DOI 10.5162/sensoren2024/C3.4

Batch-Fabrikation und Schwingungscharakterisierung ko-resonant gekoppelter Cantilever-Systeme für Sensoranwendungen

Ioannis Lampouras[1], Julia Körner[2]
[1]Leibniz Universität Hannover, Hannover, 30167, Deutschland
lampouras@geml.uni-hannover.de; koerner@geml.uni-hannover.de

Zusammenfassung

In diesem Beitrag wird ein Herstellungsprozess für ko-resonant gekoppelte Cantilever-Sensoren vorgestellt. Das Funktionsprinzip derartiger Sensoren beruht auf der mechanischen Kopplung in Kombination mit der Eigenfrequenzanpassung beider Schwinger, womit eine sehr hohe Messempfindlichkeit für die Detektion kleinster Massen und Kräfte erreicht werden kann.
Die nötigen Voraussetzungen zur Einstellung eines ko-resonanten Zustandes stellen hohe Anforderungen an die Präzision und Kontrolle eines möglichen Herstellungsprozesses. Hier wird ein neu entwickelter Batch-Prozess vorgestellt, mit dem es erstmals möglich wird, ko-resonant gekoppelte Strukturen mit vordefinierten Parametern und Eigenschaften auf Basis von Silizium-Nitrid reproduzierbar durch Mikrofabrikation herzustellen. Sowohl bei der statischen (Abmessungen) als auch der dynamischen Charakterisierung (Schwingungsverhalten) zeigen die erzeugten Strukturen die gewünschten Eigenschaften.

Keywords: Cantilever-Sensoren, ko-resonantes Prinzip, Mikrofabrication, Batch-Prozess, Silizium-Nitrid

Motivation

Cantilever Sensoren finden eine breite Anwendung zur Untersuchung von Materialien, beispielweise mittels Rastersondenmethoden, sowie für Gasssensorik oder Massendetektion [1,2]. Im Zuge einer zunehmenden Miniaturisierung der zu untersuchenden Proben bzw. immer kleineren Messgrößen ist eine Steigerung der Sensitivität eine zentrale Herausforderung für derartige Sensoren. Dieser kann zum Beispiel durch eine Reduzierung der Abmessungen in den Nanometerbereich begegnet werden. Auf Grund der geringen Federkonstante und effektiven Masse des Cantilevers kann dadurch eine sehr hohe Empfindlichkeit erreicht werden, jedoch ist eine stabile und zuverlässige Schwingungsdetektion mit in kommerziellen Geräten etablierten Laser-basierten Methoden kaum möglich. Stattdessen müssen komplexe Methoden zur Bestimmung des Schwingungsverhaltens eingesetzt bzw. völlig neue Ansätze zur Steigerung der Empfindlichkeit entwickelt werden [3,4].

Das ko-resonante Prinzip

Die Nutzung eines ko-resonanten Zustandes von gekoppelten Schwingern ist ein solches Konzept, mit dem eine deutliche Steigerung der Empfindlichkeit erreicht werden kann, während weiterhin eine Detektion des Schwingungszustandes mit etablierten Methoden möglich ist [5]. Es basiert auf der mechanischen Kopplung und Eigenfrequenzanpassung zwischen einem Mikrocantilever und einem hochempfindlichen Nanocantilever. Wenn die Eigenfrequenzen dieser beiden Schwinger trotz deutlich unterschiedlicher Geometrien auf eine Abweichung von weniger als 20% angepasst werden, entsteht ein ko-resonanter Systemzustand. Hierbei wird jede Änderung des Schwingungszustandes des Nanocantilevers durch einen äußeren Einfluss (z.B. Massebeladung oder Kraftwirkung) auf den Mikrocantilever übertragen, an welchem die Schwingungsdetektion mit Laser-basierten Methoden erfolgt. In verschiedenen Experimenten konnten mit diesem Prinzip Signalsteigerungen um mehrere Größenordnungen erreicht werden [5-7].

Herausforderung: Sensorherstellung

Der Kernaspekt des Konzeptes ist die Eigenfrequenzanpassung der Schwinger während diese gleichzeitig geometrisch auf ihre jeweilige Aufgabe optimiert sind, d.h. der Nanocantilever möglichst sehr biegeweich und mit geringer Masse (d.h. Dicken im Nanometerbereich), und der Mikrocantilever mit einer Breite von mindestens 5-10 µm und einer Dicke im einstelligen Mikrometerbereich zur

stabilen Schwingungsdetektion.
Eine Möglichkeit der Frequenzanpassung ist das Trimmen bzw. die Masseabscheidung auf dem Nanocantilever, um dessen üblicherweise höhere Eigenfrequenz an die des Mikrocantilevers anzunähern. Dies ist jedoch ein Fehleranfälliger Prozess, der zudem kaum die Einstellung vorhersagbarer Sensorparameter erlaubt und für eine Massenproduktion gleichartiger Sensoren ungeeignet ist.
Eine weitere Möglichkeit besteht in der Wahl geeigneter Abmessungen, so dass eine inhärente Eigenfrequenzanpassung erreicht wird. Diese passenden Geometrien können auf Grundlage theoretischer Modelle ausgehend von den gewünschten Sensorparametern errechnet werden [8]. Dies stellt jedoch hohe Anforderungen an einen Herstellungsporozess, da die berechneten Abmessungen mit hoher Präzision erzeugt werden müssen. Das betrifft insbesondere das Aspektverhältnis des Nanocantilevers, für welchen überlicherweise Dicken im Bereich weniger Nanometer bei Längen von mehreren zehn Mikrometern erforderlich sind.

Lösung: Batch-Prozess für ko-resonante Sensoren auf Silizium-Nitrid-Basis

Hier wird ein Prozess vorgestellt, mit dem derartige ko-resonant gekoppelte Cantileversysteme aus Siliziumnitrid mit konventionellen Mikrostrukturierungsmethoden hergestellt werden können (Abb. 1 und 2) [9].
Das Ausgangsmaterial ist 1 µm dickes spannungsarmes Siliziumnitrid (SiN) auf einem 380 µm Siliziumwafer. Zunächst werden auf der Vorderseite des Wafers die Geometrie des Mikrocantilevers und der Bereich des Nanocantilevers photolithographisch definiert und mittels Trockenätzen auf die gewünschte Dicke des Nanocantilevers abgedünnt (Zieldicke im Beispielsensor: 100 nm). Auf der Rückseite des Wafers wird der gesamte Sensorbereich definiert und das Rückseitensilizium mittels nasschemischem KOH-Ätzen entfernt. Anschließend wird der Nanocantilever mittels Trockenätzschritt auf der Vorderseite in der gewünschten Länge freigestellt und abschließend der Fotolack mittels Sauerstoffplasma entfernt, um ein Verbiegen oder Abreißen des Nanocantilevers zu verhindern.

Mit dem entwickelten Herstellungsprozess können ko-resonant gekopplelte Cantilever-Sensoren mit geometrischer Eigenfrequenzanpassung und vordefinierten Sensorparametern mit hoher Präzision und Reproduzierbarkeit im Batch-Prozess hergestellt werden. Bei der Prozessierung mehrerer Wafer wurde eine durchschnittliche Ausbeute von intakten Sensoren pro Wafer von 83,6% bestimmt. Als intakt gelten dabei alle Sensoren, bei denen der Nanocantilever nicht abgerissen oder verbogen ist.

Für die wichtigsten Geometrieparameter Länge und Dicke des Nanoncantilevers, welche schlussendlich die Empfindlichkeit des System bestimmen, wurde eine Abweichung von ±1,4% bzw. ±20% zwischen den hergestellten und den erwarteten Werten erreicht. Dies führt zu einer Streuung der Eigenfrequenz des Nanocantilevers von ±11% [9].

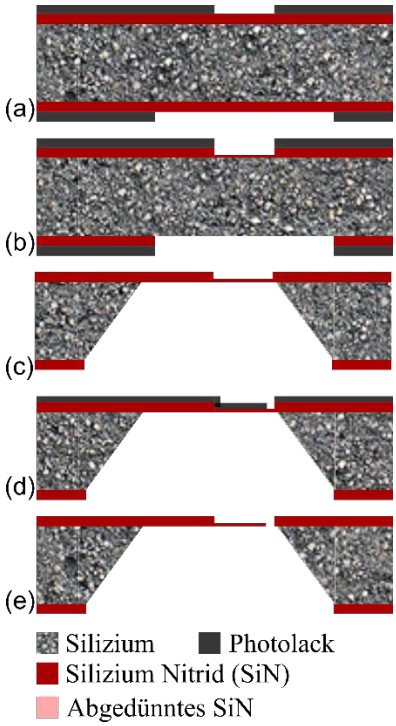

Abb. 1: Seitenansicht der wichtigsten Prozessschritte zur Herstellung ko-resonant gekoppelter Systeme. (a) Photolackstrukturierung der Vorder- und Rückseite; (b) Abdünnen des Nanocantilever-Bereiches auf der Vorderseite und Öffnen des SiN der Rückseite; (c) Freistellen der Struktur durch KOH-Ätzen des Rückseitensiliziums; (d) Definieren der Nanocantileverlänge; (e) Fertige Struktur nach RIE zum Release des Nanocantilevers und Entfernung des Photolackes mittels Sauerstoffplasma (angelehnt an [9]).

Die vergleichsweise große Schwankungsbreite der Dicke des Nanocantilevers resultiert maßgeblich aus der Dickenvariation der SiN-Schicht des Ausgangswafers. Die Prozessierung mehrerer Wafer hat gezeigt, dass eine präzise Vorcharakterisierung der SiN-Dicken mittels Ellipsometrie sehr wichtig ist, um

im Layout die Geometrien der beiden Cantilever, sowie im Prozess die Trockenätzeit zum Abdünnen abzustimmen.

In diesem Fall liegen reproduzierbar ca. 70% der hergestellten Strukturen pro Wafer in einem Bereich von ±20% des vordefinierten Frequenzanpassungsgrades [9].

Charakterisierung der dynamischen Schwingungseigenschaften

Zusätzlich zur Analyse der geometrischen Abmessungen wurde das dynamische Schwingungsverhalten der hergestellten Systeme charakterisiert um zu ermitteln, ob das berechnete Verhalten und mithin die gewünschten Sensoreigenschaften erreicht werden können. Hierzu wurden entsprechende Schwingungsexperimente in der Vakuumkammer eines Rasterelektronenmikroskops (REM) durchgeführt. Der dafür entworfene Schwingungs-Probenhalter besteht aus einer Scherpiezo-Platte mit einem aufgeklebten Aluminiumblock auf dem das zu charakterisierende Sensorsytem mittels Leitsilber angebracht wird (Abb. 2c). Der Piezo wird von außen mit einem Funktionsgenerator mit einer sinusförmigen Wechselspannung angeregt. Durch die Geometrie des Probenhalters wird die Scherbewegung des Piezos in eine Schwingungsanregung des gekoppelten Cantileversystems in dessen Vorzugsrichtung übersetzt und die Auslenkung kann direkt im REM beobachtet werden (vgl. Inset in Abb. 2c).

Tab. 1: Eigenschaften des in Abb. 2 gezeigten ko-resonanten Systems. Bei f_{eigen} handelt es sich um die Eigenfrequenzen der Einzelbalken, die aus den geometrischen Abmessungen berechnet wurden. Die Resonanzfrequenzen des gekoppelten Systems wurden aus Schwingungsexperimenten und aus theoretischen Rechnungen bestimmt.

Einzelcantilever		
	Mikrocanti-lever	Nanocanti-lever
Länge	103,1 µm	34 µm
Breite	39,5 µm	2 µm
Dicke	0,9884 µm	0,1034 µm
f_{eigen}	145.58 kHz	139.63 kHz
Gekoppeltes System		
	f_a (linker Peak)	f_b (rechter Peak)
Messung	105,8 kHz	114,8 kHz
Rechnung	138,47 kHz	146,80 kHz

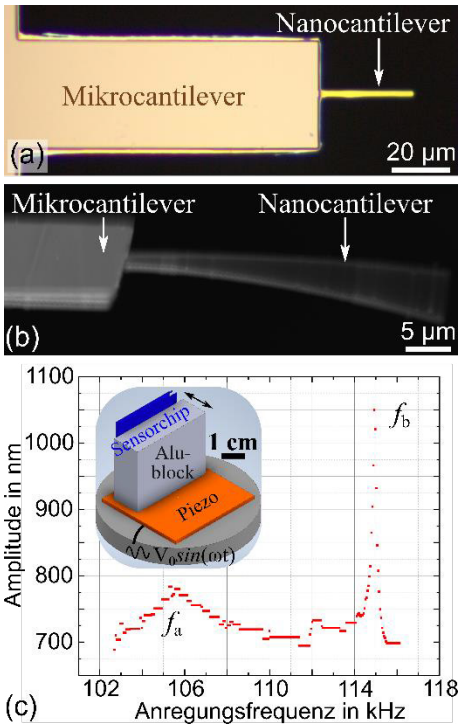

Abb. 2: (a) Draufsicht auf ein exemplarisches hergestelltes ko-resonantes Cantilever-System aus SiN. (b) Seitenansicht im Schwingungsfall (Anregungsfrequenz 116,4 kHz, Spannungsamplitude am Piezo 1000 mV, wobei nur das freie Ende des Mikrocantilevers und der Nanocantilever gezeigt ist. (c) Amplitudenfrequenzgang des exemplarischen Sensors (Eigenschaften in Tab. 1). Das Inset zeigt eine schematische Darstellung des Schwingungsprobenhalters.

Zu Aufnahme von Amplitudenfrequenzgängen wird die Anregungsfrequenz des Piezos im entsprechenden Bereich um die Resonanzfrequenz des Systems gesweept und für jede Frequenz ein REM-Bild gespeichert. Mittels Postprozessing können aus diesen Bildern die Amplituden beider Cantilever bestimmt und daraus die Amplitudenfrequenzgänge ermittelt werden (vgl. Abb. 2c). Anhand derartiger Kurven können außerdem weitere Systemeigenschaften, z.B. Gütefaktoren der Resonanzpeaks, Frequenzverschiebung bei einer Massenbeladung oder linearer Schwingungsbereich bestimmt und mit den berechneten Modellvorhersagen verglichen werden.

In Tab. 1 sind die relevanten Werte für einen exemplarischen Sensor zusammengefasst. Erste Untersuchungen zeigen eine gute Übereinstimmung der experimentell ermittelten

und per Design definierten Sensorparameter. Weiterführende Untersuchungen werden sich mit dem Dämpfungsverhalten, sowie spezifischen Anwendungen beschäftigen.

Zusammenfassung und Ausblick

Mit dem beschriebenen Herstellungsprozess können erstmals ko-resonante Sensorstrukturen auf Basis von Silizium-Nitrid mit vordefinierten Eigenschaften reproduzierbar und im Batch-Verfahren hergestellt werden. Der Grad der Eigenfrequenzanpassung wird dabei über die Abmessungen der beiden Cantilever eingestellt, was eine sehr gute Präzision und Prozesskontrolle erfordert.
Die Charakterisierung der statischen und dynamischen Eigenschaften zeigt, dass die hergestellten ko-resonanten Strukturen das gewünschte Verhalten aufweisen. Damit ist eine wichtige Grundlage für zukünftige breitere Anwendung des ko-resonanten Sensorprinzips geschafften.

Literaturnachweis

[1] A. Boisen, S. Dohn, S. S. Keller, S. Schmid, M. Tenje, *Report on Progress in Physics* 74, 036101 (2011); doi:10.1088/0034-4885/74/3/036101
[2] B. N. Johnson, R. Mutharasan, *Biosensors and Bioelectronics* 32, 1 (2012); doi:10.1016/j.bios.2011.10.054
[3] S. An, B. Kim, S. Kwon, G. Moon, M. Lee, W. Jhe, *PNAS* 115, 2884 (2018); doi:10.1073/pnas.1716067115
[4] S. Leahy, Y. Lai, *Journal of Applied Physics* 122, 064502 (2017); doi:10.1063/1.4989959
[5] C. F. Reiche, J. Körner, B. Büchner, T. Mühl, *Nanotechnology* 26, 335501 (2015); doi:10.1088/0957-4484/26/33/335501
[6] J. Körner, C. F. Reiche, R. Ghunaim, R. Fuge, S. Hampel, B. Büchner, T. Mühl, *Scientific Reports* 7, 8881 (2017); doi:10.1038/s41598-017-08340-z
[7] J. Körner, *Journal of Materials Research* 33, 2504 (2018); doi:10.1557/jmr.2018.295
[8] J. Körner, *Beilstein Journal of Nanotechnol*ogy 9, 2546–2560 (2018); doi:10.3762/bjnano.9.237
[9] I. Lampouras, M. Holz, S. Strehle, J. Körner, *Journal of Micromechanics and Microengineering* 34, 015005 (2024); doi:10.1088/1361-6439/ad0d80

Danksagung

Diese Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft finanziert (DFG Projekt KO5508/3-1). Die Autoren danken dem Zentrum für Mikro- und Nanotechnologien der TU Ilmenau und insbesondere Steffen Strehle, Mathias Holz, Arne Albrecht, Christian Koppka und Henry Romanus sowie Manouela Breiter und Andrea Knauer für die Unterstützung der Arbeiten.