

Miniaturisierte thermische Durchflußsensoren für Gase und Flüssigkeiten

F. Kohl, A. Jachimowicz, R. Glatz, J. Steurer, D. Biacovsky, J. Kuttner, G. Urban
Institut für Allgemeine Elektrotechnik und Elektronik, Ludwig Boltzmann Institut für
Biomedizinische Mikrotechnik und Hirnkreislaufforschung,
1040 Wien

Miniaturisierten Strömungssensoren mit sehr geringem Leistungsbedarf (< 1.5 mW für flüssige Medien, $300\mu\text{W}$ für Gase), basierend auf hochempfindlichen miniaturisierten Dünnschicht-Thermistoren aus amorphem Germanium, werden vorgestellt. Diese auf dünnen, isolierenden Trägern hergestellten Thermistoren wurden in der Mittelebene von prismatisch geätzten Strömungskanälen aus Silizium angeordnet. Der Leistungsbedarf wird dadurch minimiert und die zur Flußmessung notwendige Erwärmung des Fluids bleibt deutlich unter 1K . Auf Grund des schonenden Umganges mit dem Meßmedium ist dieser Flußsensor besonders für die Flußmessung thermisch sensibler Flüssigkeiten und Gase prädestiniert. Die Technologie zur Produktion dieses Sensors wird beschrieben und Kennwerte für mehrere Flüssigkeiten und Gase präsentiert.

1. Einleitung

Bisher publizierte Varianten von mikromechanisch miniaturisierten thermischen Flußsensoren zeichnen sich vor allem durch kurze Ansprechzeiten, Robustheit, chemische Beständigkeit sowie Kompatibilität mit gängigen mikroelektronischen Technologien und deshalb Integrierbarkeit mit elektronischen Schaltkreisen zur Signalaufbereitung, aus. Besonders vorteilhaft ist der Einsatz dieser Sensorkonstruktionen im Falle der Integration mit gleichfalls mikromechanisch miniaturisierten Aktuatoren (Ventilen). Auf diese Weise sind Flußregler mit außerordentlich guten dynamischen Eigenschaften realisierbar [1].

Wir haben uns auf die Minimierung des Leistungsbedarfes bzw. der erforderlichen Übertemperaturen für die thermische Flußmessung konzentriert, um beispielsweise Flußmessungen an thermisch empfindlichen biologischen Medien oder Flüssigkeiten nahe dem Siedepunkt zu ermöglichen.

1.1. Konzept und Realisierung

Infolge des hohen Absolutwertes und der kräftigen Temperaturabhängigkeit des spezifischen Widerstandes ist $\alpha\text{-Ge}$ sehr gut für die Herstellung konzentrierter Heizwiderstände und gleichzeitige, hochauflösende Temperaturmessung geeignet. Das bringt den Vorteil der direkten Kontrollmöglichkeit der Temperatur des Heizelementes, denn diese Temperatur kann ohne Hilfe eines weiteren Temperatursensors direkt aus dem Augenblickswert des elektrischen Widerstandes des Heizelementes ermittelt und gegebenenfalls auch geregelt werden. Für die Zufuhr des niedrigen Heizstromes genügen schon sehr feine metallische Leiterbahnen mit minimaler Wärmeableitung.

Die für den Betrieb des Flußsensors notwendige Erwärmung des Heizelementes (aus $\alpha\text{-Ge}$) beträgt typisch nur wenige Kelvin, die Erwärmung des Mediums bleibt dabei in der Regel unter einem Kelvin. Die erforderliche elektrische Leistung hängt bei der vorgestellten Konstruktion natürlich stark von der Wärmeleitfähigkeit des Meßmediums ab und beträgt nach der experimentellen Erfahrung in Gasen maximal 1W je cm^2 geheizter Fläche, in

Flüssigkeiten typisch 4 W/cm^2 (die Bezugsfläche ist die Oberfläche der SiN_x Stege mit ca. 0.2 mm^2). Bei gasförmigen Fluiden beträgt die Übertemperatur im Zentrum des Heizelementes typisch 5 K.

Die Dimensionen des Kanalquerschnitts von 0.9 mm Breite und etwa 0.3 mm Tiefe sind so gewählt, dass niederviskose Flüssigkeiten bis zu einigen Litern/Stunde, Gase bis zu einigen Litern/Minute ohne extreme Druckabfälle durch den Sensor gepumpt werden können. Die Kanaltiefe ist durch die gewählte Dauer des Ätzprozesses steuerbar und könnte den Erfordernissen angepaßt werden..

Die Thermistorstege sind mäanderförmig gestaltet, um das Ausbilden von unerwünschten Ätzstopflächen zu unterbinden. Die Breite der Stege ist bereits im Rahmen der Designregeln der verfügbaren Technologie minimiert. Die Dicke der Stege ist technologiebedingt auf den Bereich $6 \mu\text{m}$ bis $10 \mu\text{m}$ beschränkt. Die typischen Widerstandswerte der Thermistoren liegen für die Temperaturmessung bei $300 \text{ k}\Omega$ und um $200 \text{ k}\Omega$ für das zentral angeordnete Heizelement. Die Exemplarstreuungen betragen typisch weniger als 1%.

2. Die Sensorherstellung

Die Einführung von amorphem Germanium anstelle von Metallfilmen hat einschneidende Einschränkungen für die Technologie des Sensors zur Folge, was auch zugleich der Hauptnachteil bei der Verwendung dieses Materials ist. Der wichtigste Grund für diese Einschränkungen ist die Empfindlichkeit von Ge in seiner amorphen Phase gegen zu hohe Temperaturen. Bei zu hohen Prozeßtemperaturen kommt es zu Rekristallisationserscheinungen und irreversibler Änderung des spezifischen Widerstandes und des TCR. Nach Beschichtung der Probe mit Ge sind deshalb nur noch niedrige Prozeßtemperaturen zulässig. Das betrifft vor allem die Herstellung der Passivierung.

In unserem Haus steht für das Passivieren von thermisch empfindlichen Proben ein speziell entwickeltes Plasma-CVD Verfahren für die Abscheidung von SiN_x Passivierungsschichten zur Verfügung, welches mit Substrat- und Prozeßtemperaturen unter $100 \text{ }^\circ\text{C}$ arbeitet. Um die dünnen, freitragenden Thermistorträger möglichst frei von mechanischen Spannungen zu halten wird auch die *erste* dünne Isolationschicht *direkt* auf dem blanken Siliziumwafer mit Hilfe dieses Niedertemperaturprozesses hergestellt. Danach erfolgt die Bedampfung mit Ge bei einem Restgasdruck von ca. 10^{-7} Torr. Nach dem Floaten der Germaniumschicht erfolgt die Lithographie der Leiterbahnen und das Bedampfen mit Ti-Au-Ti (30 nm-100 nm-30 nm). Anschließend an das Strippen des Lackes erfolgt die Abscheidung der zweiten Passivierungsschicht.

Nachdem in beide Passivierungsschichten die für das anisotrope Ätzen des Wafers erforderlichen Fenster mit Hilfe eines RIE Prozesses freigelegt wurden erfolgt das Ätzen des Strömungskanals. Nach dem Bonden der elektrischen Anschlüsse wird der Sensor assembliert. Zuerst wird ein ca. 0.15 mm dickes Zwischenstück aus Silizium, in das eine Öffnung von den Ausmaßen des Kanals mikrogeätzt wurde, fluchtend auf den Kanal geklebt. Der gesamte Siliziumgraben ist nun rund 0.3 mm tief und die Thermistorstege befinden sich etwa in halber Höhe des Querschnitts. Der Kanal wird zuletzt mit einem transparenten PMMA Deckel, in dem auch Zuführungsleitungen befestigt sind, verschlossen.

3. Meßmethoden

Um den möglichen Anwendungsbereich des Sensors auszuloten, wurden Experimente mit flüssigen und gasförmigen Fluiden durchgeführt.

3.1. Kontrolle der Mediumsflüsse

Für die Bereitstellung von definierten Gasflüssen wurden zwei Massflow-Controller der Fa MKS, Modell 259B, verwendet, welche für verschiedene Gasarten kalibrierbar sind. Der nutzbare Regelbereich reicht von ca 1 sccm bis 100 sccm bzw. von etwa 20 sccm bis 2000 sccm für N₂ (für Ar und He sind diese Werte mit 1.45 zu multiplizieren). 100 sccm entsprechen bei dem Kanalquerschnitt von rund 0.003 cm² einer maximalen Strömungsgeschwindigkeit von 5.5 m/s, d.h. bei Vernachlässigung der Kompressibilität liegt die mit diesen Flowcontrollern erreichbare maximale Fließgeschwindigkeit bei etwa 150 m/s.

Flüssigkeitsströme wurden mit Hilfe einer geregelten Spritzenpumpe (Bereich 1 ml/h bis 4 l/h 100 ml/h entsprechen etwa 0.1 m/s) erzeugt. Untersucht wurden Äthanol, Wasser und Glycerin. Glycerin konnte auf Grund seiner hohen Viskosität nur durch den Kanal gepreßt werden, während die anderen Flüssigkeiten auch durch Ansaugen gefördert wurden. Selbst bei den höchsten verfügbaren Flüssen von ca 4 l/h (ungeregelt!) waren keine mechanische Beeinträchtigungen der mikromechanischen Struktur zu beobachten und auch dynamische Laständerungen z.B. durch eingeschlossene Gasblasen führten zu keiner Zerstörung der mikromechanischen Struktur.

3.2. Meßwerterfassung

Für alle im folgenden beschriebenen Untersuchungen und den Betrieb des Sensors wurde ein den verschiedenen Meßaufgaben anpassungsfähiges, mit Hilfe eines PC steuerbares Datenerfassungsgerät gebaut, mit dem der Spannungsverlauf am Heizelement regelbar ist und simultan der Widerstand aller Temperatursensoren und des Heizers mit einer Abtastrate bis zu 2 kHz gemessen werden kann. Die Meßauflösung beträgt real 15 bit (nominal 16 bit). Durch optoelektronische Trennung der batteriegespeisten Meßeinheit vom PC konnten die von PC und Monitor erzeugten hochfrequenten Störsignale wirksam von der Meßanordnung ferngehalten werden. Die maximal mögliche zeitliche Auflösung wird von der maximalen Datenübertragungsrate der verwendeten elektrooptischen Komponenten bestimmt. Da sich die erreichte Abtastrate von rund 2.5 kHz (für die Übertragung von insgesamt 10 verschiedenen Meßdaten) für alle angestellten Untersuchungen als ausreichend erwies, wurden keine schnelleren optoelektronischen Komponenten verwendet.

4. Meßergebnisse

4.1. Thermischer Widerstand im ruhenden Fluid (Wärmeleitung)

Mit dem oben beschriebenen Gerät wurden die quasistationäre Thermistorkennlinien von Heizthermistor und Temperaturfühlern in verschiedenen Medien im interessierenden Bereich aufgenommen.

Dafür wurde die Spannung am Thermistor von anfangs 0.7 V in Stufen von ca. 0.1 V bis auf 10 V gesteigert und anschließend mit gleicher Stufenhöhe vermindert. Dabei wurde darauf geachtet, daß die Spannungsrampe ausreichend rasch durchlaufen wird, um Verzerrungen durch Langzeiteffekte (thermische Drift) klein zu halten. Die in Abb. 1 gezeichneten Diagramme des normierten Thermistorwiderstandes über der elektrischen Verlustleistung zeigen praktisch keine Hysterisis durch thermische Trägheit, geben also den thermischen Widerstand des Heizthermistors bei annähernd konstanter Wafertemperatur wieder. Das Diagramm wurde mit konstanter Empfindlichkeit der Strom-Spannungswandler in der Meßwerterfassung aufgenommen, weshalb die Meßwerte bei niedrigen Leistungen etwas schwanken.

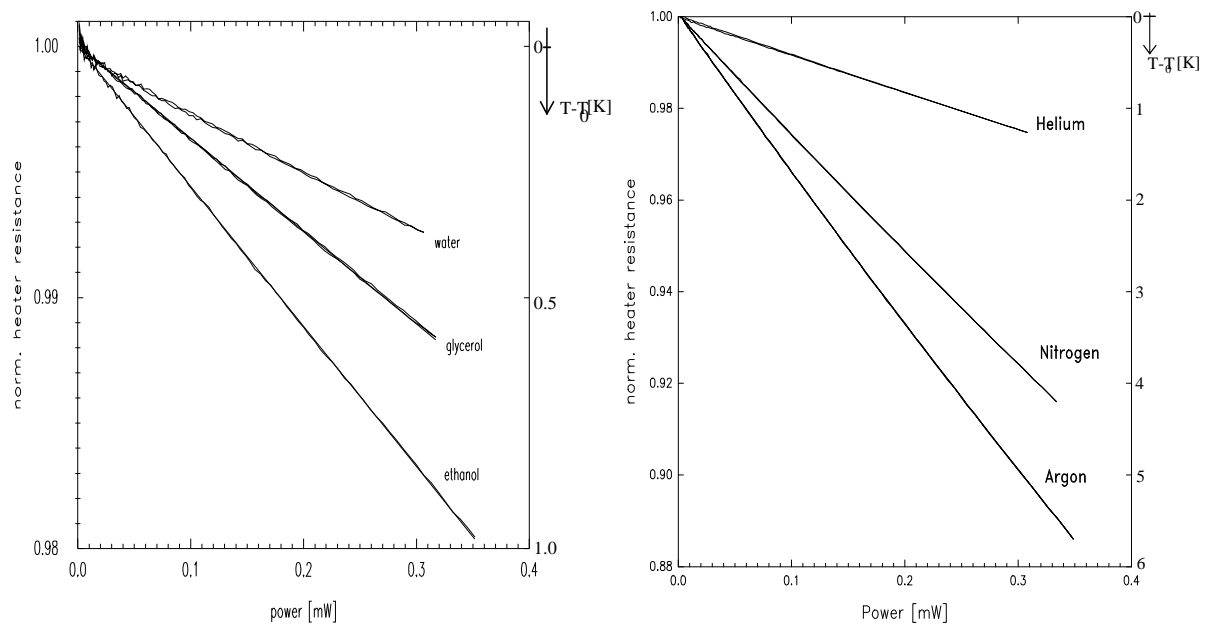


Abb. 1: Widerstandsänderung und Temperaturerhöhung in Abhängigkeit von der elektrischen Verlustleistung für die verwendeten Stegthermistoren.

Mit einer angenommenen durchschnittlichen Temperaturabhängigkeit des spezifischen Widerstandes von 2 %/K errechnet sich die Übertemperatur des Thermistors (rechte Skala im Diagramm) und weiters aus dem jeweiligen Gefälle der quasistationären Kennlinie der zugehörige thermische Widerstand.

Da in allen untersuchten Fällen die Wärmeleitung des Fluids den Wert des thermischen Widerstandes maßgeblich bestimmte, war auch zu erwarten, daß für alle untersuchten Medien auch die Konvektion den thermischen Widerstand beeinflusst.

4.2. Messungen der Strömungsabhängigkeit

Wie bei der Untersuchung der Wärmeleitungsverhältnisse erfolgte auch hier die Bestimmung des thermischen Widerstandes aus der quasistationären Charakteristik Sensorwiderstand vs. Verlustleistung, nun jeweils bei einer vorgegebenen Strömungsgeschwindigkeit des Fluids aufgenommen.

Die Abhängigkeit des thermischen Leitwertes des Heizers von der Mediumsströmung ist für verschiedene untersuchte Fluide in Abb. 2 dargestellt.

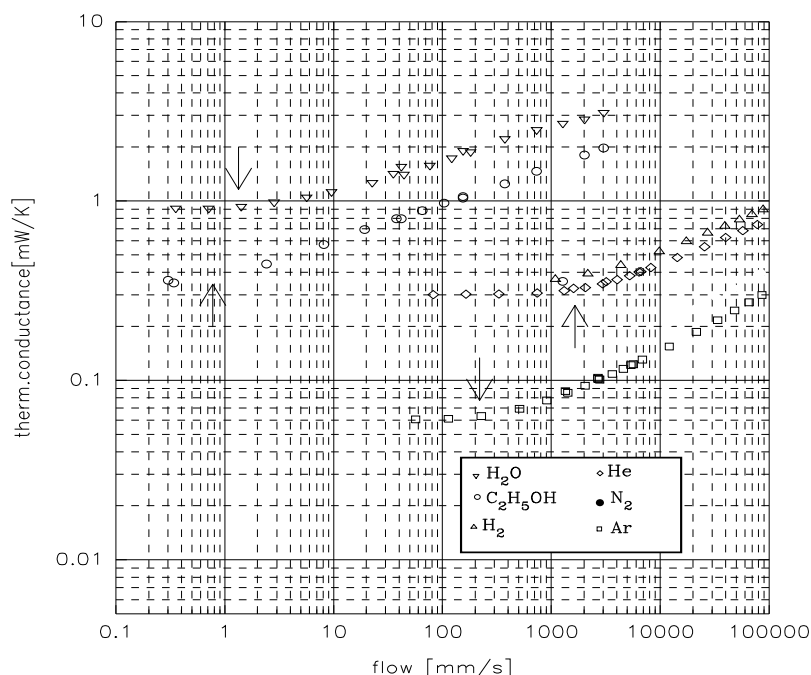


Abb. 2: Thermischer Leitwert des Heizsteiges in Abhängigkeit von der mittleren Fließgeschwindigkeit für verschiedene Medien.

Die gemessene Charakteristik zeigt den Einfluß der konvektiven Wärmeabfuhr erst ab einer bestimmten, mediumsabhängigen Flußrate, bei kleineren Flüssen ist kein oder nur ein sehr schwacher Einfluß des konvektiven Wärmetransports zu beobachten. Die Strömungsabhängigkeit setzt bei Fließgeschwindigkeiten v ein, wo die Passagezeit des Fluids für eine Stegbreite etwa gleich der Zeit, in der ein Wärmepuls vom Heizelement für die Ausbreitung zum Kanalrand benötigt. Diese Werte sind durch Pfeile im Diagramm angedeutet.

$$v \approx \frac{b \cdot a}{t^2}$$

b ...Breite des SiNx Steges
 t ... Kanaltiefe
 a ...Temperaturleitfähigkeit

In Bereichen, wo die Flußabhängigkeit dominiert, wird für alle Medien die gemessenen Charakteristik durch ein Potenzgesetz

$$G_{th} = \frac{1}{R_{th}} = B \cdot F^\alpha \quad \text{in sehr guter Näherung approximiert.}$$

Der Wert des Exponenten α ist abhängig vom strömenden Medium und reicht von $\alpha = 0.17$ (H_2O) bis $\alpha = 0.33$ (Ar, N_2). Den Exponenten $\alpha = 0.33$ erhält man auch bei der längsangeströmten dünnen Platte für den Fall, daß die Dicke der thermischen Randschicht wesentlich geringer als jene der Strömungsgrenzschicht ist.

Aus der linearen Regression der Meßpunkte im flußabhängigen Bereich der Kennlinien (Abb. 2) kann man den Exponenten α ermitteln. Zur Überprüfung der Qualität dieser Approximation kann die Regressionsanalyse der Kennlinie G_{th} über F^α herangezogen werden. Die Berücksichtigung der Meßwerte von 100 sccm bis 3390 sccm (12 Meßpunkte) ergibt bei Ar einen Korrelationskoeffizienten von 0.99997, das Potenzgesetz ist also eine ausgezeichnete Näherung. Auch für die anderen Medien ergeben sich Werte nahe 1.

5. Vergleich mit der Finite Elemente Simulation

Einige errechnete Resultate sind in Abb. 3 präsentiert.

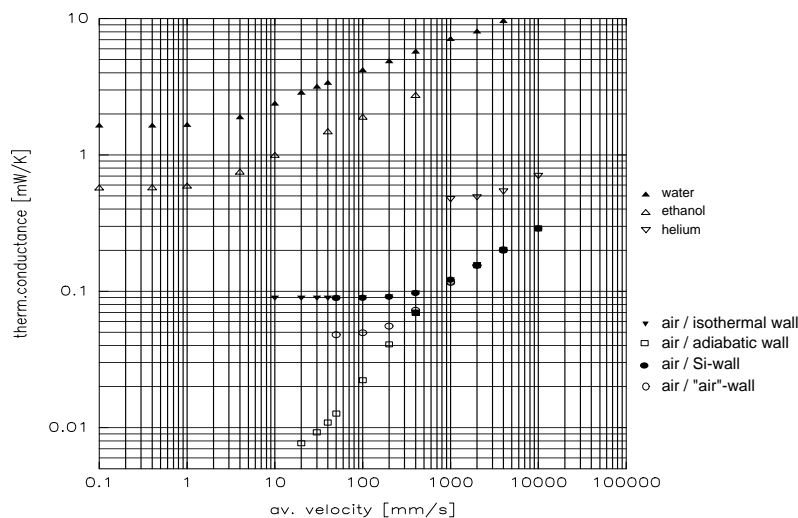


Abb. 3: Ergebnisse der Finite Elemente Berechnungen für ein zweidimensionales Modell des Sensors. Die qualitative Übereinstimmung mit dem Experiment ist sehr gut, quantitativ ist sie in Anbetracht der zweidimensionalen Näherung zufriedenstellend. Bei den Kennlinien für Luft wurde die Wärmeleitfähigkeit der Kanalwände willkürlich variiert (isotherm bedeutet $\lambda = \infty$, adiabatisch $\lambda = 0$).

Die Kurvenschar für Luft verdeutlicht den Einfluß der Wärmeleitfähigkeit der Kanalwände auf den Verlauf der Charakteristik bei niedrigen Strömungsgeschwindigkeiten. Aus der Kurve für adiabatische Randbedingungen ist zu entnehmen, daß die Wirkung der konvektiven Kühlung auch bei geringen Strömungsgeschwindigkeit nicht verschwindet. Um die annähernd horizontale Charakteristik bei kleinen Flüssen zu erklären, muß man also in diesem Bereich neben der mit wachsendem Fluß zunehmenden Wärmeabfuhr durch Konvektion noch einen zweiten Wärmetransporteffekt annehmen, dessen Wirkung mit wachsendem Fluß abnimmt. Diese beiden Effekte kompensieren einander offenbar, bis das Verhalten nur mehr von der Konvektion dominiert wird..

6. Diskussion

Die Empfindlichkeit des vorgestellten Sensors ist für einen weiten Bereich von Materialparametern gegeben. Die untere Grenze des Flußmeßbereiches ist zum einen durch die Geometrie der Konstruktion und zum anderen durch die Temperaturleitfähigkeit des Fluids bestimmt. Der thermische Leitwert des Steges bestimmt die Obergrenze des Meßbereiches. Er wurde mit FE Simulationsrechnungen unter Annahme einer vereinfachten Steggeometrie und perfekter Wärmeabfuhr durch das Fluid zu 20 mW/K berechnet. Dieser Wert liegt fast eine Größenordnung über den höchsten aufgetretenen Meßwerten. Bei der vorliegenden Konstruktion gibt es selbst für wässrige Lösungen von den thermischen Gegebenheiten her keine Limitierung zu hohen Flüssen hin. Die untere Grenze des Meßbereiches ist verkehrt proportional dem Quadrat der Kanaltiefe. Da die Fließgeschwindigkeit bei Vergrößern der Kanaltiefe nur linear abnimmt, ist so der Meßbereich zu kleinen Durchflüssen hin erweiterbar.

Literaturverzeichnis

- [1] Masayosi Esashi, Integrated Micro Flow Control Systems, Sensors and Actuators A21 - A23 (1990) 161 - 167