, vagy maga a tömbi egykristályos anyag.

A Si tömbi mikromechanikai megmunkálásait osztályozhatjuk az alkalmazott nedves marószerek marási profilja alapján, így a megkülönböztetjük:

- az *anizotróp, alkalikus marást*, melynél a különböző kristálytani irányokban eltérő sebességgel halad a marási front.
- az *izotróp, savas marást*, melynél a marási front minden irányban azonos sebességgel mozog. Ide tartozik a HF alapú elektrokémiai pórusos Si marás.

A marási front iránya alapján előoldali, ill. hátoldali marásokról beszélhetünk. Előoldali marással csak perforált, hátoldali marással zárt és perforált membránok egyaránt kialakíthatóak.

A technika mai állása szerint a felsorolt Si alapú membránkészítési technológiák közül döntően a felületi eljárásokat és a lúgos (alkalikus) marási módszereket alkalmazzák. A felületi eljárások súlyos hátrányát jelentik a geometriai korlátok és a jó mechanikai tulajdonságú egykristályos Si membrán kialakításának költséges és nehézkes módja (smart cut technika). A lúgos marási módszerekkel kialakított membránok és az üregek alakját és méretét szigorúan behatárolja a lúgos marás anizotróp tulajdonsága. A felületi eljárások jól integrálhatók a klasszikus integrált áramkörti technológiába és lehetőséget adnak az elektronikával kombinált integrált érzékelők (smart sensors) előállítására. A lúgos marószerek eszközfizikai inkompatibilitása miatt lúgos technikák nem, vagy csak rendkívül korlátozott mértékben alkalmazhatóak ezen a területen.

Az *elektrokémiai pórusos Si marás* lehetőséget ad tetszőleges alakú membránok kialakítására és azok kristálytani irányoktól független elhelyezésére. Az alkalmazott vegyszerek a Si

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

megmunkálásban nem jelentenek szennyezést, bár egyes rétegekre (SiO_2 , Al) nem elégségesen szelektívek. A pórusos Si mikromechanikai megmunkálásának továbbfejlesztésével a tömbi és a felületi mikromechanikai eljárások előnyei is egyesíthetők.

Találmányunkban leírt új szerkezetek a pórusos Si mikro-megmunkálási technika lehetőségeinek kihasználásával állíthatók elő. Az alábbiakban megadjuk a megmunkálás lényegi pontjait és az előállítható szerkezetek lehetséges alkalmazási területeit.

A találmány ismertetése:

Tervezhető alakú alátámasztással stabilizált, megnövelt teherbírású, elektromosan és termikusan szigetelt, szabadon álló vagy felfüggesztett, integrálható mikromechanikai membránok előállítása az alábbiak szerint:

- 0.01-100 Ωcm fajlagos ellenállású, p típusú, bármilyen orientációjú Si hordozón kis nyomású kémiai gőzfázisú rétegleválasztással (LPCVD) szilíciumban dús, csökkentett maradó mechanikai feszültségű (<500GPa), de termikusan és elektromosan jól szigetelő, (30-40W/Km fajlagos hővezetésű, $\rho > 50\text{M}\Omega\text{cm}$ fajlagos ellenállású), nem sztöchiometrikus (Si:N=1,0-1,1:1,0), 0,1-2 μm vastag szilícium-nitrid réteget leválasztva,
- a szilícium-nitrid rétegből szokványos fotolitográfiai eljárással és vékonyréteg marással (H_3PO_4 , ill. plazmamarási technikák) a tervezett geometriájú membránnak megfelelő nitrid ábrát kialakítva,
- A Si szelet hátoldalának teljes felületén kis ellenállású ohmos kontaktust készítve, (a levált nitrid és a natív oxidréteget lemarva, nagy ellenállású Si esetén hátoldali adalékolással - ionimplantálással, vagy bór, ill. foszforüveg felpárologatással és az ezt követő termikus aktiválás utáni oxid eltávolításával - és/vagy további fémréteg leválasztásával),
- HF tartalmú marószerben a Si anódos előoldali elektrokémiai marásával a kristály mélységében, és a felületén kialakított szilícium-nitrid alakzatok alatt izotróp profillal, az elektrokémiai marás paramétereitől (az elektrolit $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ aránya és az alkalmazott 1-50mA/cm² áramsűrűség,) függően 40-90% porozitású (az üreg térfogat %-a a Si-ban) pórusos Si réteget kialakítva oly módon, hogy a marás a felfüggesztendő membrán alakzat súlyvonaláig, ill. annak maximum 120-180%-ig tartson, majd
- hig, szervesetlen lúgban, vagy plazmamarással a pórusos Si szelektív eltávolításával.

A fenti technikával kialakíthatók olyan szabadon álló vagy felfüggesztett membrán szerkezetek, amelyeket a membrán geometriai alakjától függően a súlypontjukban ill. súlyvonalukban - az elektrokémiai marás önkorlátozó jellege miatt - egy vékony, néhány tized μm vastagsággal jellemezhető, egykristályos Si rúd, vagy fal támaszt meg. (1. ábra)

Az alátámasztás alakja a membrán geometriájától, az alámarás mértékétől, az egykristály fajlagos ellenállásától és a pórusos Si eltávolításához használt marási technikáktól függ.

Az alátámasztott membránok megnövelt mechanikai stabilitásuk révén alkalmasak vastagréteg technikákkal felvihető, μg -mg tömegű anyagok hordozására.

Az alátámasztó Si fal/rúd a Si marószereivel szelektíven kioldható.

Szabadalmi igénypontok:

1. Alátámasztással stabilizált, integrálható, termikusan és elektromosan szigetelt membrán mikroszerkezetek és előállítási technikájuk azzal jellemezve, hogy a tipikusan 0,1-3,0 μ m vastag, 10 μ m-től 1mm-ig terjedő laterális méretű, szabadon álló vagy felfüggesztett, nem sztöchiometrikus, szilíciumban dús szilícium-nitrid membrán legkisebb laterális méretének 60-90%-ig pórusos Si mikromechanikai eljárással alámárva, a membrán súlyvonalában, ill. a súlypontjában *önbeálló módon* szub-mikrométeres falvastagságú egykristályos szilícium alátámasztás alakítható ki, miáltal az alátámasztott membrán-szerkezetek jellemzően 1 μ g-1mg tömegű anyag hordozására is képesek.
2. Az 1. Pontban leírt szerkezet azzal jellemezve, hogy az egykristályos Si alátámasztás önbeálló vastagsága az alakristály fajlagos ellenállásnak megfelelő megválasztásával méretezhető.
3. Az 1. Pontban leírt szerkezet azzal jellemezve, hogy ha a membrán alakja *szabályos síkidom* (zárt poliéder vagy kör), az alátámasztás a membrán súlypontjában támadó szub-mikrométer vastagságú egykristályos szilícium oszlop. (2.a, 2.b. ábra)
4. Az 1. Pontban leírt szerkezet azzal jellemezve, hogy ha a membrán alakja *nem szabályos síkidom* (aszimmetrikus poliéder, vagy aszimmetrikus, nem egyenesekkel határolt alakzat), az alátámasztás a membrán hossz tengelye mentén húzott súlyvonalban támadó szub-mikrométer falvastagságú egykristályos szilícium fal. (3.a., 3.b. ábra)
5. Az 1. Pontban leírt szerkezet azzal jellemezve, hogy ha a membrán alakja *perforált* poliéder, kör, vagy tetszőleges síkidom, az alátámasztás a membrán külső és belső éle között, félúton támadó, megfelelő alakú, szub-mikrométer vastagságú egykristályos szilícium fal. (4. ábra)
6. Az 1. Pontban leírt szerkezet azzal jellemezve, hogy ha a *membrán periodikusan ismétlődő szabályos, szabálytalan zárt síkidomokból áll*, ahol a jellemző membrán méret váltakozva kicsi és nagy, az alátámasztás periodikusan ismétlődően a membrán szélesebb elemeinek súlyvonalában támadó szub-mikrométer vastagságú egykristályos szilícium fal vagy oszlop. (5. ábra)
7. Az 1. Pontban leírt szerkezet azzal jellemezve, hogy ha a membrán egyes részeinek aljához egy-egy előzetesen leválasztott fém tömb csatlakozik, az 1-6 pontban leírt alátámasztások csak a membrán szilícium-nitrid részein, az 1-6 pontban megfogalmazott módon alakulnak ki. (6. ábra)
8. Az 1. Pontban leírt szerkezet azzal jellemezve, hogy ha a membrán egyes részeinek aljához egy-egy előzetesen n+, p+ típusúvá adalékolt, egykristályos szilícium tömb csatlakozik, az 1-6 pontban leírt alátámasztások csak a membrán szilícium-nitrid részein, az 1-6 pontban megfogalmazott módon alakulnak ki. (6. ábra)

Alkalmazások:

1. Termikusan szigetelt mikro-fűtőtestek:
 - Katalitikus elven működő gázérzékelők (pellisztorokban, amelyekben a katalizátor anyagot nagy felületű, nagy tömegű (μ g-mg) pórusos mátrixban oszlatják el.)
 - Taguchi-típusú érzékelők (melyekben az érzékelő anyag nagy felületű, nagy tömegű félvezető fém-oxid, vagy polimer)
 - Hővezető képesség mérésén alapuló gázérzékelők
 - Áramlás érzékelők

- Mikroreaktorok
- Alacsony hőmérsékleten működő termikus érzékelők (bolométerek, diódák, termopárok)

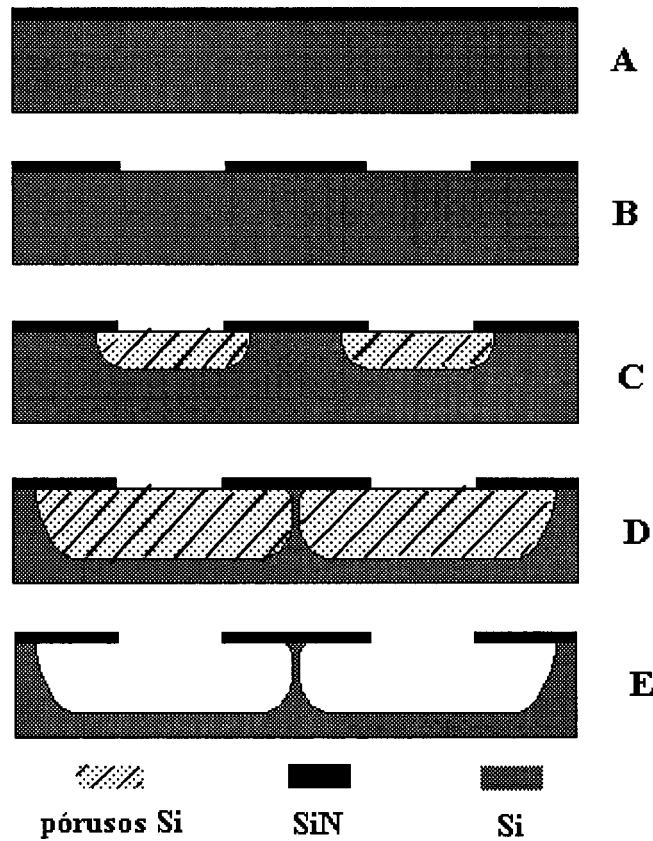
2. Mikrokapcsolók

3. Elmozdulás korlátozók

4. Mikrotükrök

Mali 03. 12. 04.

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY



1.ábra: Szub-mikrométer vastag egykristályos Si oszloppal alátámasztott szilícium.nitrid membrán készítése

- A. - szilícium-nitrid leválasztása
- B. - szilícium nitrid perforálása (fotolitográfia és nitrid marás)
- C. - elektrokémiai pórusos Si marás megkezdése - izotróp marási profil
- D. - pórusos marás vége (mélységi és alámarás mértéke 0,6-0,8-szor a középső membrán szélessége)
- E. -pórusos Si szelektív kioldása

124

**KÖZZÉTÉTELI
 PÉLDÁNY**

Szolgálati találmány

**ALÁTÁMASZTÁSSAL STABILIZÁLT, INTEGRÁLHATÓ,
 TERMIKUSAN ÉS ELEKTROMOSAN SZIGETELT MEMBRÁN
 MIKROSZERKEZETEK**

Bejelentő: MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézet
 1121 Budapest, Konkoly-Thege Miklós út 29-33.
 postacím: 1525 Budapest, Pf. 49.

Feltalálók:	Ádám Antalné	2092 Budakeszi, József Attila utca 63/B	25%
	Bársony István	1125 Budapest, Istenhegyi út 54/c	25%
	Dücső Csaba	1122 Budapest, Határőr út 11.	25%
	Vázsonyi Éva	1026 Budapest, Torockó utca 20.	25%

A bejelentés napja: 2002. szeptember 9.

A szabadalmi oltalom kívánt területe: Magyarország

A bejelentő képviselője:
 Honty László 1121 Budapest, Konkoly-Thege Miklós út 29-33.
 postacím: 1525 Budapest, Pf. 49.

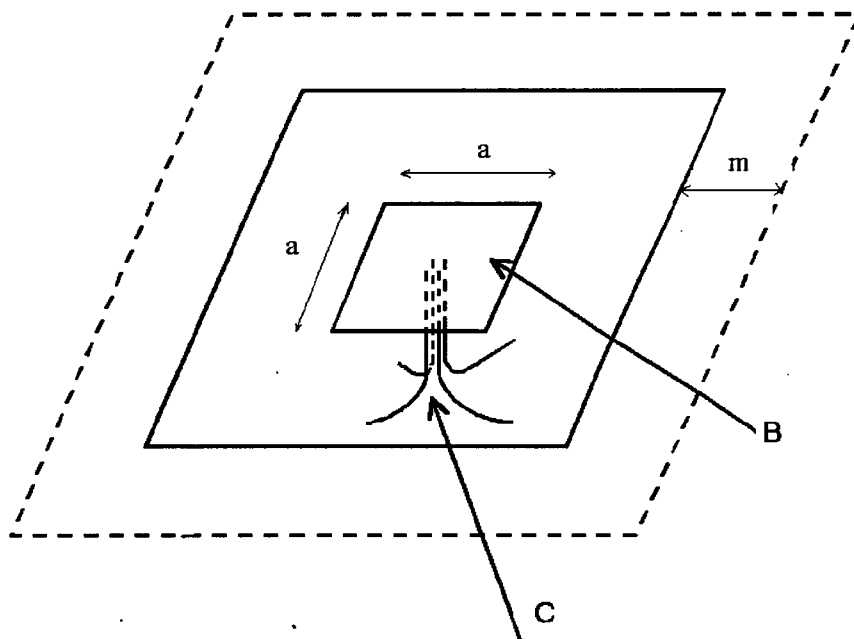
KIVONAT

A szabadalom tárgya mikromechanikai eljárás és eszköz, melynek fő alkotóeleme a **megnövelt mechanikai teherbírású**, elektromosan szigetelt, nagy termikus ellenállású, felfüggesztett, vagy szabadon álló, mikromechanikai eljárással előállított **membrán**. Az eszköz előállítására a Si kristály elektrokémiai megmunkálása (pórusos Si tömbi mikromechanikai eljárás) és a szokványos vékonyréteg technológiai műveletek (vékonyréteg leválasztási, fotolitográfiai ábrakialakítás, vékonyréteg nedves, vagy száraz marásai és Si adalékolási eljárások) kombinációja szolgál. A membrán-eszközök jellemzője, hogy az alátámasztást a súlyvonalukban, vagy súlypontjukban kialakított szub-mikrométer vastag egykristályos Si fal illetve oszlop valósítja meg. Az alátámasztó oszlop, illetve fal alakja a membrán geometriájától az alámarási módszertől és az egykristály típusától függ. Az egy-, vagy többrétegű membrán anyaga Si-ban dús szilícium-nitrid, *amelyben, ill. amelyen* elektromosan vezető és félvezető struktúrák alakíthatók ki. A *membrán aljához* n-típusú egykristályos Si tömb is csatolható. A jellemzően 0,1-3µm vastag, 10µm-1mm laterális méretű membránok tetejére nagy tömegű (µg-mg) anyagok (pl. érzékelők) választhatók le a membrán mechanikai sérülése nélkül. Az eljárással készített megnövelt mechanikai stabilitású membránok alkalmazási területei: mikroérzékelők, mikroreaktorok és mikroaktuátorok.

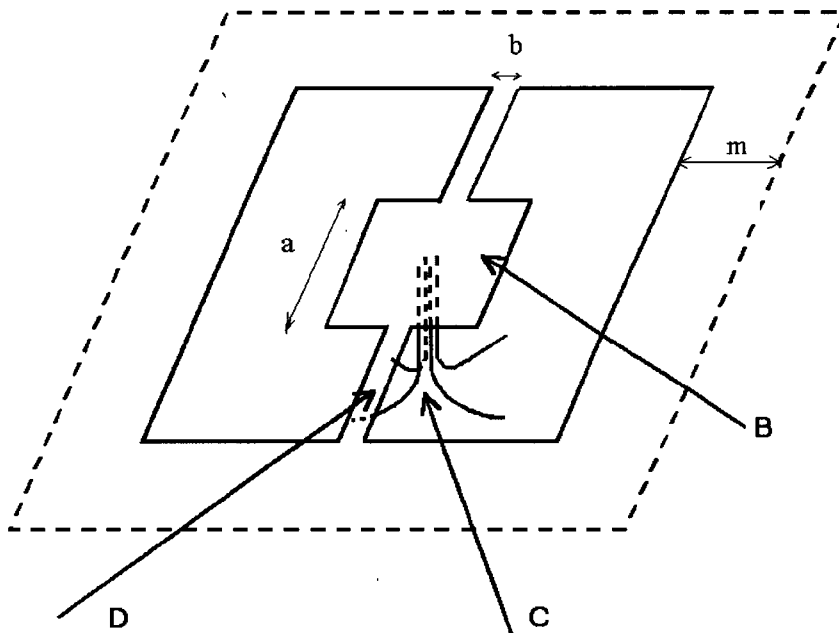
1. ábra. 

03. 12. 04.

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY



2.a. ábra.



2.b. ábra.

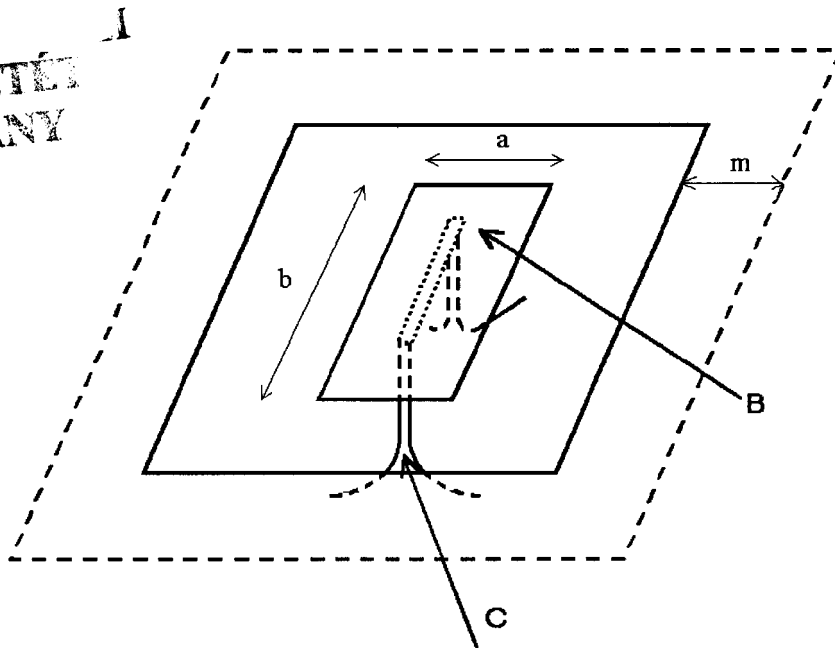
2. ábra. Szub-mikrométer vastag egykristályos Si oszlop kialakulása zárt, szabályos poliéder, vagy kör alakú, szabadon álló (2.a) és felfüggesztett (2.b.) szilícium-nitrid membrán alatt.

- m: pórusos Si marás mértéke, $m=(0,6\div 0,8)a$.
- a: membrán oldalhossza, ill. a membrán legkisebb átmérője
- B: szabályos, zárt alakú szilícium-nitrid membrán
- b: szilícium-nitrid felfüggesztés szélessége ($b < a/2$)
- C: szub-mikrométer vastag egykristályos Si oszlop. Az oszlop aljának alakját az izotróp marási profil adja meg.
- D: szilícium-nitrid felfüggesztés

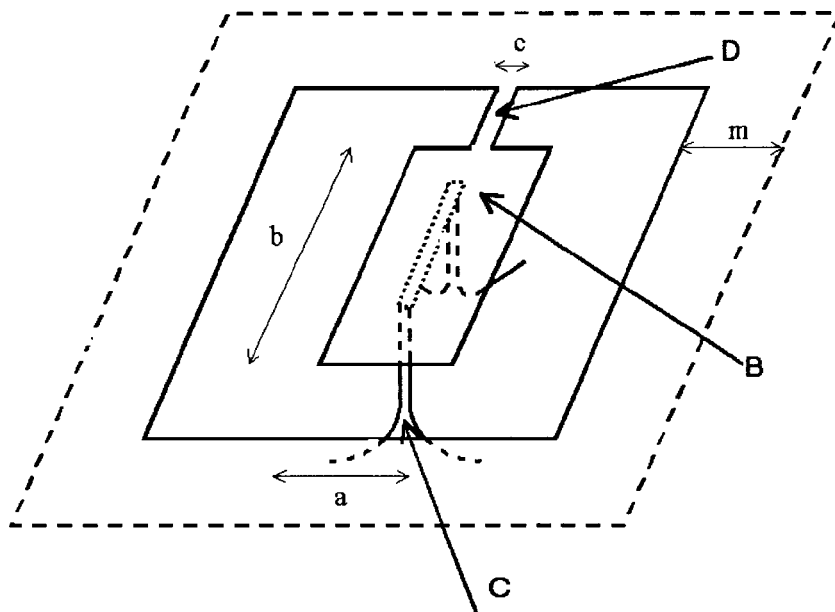
Handwritten signature

02

KÖZZÉTÉTEL
PÉLDÁNY



3.a. ábra.



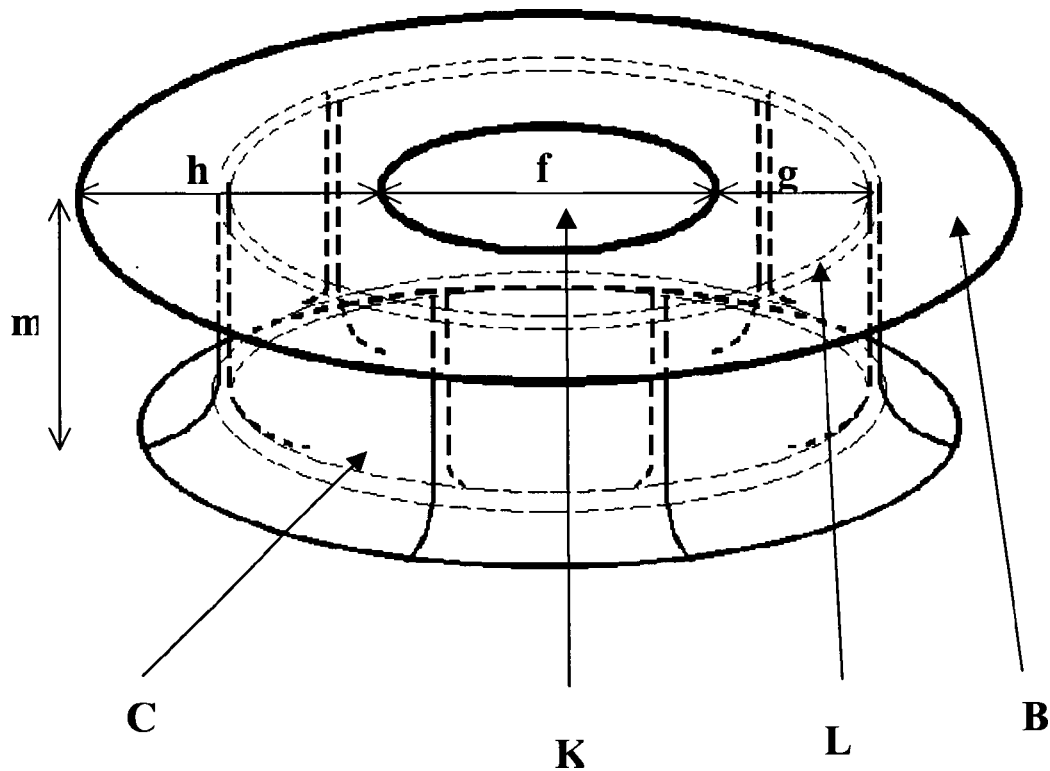
3.b. ábra.

3. ábra. Szub-mikrométer vastag egykristályos Si fal kialakulása zárt, aszimmetrikus alakú, szabadonálló (3.a) és felfüggesztett (3.b.) szilícium-nitrid membrán alatt.

- m: pórusos Si marás mértéke, $m=(0,6\div 0,8)a$
- a: membrán rövidebb oldalának hossza, ill. a membrán legkisebb átmérője
- B: szabályos, zárt alakú szilícium-nitrid membrán
- b: a membrán hosszabb oldala
- c: szilícium-nitrid felfüggesztés szélessége ($c < a/2$)
- C: szub-mikrométer vastag egykristályos Si fal
- D: szilícium-nitrid felfüggesztés

Arh

KÖZZÉTÉTELI
 PÉLDÁNY

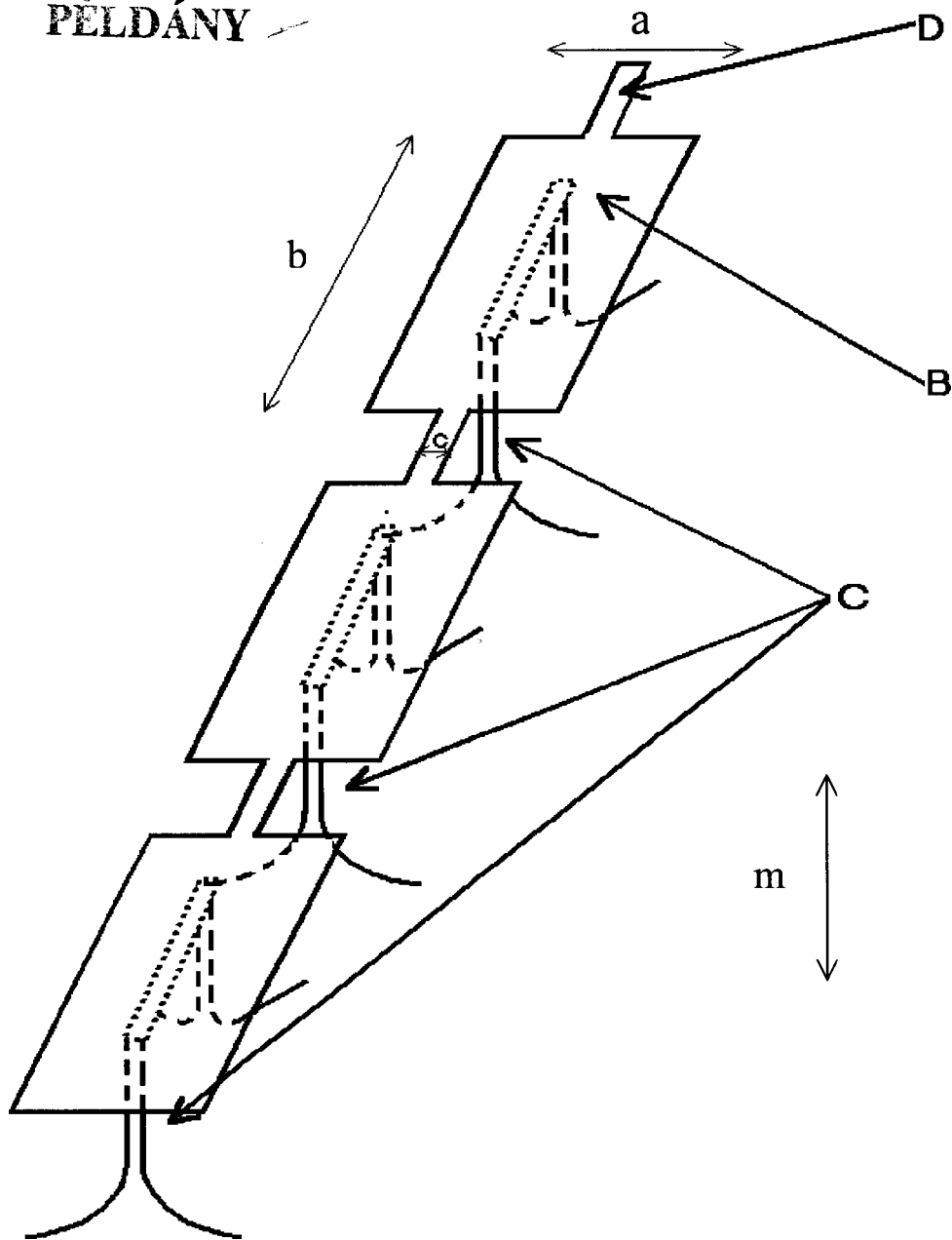


4. ábra. Szub mikrométer vastag egykristályos Si fal kialakulása zárt, bármilyen alakú, szabadonálló vagy felfüggesztett, perforált szilícium-nitrid membrán alatt. Az ábra szimmetrikus, kör alakú, közepén perforált membránt ábrázol.

- m: pórusos Si marás mértéke, $m=(0,6\div-0,8)h$
- B: perforált szilícium-nitrid membrán
- C: szub-mikrométer vastag egykristályos Si fal
- g: A szilícium-nitrid középvonalának (L), az alátámasztó fal támadási élének távolsága a membrán belső élétől (itt kör alakú)
- h: A szilícium-nitrid szélessége. Szabálytalan alakú testnél pontról pontra más, itt gyűrű alakú.
- K: Perforáció a szilícium-nitrid membránon (itt kör alakú, f átmérővel)
- f: a perforáció átmérője

Handwritten signature

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY



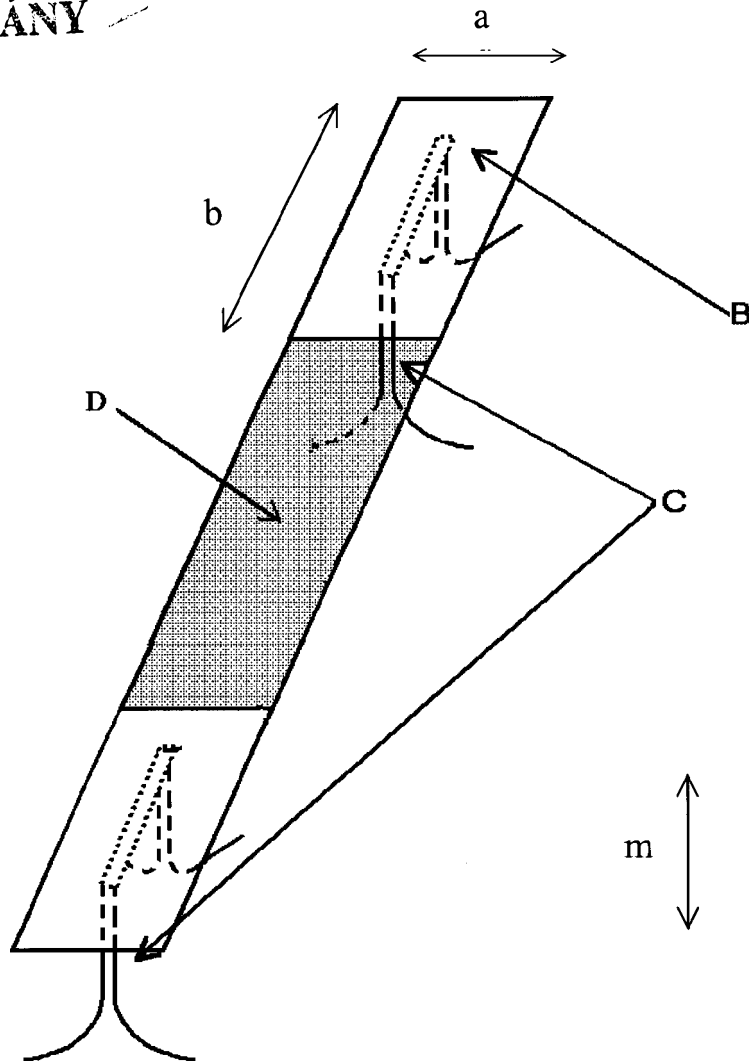
5. ábra. Szub-mikrométer vastag egykristályos Si falak és/vagy oszlopok kialakulása zárt, váltakozó szélességű szilícium-nitrid membránok alatt.

- m: pórusos Si marás mértéke, $m=(0,6\div 0,8)a$
- a: a szélesebb membránok rövidebb oldalának hossza, ill. a szélesebb membrán legkisebb átmérője
- B: zárt szilícium-nitrid membrán nagyobb szélességgel
- b: a szélesebb membrán hosszabb oldala
- c: a keskenyebb membrán szélessége ($c < a/2$)
- C: szub-mikrométer vastag egykristályos Si fal
- D: zárt szilícium-nitrid membrán kisebb szélességgel

Handwritten signature or initials.

02

**KÖZZÉTÉTELI
 PÉLDÁNY**



6.ábra. Megszakított alátámasztás kialakítása a szilícium-nitrid membrán egyes részei alatt kialakított n+ Si réteg, vagy előzetesen leválasztott fémréteg kialakításával

- m: pórusos Si marás mértéke, $m = (0,6 \div 0,8)a$
- B: szabadon álló, vagy felfüggesztett szilícium-nitrid membrán
- C: szub-mikrométer vastag egykristályos Si fal (vagy oszlop) alátámasztás a nitrid membrán alatt.
- a, b: az alátámasztás alakját meghatározó membrán-méretek
- D: A szilícium-nitrid membrán alatt előzetesen n+, p+-nak adalékolt Si terület, vagy leválasztott fém alatt az alátámasztás nem alakul ki.

[Handwritten signature]