

Universitat de Barcelona
Facultat de Física
Departament de Física Aplicada i Electrònica

**OPTIMIZACIÓN DE SENSORES DE PRESIÓN
PIEZORRESISTIVOS DE SILICIO PARA
INSTRUMENTACIÓN BIOMÉDICA Y APLICACIONES A
ALTA TEMPERATURA**

Santiago MARCO COLÁS

Memoria presentada para optar
al grado de doctor en Ciencias Físicas

Barcelona, julio de 1993

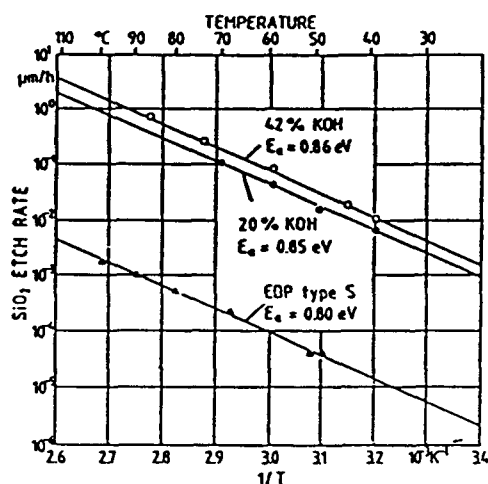


Fig. 14 Velocidad de ataque al óxido de silicio térmico en función de la temperatura (Ref 34).

Palik et al.³⁵ sugieren que los valores de rugosidad observados se deben a las propias burbujas de hidrógeno que se forman en la superficie del silicio durante su disolución. Mientras están adheridas a la superficie, del orden de segundos, impiden a la disolución el ataque en una pequeña zona constituyendo una micromáscara. Las burbujas alcanzan un tamaño típico de decenas de micras en el momento de desprenderse. Todos aquellos factores experimentales que influyan en el tamaño de las burbujas o en el tiempo de permanencia en la superficie pueden dar lugar a distintos valores de rugosidad final. Los resultados de su estudio muestran (figura 15), que la agitación, las temperaturas elevadas y concentraciones altas de KOH dan lugar a superficies de mayor calidad.

Por otro lado G. Findler³⁶ obtiene resultados diferentes: obtiene los mejores resultados a concentraciones intermedias y concluye que a menor temperatura mejores resultados. Según su trabajo la rugosidad final puede atribuirse a los siguientes factores:

- a) Fluctuación estadística de la disolución del silicio a nivel atómico,
- b) imperfecciones o defectos en el silicio como dislocaciones o precipitados de oxígeno,
- c) diferencias locales en la concentración de la disolución debido a un transporte de reactivos y productos insuficiente.

I.1.6 Mecanismos de reacción

A lo largo de las dos últimas décadas se han propuesto diferentes modelos químicos para

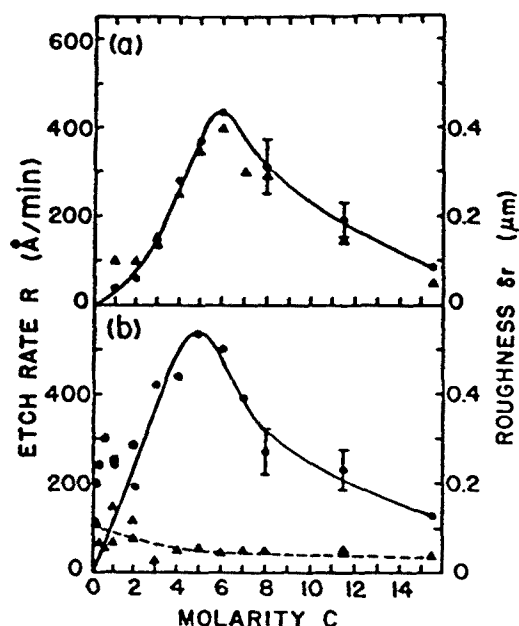
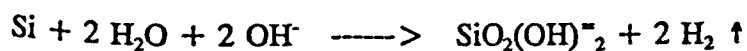


Fig. 15 Velocidad de ataque al silicio (●) y rugosidad residual (▲) en función de la concentración de KOH ($T=23^{\circ}\text{C}$): a) Sin agitación, b) Con agitación (Ref 35).

explicar la disolución anisótropa del silicio en soluciones básicas, siendo el más reciente el propuesto por Kendall en 1990³⁷. Los modelos puramente químicos se apoyan en la independencia de las velocidades de ataque con el nivel y tipo de dopaje del semiconductor hasta concentraciones muy elevadas (del orden de 10^{19} cm^{-3}). Sin embargo, parece cada vez más claro que la fenomenología observada sólo puede explicarse mediante un modelo de carácter electroquímico. El modelo electroquímico descrito a continuación fue propuesto inicialmente por Raley³⁸ y desarrollado hasta su forma actual por Seidel³⁹.

Los principales reactivos en el electrolito son la pareja redox $\text{H}_2\text{O}/\text{OH}^-$ ⁴⁰. A pH cero esta pareja está a un potencial de -4.5 eV respecto al nivel de vacío⁴¹. A pH en torno a 14, valor típico para las disoluciones de KOH normalmente empleadas, la pareja redox se encuentra a -3.7 eV respecto al nivel de vacío. En la figura 16 puede observarse una representación esquemática del diagrama de bandas esperado. Al sumergir el silicio en el electrolito los niveles de Fermi de ambos materiales se igualan provocando una transferencia de electrones del electrolito al semiconductor. En consecuencia aparecen unas distribuciones de carga en la región próxima a la interficie y por lo tanto una curvatura de las bandas de energía.

A nivel químico, la ecuación total responsable de la disolución del silicio es:



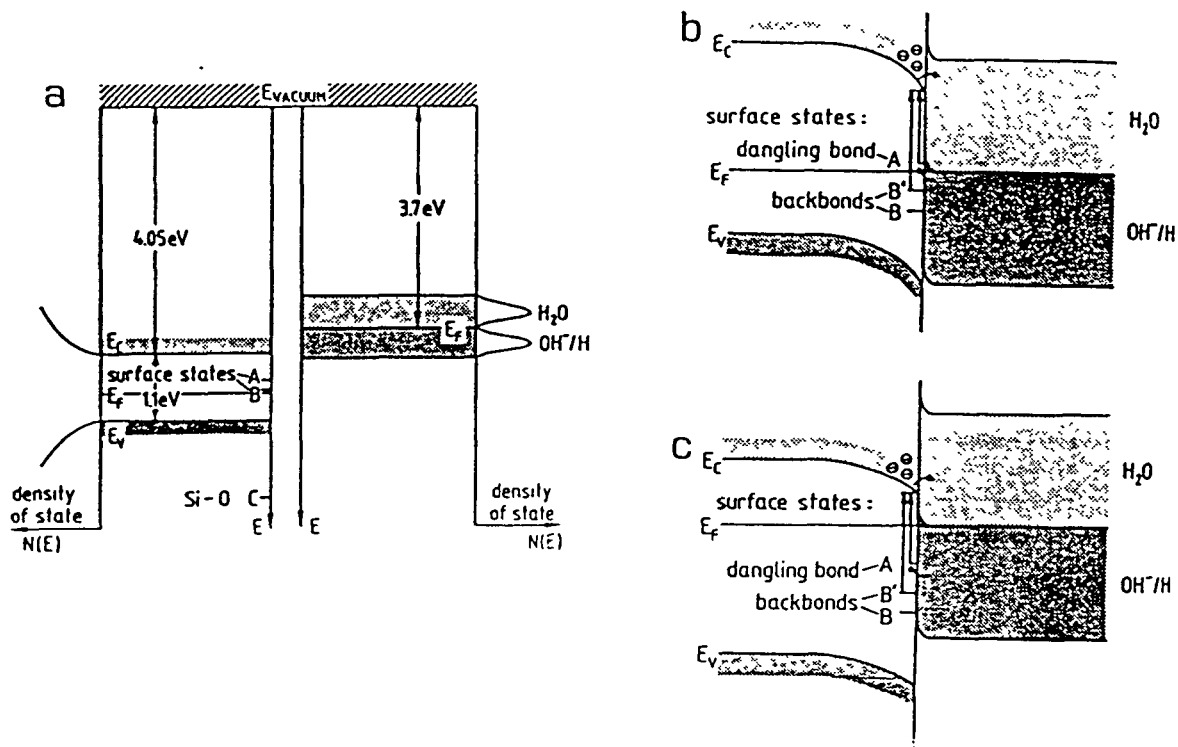
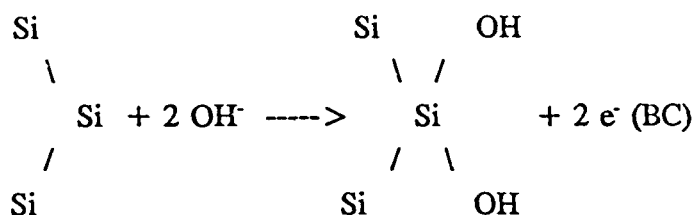


Fig. 16 Representación esquemática del diagrama de bandas en la interficie silico-disolución (Ref. 34). a) Previo a la unión ,b) tipo p, c) tipo n.

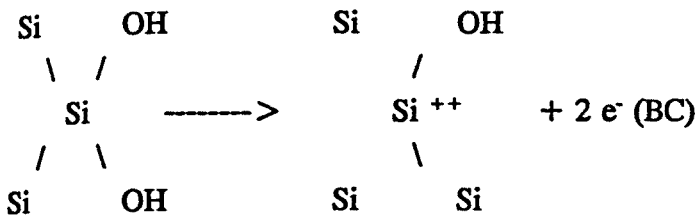
La liberación de dos moléculas de hidrógeno por cada átomo de silicio se ha confirmado experimentalmente⁴². A continuación vamos a analizar detalladamente el proceso de disolución del silicio.

En un primer paso del ataque dos OH⁻ se unen con los dos enlaces colgantes de un átomo de silicio en una superficie {100} y se inyectan dos electrones en la banda de conducción del silicio:

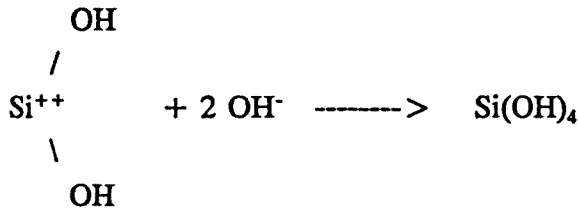


Por la presencia de estos grupos OH⁻ en la superficie se debilitan los enlaces que mantienen unido el átomo de silicio al resto del material. La curvatura de las bandas constituye un pozo de potencial para los electrones inyectados, manteniéndolos localizados cerca de la superficie. Así, tienen una probabilidad de recombinación baja incluso para silicio tipo p. En el siguiente paso los enlaces del grupo Si(OH)₂ al volumen del material ("backbonds") se rompen siendo

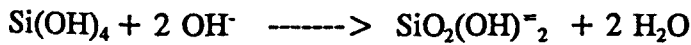
los electrones del enlace térmicamente excitados a la banda de conducción.



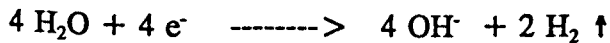
El complejo de hidróxido de silicio reacciona con dos iones hidroxilo más:



A continuación el Si(OH)_4 neutral difunde hacia el interior de la disolución por difusión. Sin embargo, este compuesto no es estable para altos valores de pH, y por lo tanto, se descompone:



Los cuatro electrones inyectados en la banda de conducción durante la oxidación reaccionan con las moléculas de agua en la superficie provocando la reducción del agua:



Obsérvese que los cuatro iones hidroxilo que se consumen en la oxidación son los obtenidos en la reducción del agua, y no provienen del electrolito, pues éstos son repelidos por la carga negativa de la superficie del electrodo de silicio. Ello explica que se obtengan velocidades de ataque similares en soluciones de KOH o EDP, siendo para la primera la concentración de iones hidroxilo 100 veces más alta. Así mismo, los electrones consumidos en la reducción son los inyectados previamente en el semiconductor en el paso de oxidación, y no provienen del interior del silicio. Este mecanismo es el causante de que la velocidad de ataque al silicio tipo p o n sea prácticamente igual, y no dependa de la concentración de electrones en un amplio rango de dopajes.

I.2. Estudio del grabado anisótropo por la disolución de KOH, 2-propanol y H₂O.

Con el objetivo de analizar con una cierta profundidad las características del grabado anisótropo y considerando las ventajas e inconvenientes de cada una de las disoluciones de descritas en la literatura, escogimos la basada en KOH por ser la más estándar, por su inocuidad y por la posibilidad de diseñar un proceso de sensores de presión en el cual el ataque anisótropo fuera el último paso, evitando las posibles contaminaciones que se producirían en la línea CMOS si las obleas debieran sufrir nuevos procesos en sala blanca tras él.

I.2.1 Detalles experimentales

A continuación describiremos la máscara (figura 17) utilizada para el estudio del grabado anisótropo. Contiene diversos elementos:

a) La presencia del enrejado en el centro de la máscara da lugar a una red de canales en V que se cortan entre sí. Las esquinas convexas permiten la medida del sobreataque ('undercutting').

b) Los cuadrados grandes situados en la parte inferior de la máscara permiten la medida de la velocidad de ataque a los planos {100}, así como una evaluación de la calidad del fondo. Ambos parámetros se determinaron utilizando un perfilómetro TENCOR a partir de la profundidad del escalón y del tiempo de ataque. La rugosidad del fondo se evaluó como el valor rms de la desviación típica de la profundidad respecto al valor medio. También se realizó una inspección por microscopía óptica y SEM de la calidad de las superficies. El resto de motivos en la máscara tuvieron como objeto familiarizarse con los aspectos geométricos del grabado y observar su evolución con las condiciones de éste.

Otro parámetro de especial relevancia era la velocidad de ataque a los materiales máscaras. Esta medida se realizó mediante interferometría óptica ('NANOSPEC') en las zonas sin aperturas de la máscara.

Así pues, el objeto del estudio se centró en analizar distintas respuestas en función de las condiciones de ataque: la velocidad de ataque al plano {100}, el subataque en las esquinas convexas, la rugosidad del fondo {100}, así como la selectividad con los materiales máscaras: SiO₂ térmico y nitruro de silicio LPCVD.

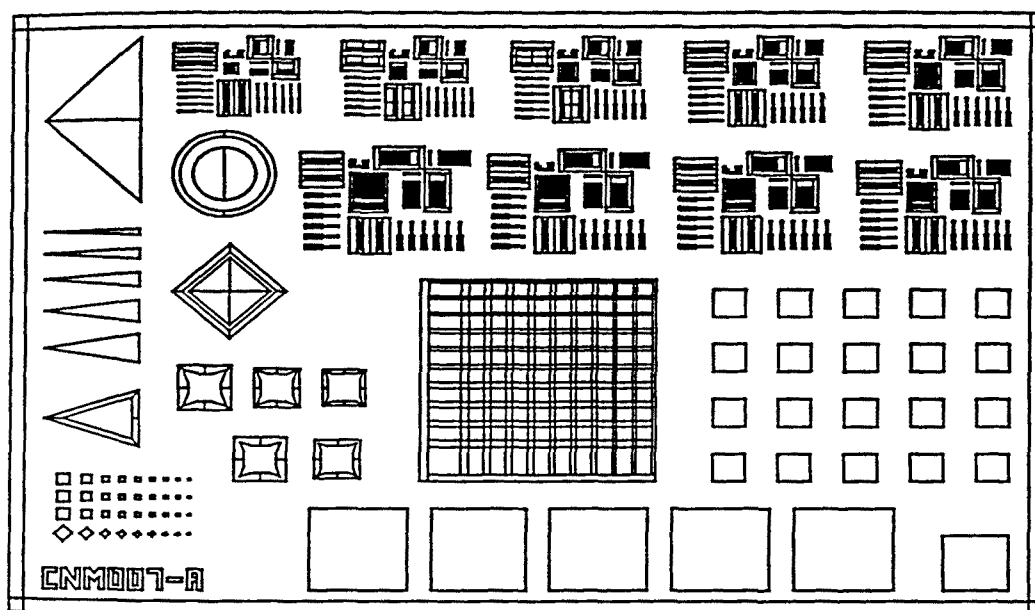


Fig. 17 Máscara utilizada en el estudio del grabado anisotrópico.

El óxido térmico se creció a 700°C con un grosor de 8000 \AA . El nitruro se depositó mediante LPCVD a 800°C hasta un grosor de 1800 \AA , sobre 8600 \AA de óxido de silicio.

Las variables que definieron las condiciones de ataque fueron temperatura y concentraciones de KOH y 2-propanol. Los rangos de variación escogidos para estas variables fueron las siguientes: temperatura entre 70°C y 90°C , concentraciones de KOH entre el 25% y el 45% en peso, y concentraciones de 2-propanol entre 0% y el 17% en volumen.

El montaje experimental (figura 18) consiste en un reactor sumergido en un baño maría con control de temperatura, columna de reflujo refrigerada por agua y agitación mediante barboteo de nitrógeno.

Las disoluciones empleadas se realizaron a partir de agua desionizada, pastillas de KOH (PANREAC) y 2-propanol (MERCK). Los ataques se realizaron con una duración fija de 20 min y 60 min. Todas las muestras fueron previamente sumergidas en HF al 2% durante varios segundos para eliminar el óxido nativo.

En este punto cabe aclarar que nuestro objetivo radicaba básicamente en la caracterización del efecto individual o combinado de cada uno de los parámetros en un entorno de la zona

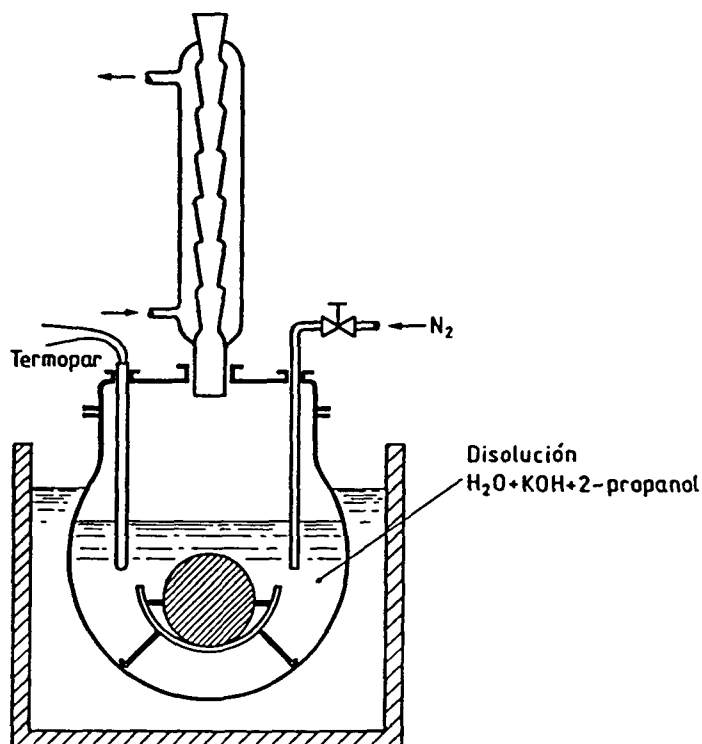


Fig. 18 Esquema básico del reactor utilizado en el estudio del grabado anisotrópico.

de trabajo, y no en un estudio exhaustivo de los mecanismos de reacción lo que hubiese requerido otro enfoque experimental.

1.2.2 Diseño experimental

El método más simple de optimización de una respuesta experimental que depende de diversas variables es la búsqueda unidimensional. Todos los factores experimentales (o variables de diseño) se fijan, excepto uno que se varía. Una vez hallado el valor óptimo de éste se fija, y un segundo parámetro se varía hasta que se halla su valor óptimo y así sucesivamente. Este método, además de laborioso puede fácilmente llevar a puntos no óptimos en presencia de dependencias cruzadas.

La metodología de la superficie de respuesta (*RSM: Response Surface Methodology*)^{43,44,45} consiste en un conjunto de técnicas de base estadística especialmente adecuadas para este tipo

de problemas. La RSM incluye básicamente el diseño del experimento y el análisis estadístico de los datos experimentales haciendo uso de técnicas de regresión para el ajuste de las respuestas por el método de los mínimos cuadrados a modelos empíricos. Normalmente se utilizan polinomios de primer o segundo orden en los factores experimentales.

Esta técnica da buenos resultados cuando el comportamiento de las respuestas en los factores experimentales es suave y no contiene variaciones bruscas en el comportamiento. Por esta razón la zona de estudio no debe ser excesivamente grande, pero tampoco pequeña pues en este caso el error experimental enmascararía cualquier tipo de dependencia en las variables de diseño. Esta técnica supone también que el error experimental no varía excesivamente de unos puntos a otros, pues éste se evalúa únicamente en el punto central del diseño que se repite varias veces.

Una vez escogido el diseño de los puntos experimentales y el modelo empírico es necesario comprobar si el ajuste es satisfactorio o no. Para el análisis de los resultados se utiliza el método *ANOVA* (*'Analysis of Variance'*) que se describe en el apéndice III.

Entre los diversos diseños experimentales hemos escogido el conocido como Box-Behnken⁴⁶. Una representación espacial de diversos tipos de diseño experimental en el caso de sólo tres factores experimentales se muestra en la figura 19. Es una fracción de un diseño factorial 3^k (se toman tres valores equidistantes -niveles- para cada uno de los factores experimentales) que permite una estimación eficiente de los efectos de primer y segundo orden de los factores en la respuesta. El diseño comprende 13 distintos puntos experimentales. El punto central se repite 3 veces para obtener una estimación del error experimental. La tabla de este diseño en forma codificada (-1 para el nivel inferior, 0 para el nivel medio y +1 para el nivel más alto) en el caso de tres factores experimentales es la siguiente:

Tabla I Puntos experimentales codificados en un diseño Box-Benkhen.

Factor 1	Factor 2	Factor 3
± 1	± 1	0
± 1	0	± 1
0	± 1	± 1
0	0	0

El orden en el que se llevaron a cabo los distintos experimentos fue aleatorizado para minimizar la influencia en los coeficientes estimados de factores no controlados que varíen durante el período en que se realizan los experimentos.

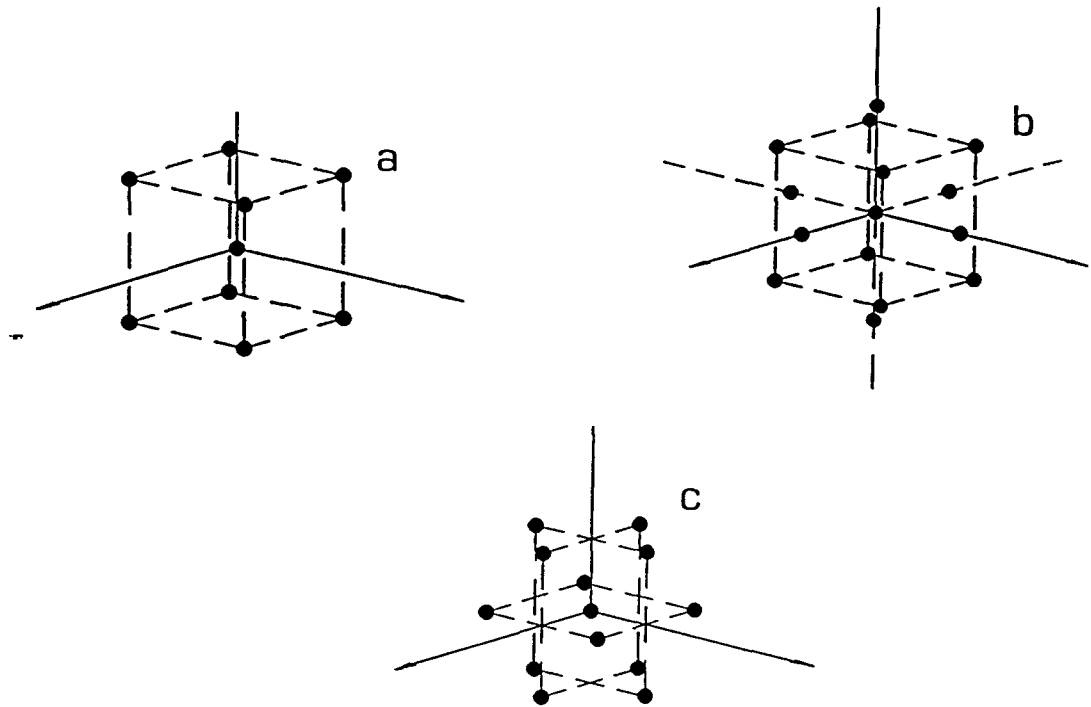


Fig. 19 Representación 3D de diferentes diseños experimentales con tres variables de diseño: a) Factorial, b) Central-Composite, c) Box-Benken.

I.3. Resultados experimentales

Los resultados obtenidos por las distintas respuestas experimentales bajo estudio se muestran en la tabla II en función de las condiciones de grabado. A continuación se discuten los modelos empíricos seleccionados. Los estimadores de la bondad del ajuste se hallan definidos en el apéndice III.

Tabla II

KOH(%p)	2-prop(%v)	T(°C)	V(100)($\mu\text{m}/\text{min}$)	Vox ($\text{\AA}/\text{min}$)	Uc.	Rug.(μm)
25	0	80	1.32	45.5	1.26	0.16
45	0	80	0.81	37.6	1.14	0.02
25	17	80	0.90	27.0	0.36	1.95
45	17	80	0.69	28.4	1.49	0.02
25	8.5	70	0.51	13.2	0.39	1.24
45	8.5	70	0.45	14.0	1.18	0.02
25	8.5	90	1.54	50.5	0.38	8.58
45	8.5	90	1.02	68.5	1.23	0.10
35	0	70	0.67	20.6	0.98	0.10
35	17	70	0.55	14.7	0.65	1.88
35	0	90	1.75	87.1	1.20	0.04
35	17	90	0.88	56.4	0.77	0.07
35	8.5	80	1.12	54.0	1.00	0.02
35	8.5	80	0.88	28.8	0.59	0.03
35	8.5	80	1.03	35.2	0.71	0.36

I.3.1 Velocidad de ataque a los planos {100}:

El modelo empírico que mejor se ajusta a los resultados obtenidos es:

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_3 X_3 + a_{11} X_1^2 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 \quad (4)$$

con 7 grados de libertad. X_1 es la concentración de KOH en tanto por ciento en peso, X_2 es la concentración de 2-propanol en tanto por ciento en volumen y X_3 es la temperatura en grados centígrados. El valor de los coeficientes es:

Tabla III: Ajuste empírico de la velocidad de ataque a los planos {100}.

Coefficiente	Valor	Estimadores de la bondad del ajuste.
a_0	-6.84	$F_{\text{mult}} : 49.3$
a_1	0.167	$\text{Prob} > F_{\text{mult}} : 6.9 \cdot 10^{-6}$
a_3	0.0896	$R_A^2 : 0.954$
a_{11}	-0.00140	$F_f : 0.284$
a_{12}	0.000985	$\text{Prob} > F_f : 0.903$
a_{13}	-0.00117	
a_{23}	-0.000630	

En la figura 20 se muestra la evolución de la velocidad de ataque con la concentración de KOH, para los dos valores extremos de la concentración de 2-propanol. Puede observarse, que al añadir 2-propanol disminuye la velocidad de ataque. Ésta presenta un máximo para una cierta concentración de KOH. Este máximo se desplaza hacia concentraciones mayores al disminuir la temperatura. Este efecto es aún más acusado cuando se añade 2-propanol.

La velocidad de ataque al plano {100} aumenta con la temperatura en este rango de las variables dependientes, si bien la pendiente depende de la concentración de KOH, y de la de 2-propanol. La pendiente disminuye con la concentración de ambos. Esta variación corresponde a energías de activación entre 0.54 y 0.47 eV, que son ligeramente inferiores a las publicadas por Seidel³³ (entre 0.57 y 0.61 eV).

I.3.2 Sobreataque a las esquinas convexas o 'undercutting':

A partir de los resultados obtenidos puede deducirse que el subataque no depende apreciablemente de la temperatura, y si no hay 2-propanol en la disolución, tampoco depende de la concentración de KOH. El subataque depende linealmente de la concentración de KOH y cuadráticamente de la de 2-propanol. Estas dependencias quedan reflejadas en el modelo:

$$Y = a_0 + a_2 X_2 + a_{22} X_2^2 + a_{12} X_1 X_2 \quad (5)$$

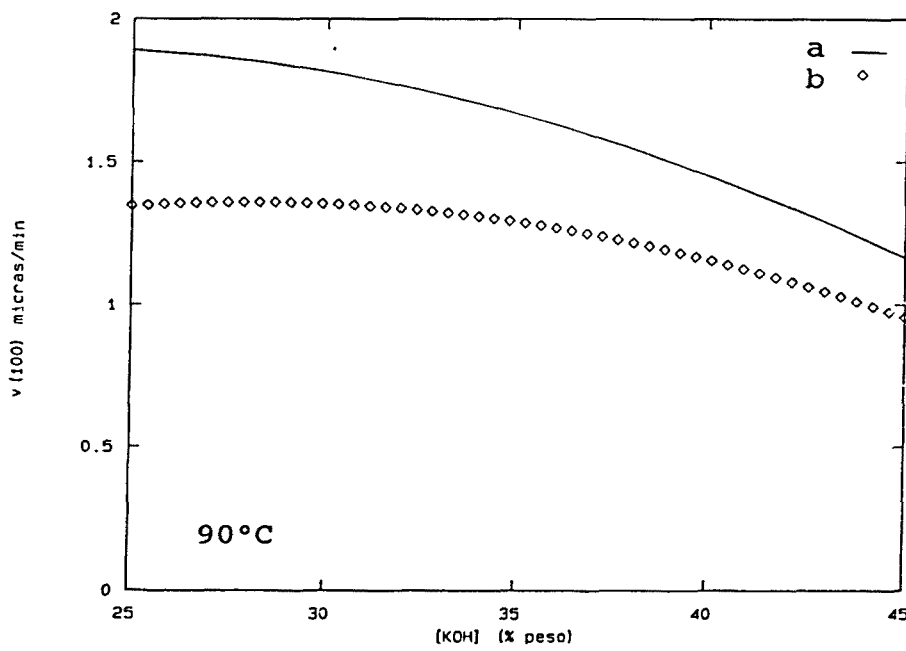
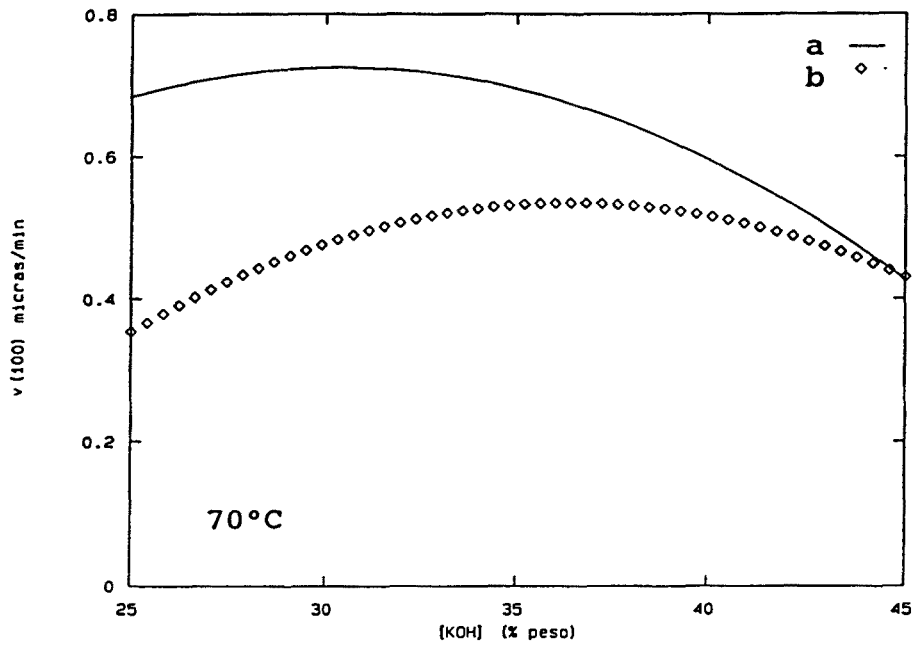


Fig. 20 Evolución de la velocidad de grabado anisotrópico al plano {100} en función de la concentración de KOH: a) Sin 2-propanol, b) con un 17% v. de 2-propanol.

Tabla IV: Ajuste empírico de la razón de sobreataque a esquinas convexas.

Coefficiente	Valor	Estimadores de la bondad del ajuste
a_0	1.277	$F_{\text{null}} : 25.9$
a_2	-0.222	$\text{Prob} > F_{\text{null}} : 2.8 \cdot 10^{-5}$
a_{22}	0.00305	$R_A^2 : 0.842$
a_{12}	0.00426	$F_{fr} : 0.347$
		$\text{Prob} > F_{fr} : 0.892$

Para bajas concentraciones de KOH el subataque disminuye fuertemente con la concentración de 2-propanol, mientras que para concentraciones de KOH altas al añadir isopropanol el subataque pasa por un mínimo, pero seguidamente vuelve a aumentar (figura 21).

La interpretación de la evolución de este parámetro es especialmente complicada, pues los planos que aparecen en la esquina convexa varían al cambiar las condiciones de ataque. En particular se observó que para valores pequeños de sobreataque; es decir, para concentraciones bajas de KOH, las esquinas convexas estaban formadas por planos bien diferenciados con líneas de intersección claramente visibles. En cambio para concentraciones altas de KOH el ataque a la esquina convexa era mucho más violento y la esquina no parecía estar formada por planos únicos en acuerdo con los resultados de Offereins et al.²⁹.

I.3.3 Velocidad de ataque a las capas utilizadas como máscara

Si bien la velocidad de ataque al nitruro de silicio resultó ser inmedible para tiempos de ataque de hasta 3 horas, no así la velocidad de ataque al óxido de silicio para la cual se seleccionó el siguiente modelo:

$$Y = a_0 + a_{33}X_3^2 + a_{23}X_2X_3 \quad (6)$$

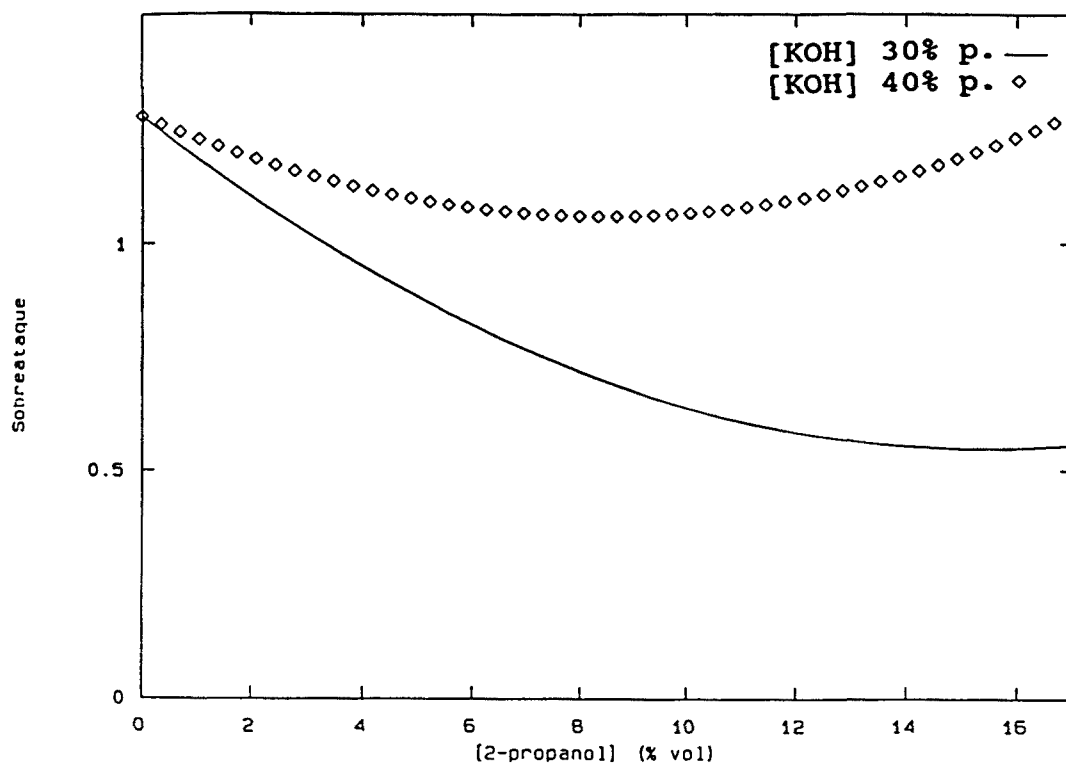


Fig. 21 Evolución del sobreataque en función de la concentración de 2-propanol.

Tabla V: Ajuste empírico de la velocidad de ataque al óxido de silicio.

Coefficientes	Valor	Estimadores de la bondad de ajuste
a_0	-58.2	$F_{null} : 38.2$
a_{33}	0.0163	$Prob > F_{null} : 6.2 \cdot 10^{-6}$
a_{23}	-0.0123	$R_A^2 : 0.842$
		$F_{lr} : 0.312$
		$Prob > F_{lr} : 0.916$

Las variables más influyentes son la concentración de 2-propanol y la temperatura. La velocidad de ataque crece cuadráticamente con la temperatura y disminuye al añadir 2-propanol a la disolución. La variación observada con la temperatura equivale a una energía de activación de 0.77 ± 0.12 eV, también ligeramente inferiores a las presentadas por Seidel: de 0.84 a 0.89 eV³⁴.

Conocida la velocidad de ataque al silicio {100} y al óxido, podemos conocer la evolución de la selectividad del grabado respecto al óxido de silicio. La selectividad disminuye con la concentración de KOH, disminuye con la temperatura y aumenta con la concentración de 2-

propanol (figura 22).

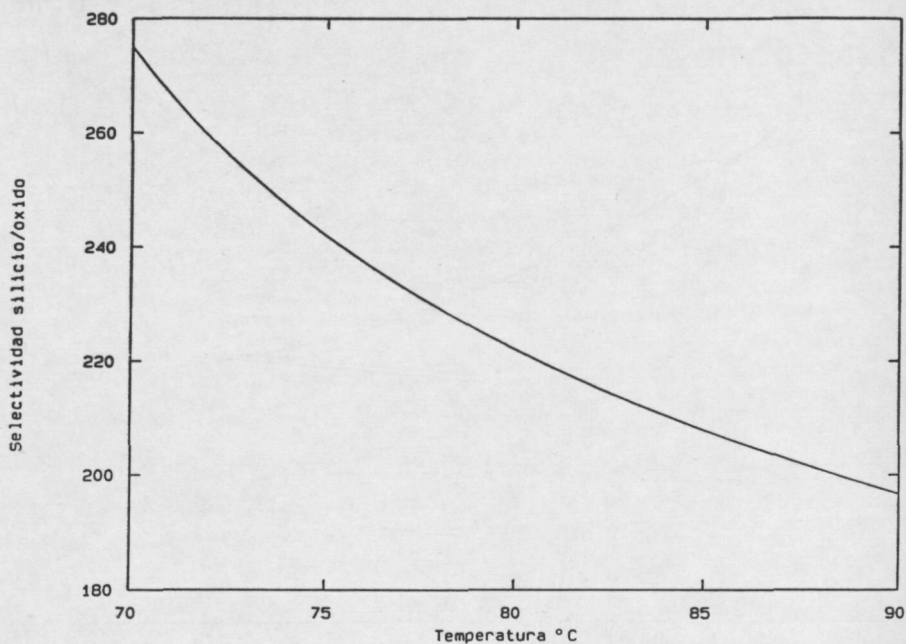


Fig. 22 Selectividad silicio/óxido en función de la temperatura en ausencia de 2-propanol y a una concentración de KOH del 40% p.

I.3.4 Rugosidad

En la definición de membranas, especialmente cuando éstas son delgadas ($h < 10 \mu\text{m}$) es muy importante obtener fondos de buena calidad. Una de las dificultades típicas en la aparición de pirámides en el fondo de tamaño medio de $1 \mu\text{m}$, pero que en los peores casos pueden alcanzar alturas entre 5 y $10 \mu\text{m}$. En la figura 23 puede observarse una imagen SEM de un fondo {100} con pirámides.

De los resultados se desprende que para concentraciones altas de KOH, las pirámides desaparecen dando lugar a un fondo de mejor calidad. Partiendo de superficies pulidas, se obtienen en las mejores condiciones rugosidades entre 10 y 30 nm. No obstante, en algunos casos, se produce la aparición de ondulaciones suaves ('orange peel') que dan lugar a una rugosidad residual del orden de $0.1 \mu\text{m}$. Esta rugosidad inapreciable al microscopio óptico en modo normal puede revelarse utilizando una imagen de interferencias Nomarski⁴⁷ (figura 24). Otro aspecto que afecta la calidad del fondo es la presencia de 'ranuras' con una profundidad del orden de $0.1 \mu\text{m}$ en la intersección entre la superficie {100} y los muros {111}. Este fenómeno debe estar seguramente relacionado con una insuficiente difusión de productos y reactivos en el seno de la disolución que da lugar a variaciones locales de las

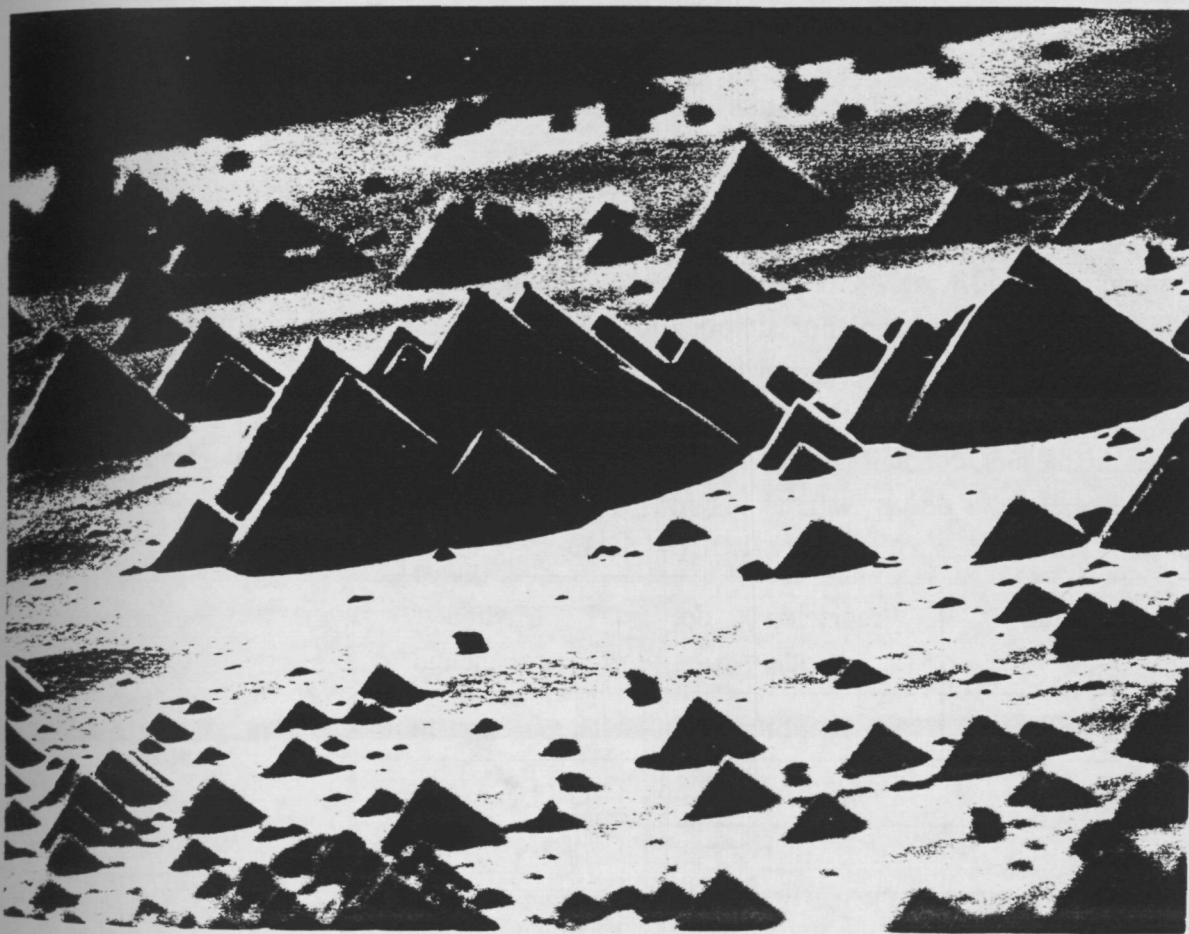


Fig. 23 Aparición de pirámides en un fondo {100}. Condiciones de grabado: 70°C, 25% p [KOH], 8.5% p [2-propanol].

condiciones de ataque.

1.3.5. Elección de las condiciones de trabajo

Una vez observada la variación de las distintas magnitudes se escogieron las condiciones de trabajo para la definición de membranas. Las prioridades fueron una buena calidad del fondo (ausencia de pirámides) y alta velocidad de ataque. Sería también aconsejable obtener un valor de sobreataque pequeño. Sin embargo, dados los resultados obtenidos parece que la rugosidad y el subataque siguen evoluciones opuestas. Este comportamiento no es de extrañar, pues cualquier irregularidad implica la existencia de una esquina convexa, que tiende a ser eliminada por el sobreataque. Esta tendencia se confirma al comparar diversas disoluciones, por ej; TMAH permite obtener fondos de excelente calidad, pero el sobreataque también es mayor.

No se ha considerado la selectividad con el óxido de silicio térmico, pues el nitruro de silicio (LPCVD) constituye un material máscara prácticamente perfecto. Su única desventaja radica en que el proceso de obtención de la capa se produce a alta temperatura, lo que impide utilizarlo como capa de pasivación tras la metalización de aluminio.

A la vista de todas estas consideraciones se decidió utilizar como condiciones de grabado anisótropo: temperatura 85°C (para obtener una alta velocidad de ataque) y a una concentración de 40% de KOH para obtener una buena calidad de los fondos {100}. Se decidió no añadir 2-propanol por simplicidad, y porque el efecto de este aditivo a altas concentraciones de KOH no es importante.

Una vez fijadas las condiciones se realizaron una serie de ataques para determinar más precisamente el valor de las distintas magnitudes en el punto experimental.

Tabla VI: Características a $T=85^{\circ}\text{C}$ y $[\text{KOH}] = 40\% \text{p}$.

Magnitud	Predicción del modelo	Medida experimental
V {100}	$1.24 \mu\text{m}/\text{min}$.	$1.3 \pm 0.1 \mu\text{m}/\text{min}$.
V (óxido)	$66.7 \text{ \AA}/\text{min}$	$70 \pm 8 \text{ \AA}/\text{min}$
Undercutting	1.15	1.1 ± 0.1

Se realizó un estudio de la reproducibilidad en la profundidad atacada, resultando ser de un

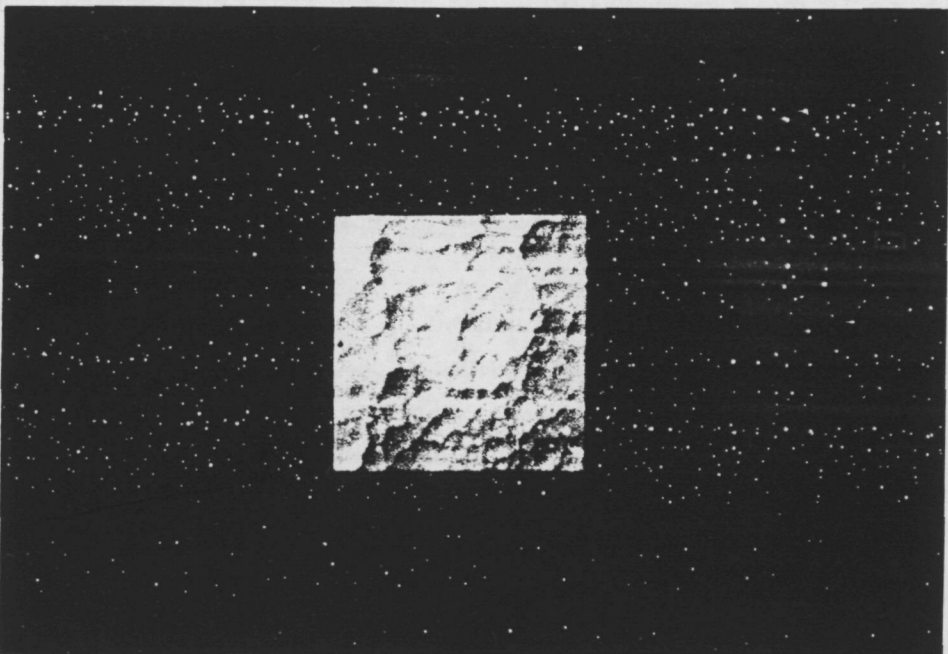


Fig. 24 Imagen de interferencias Nomarski revelando la textura conocida como piel de naranja. Rugosidad = $0.1 \mu\text{m}$. Condiciones de ataque: $T=90^{\circ}\text{C}$, 35% p. [KOH], 0% v. 2-propanol.

5% para obleas atacadas en distintas tandas.

I.3.6 Obtención de diafragmas de silicio

Una vez fijadas las condiciones de grabado, el siguiente paso fue intentar la obtención de membranas delgadas de silicio (grosor del orden o inferior a $20 \mu\text{m}$), simplemente mediante el control del tiempo de ataque conocida la velocidad. Utilizando este método se suman dos problemas:

- 1 - La variación en la velocidad de ataque ($\approx 5\%$),
- 2 - La indeterminación en el grosor de las obleas ($\approx 5\%$).

El primer factor introduce una variación del orden de $10 - 15 \mu\text{m}$ en la profundidad de la cavidad al intentar grabar $260 \mu\text{m}$. Análogamente el grosor de la oblea está indeterminado en $15 \mu\text{m}$ aproximadamente. Considerando estos dos aspectos se concluye que pretendiendo obtener membranas de $20 \mu\text{m}$ de espesor se obtendrá una distribución de grosores entre 0 y $40 \mu\text{m}$.

Con el objetivo de obtener membranas de $20 \mu\text{m}$ (utilizando un sólo período de ataque) se grabaron varias obleas. La tabla VII muestra la reproducibilidad obtenida en los resultados.

Tabla VII: Variación del grosor del diafragma:

En el interior de una oblea	:	$1 \mu\text{m}$
Entre obleas grabadas simultáneamente	:	$2 \mu\text{m}$
Entre obleas grabadas en diferentes intentos	:	$12 \mu\text{m}$

La medida del grosor se realizó por dos métodos diferentes:

- 1- Realizando una sección transversal de la membrana que se observa posteriormente mediante SEM (Microscopía Electrónica de Barrido). En la figura 25 puede observarse la sección transversal de una membrana de $30 \mu\text{m}$ de grosor.
- 2- A través de la medida de interferencias en el infrarrojo, mediante un espectrocopio de infrarrojo. Este método cuya principal ventaja reside en ser un método de medida no destructivo ha sido profusamente empleado a lo largo de todo el trabajo experimental y se discute en mayor profundidad en el próximo apartado. En la figura 26 puede observarse las interferencias correspondientes a una membrana de 24 micras de espesor.

Para reducir este problema sin introducir una técnica de paro automático, no queda otro remedio que efectuar el ataque en 2 partes, tomando la primera como medida de la velocidad de grabado.

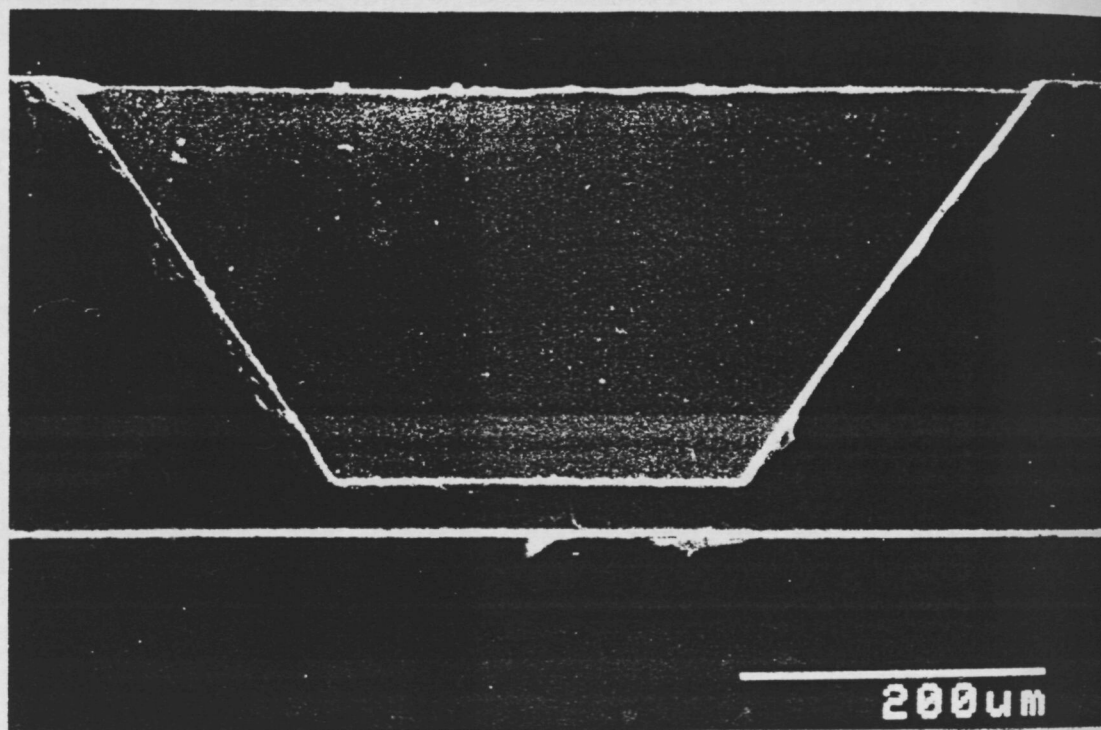


Fig. 25 Imagen SEM de la sección transversal de una membrana de silicio de $30 \mu\text{m}$ de grosor.

I.3.7 Medida de grosores de membranas mediante absorción infrarroja

En la fabricación de dispositivos micromecánicos es de una importancia fundamental poder medir el espesor de elementos mecánicos como diafragmas o vigas, componentes que regulan el comportamiento electromecánico del dispositivo final. Habitualmente se procede a su medida mediante imágenes SEM de dispositivos preparados en sección transversal. Sin embargo, este método no es deseable pues implica la rotura del dispositivo y no se puede realizar in situ sobre la oblea procesada.

P. Pons et al. proponen el uso de la absorción de un haz láser para la medida del grosor de estos elementos⁴⁸. Como aspectos más reseñables se destaca una precisión en la medida del orden de $0.1 \mu\text{m}$, y un área mínima del orden de cientos de micras cuadradas.

Para la medida de grosores de membranas de silicio hemos utilizado la medida de grosores a partir de las interferencias presentes en el espectro infrarrojo de reflexión. Esta técnica se usa habitualmente en microelectrónica para la medida del grosor de capas epitaxiales poco dopadas sobre substratos muy dopados.

Consideremos brevemente las ecuaciones que describen el fundamento de este método de medida. Supongamos que el sistema está compuesto por tres medios diferentes como muestra

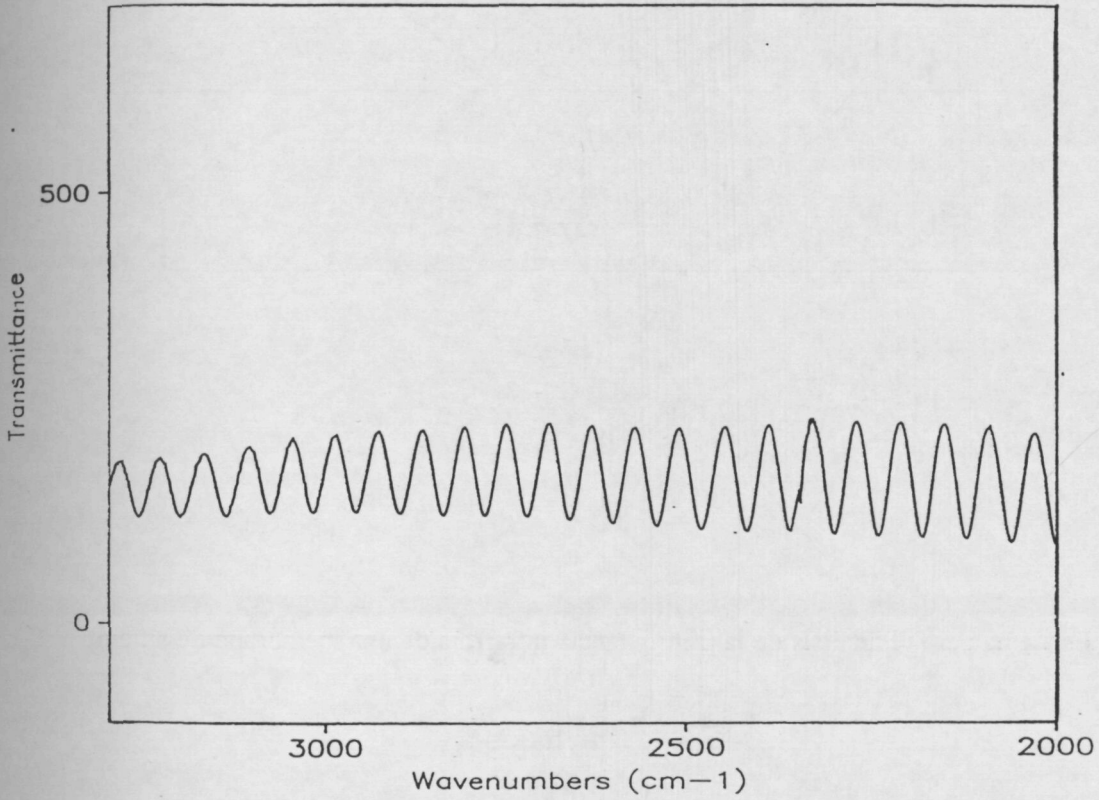


Fig. 26 Interferencias en el espectro de transmisión infrarroja correspondientes a una membrana de 24 μm de espesor.

la figura 27.

La reflectancia viene dada por:

$$R = \frac{r_{12}^2 + r_{23}^2 + 2 r_{12} r_{23} \cos(2\beta)}{1 + r_{12}^2 r_{23}^2 + 2 r_{12} r_{23} \cos(2\beta)} \tag{7}$$

donde

$$r_{ij} = \frac{n_i \cos \theta_i - n_j \cos \theta_j}{n_i \cos \theta_i + n_j \cos \theta_j} \tag{8}$$

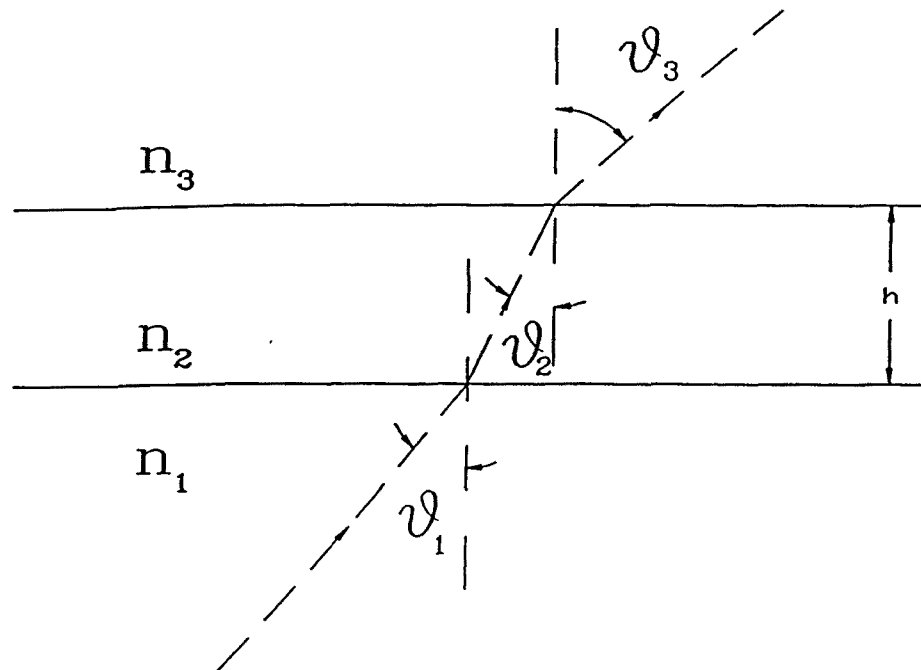


Fig. 27 Esquema para el análisis de la transmitancia infrarroja de una membrana de silicio.

$$\beta = \frac{2\pi}{\lambda_0} n_2 h \cos\theta_2 \quad (9)$$

Si el medio 1 y 3 son idénticos la expresión se reduce a:

$$R = \frac{2 r_{12}^2 (1 + \cos(2\beta))}{1 + 2 r_{12}^2 \cos(2\beta) + r_{12}^4} \quad (10)$$

Los mínimos o máximos de la estructura se producen para $\sin(2\beta)=0$. Por ello, la distancia entre dos máximos o mínimos es:

$$\Delta \left[\frac{1}{\lambda_0} \right] = \frac{1}{2 n_2 h \cos\theta_2} \quad (11)$$

por lo tanto, el grosor de la capa puede extraerse como:

$$h = \frac{1}{2 n_2 \Delta \nu \cos \theta_2} = \frac{1}{2 n_2 \Delta \nu \sqrt{1 - \frac{n_1^2}{n_2^2} \sin^2 \theta_1}} \quad (12)$$

donde ν es el número de onda.

Los espectros se realizaron habitualmente en el infrarrojo medio, entre 4000 cm^{-1} y 400 cm^{-1} utilizando un espectrómetro infrarrojo de transformada rápida de Fourier BOMEM MB-120. Los espectros se realizaban con una resolución de 4 cm^{-1} y un ángulo de incidencia de 28° . Gracias a la presencia un microscopio infrarrojo IRPLAN (SpectraTech Inc.), las medidas de grosor pueden realizarse en un área de diámetro mínimo $25 \mu\text{m}$. Siempre que la superficie de silicio tenga una calidad mínima las interferencias son muy intensas y permiten hallar fácilmente y con precisión el valor de su período, y consecuentemente el valor del grosor. La precisión alcanzada es mejor que $0.1 \mu\text{m}$. Esta técnica permite la medida de grosores con una precisión superior a la obtenida mediante imágenes SEM en sección transversal con la ventaja de permitir medidas in situ sobre la oblea procesada. Aunque la intensidad de las interferencias disminuye si las superficies son de mala calidad, dificultando la extracción de valores precisos del grosor, este problema no aparecía para las rugosidades residuales presentes bajo nuestras condiciones de grabado.

Es conocido que el índice de refracción complejo del silicio varía con el nivel de dopaje⁴⁹ (figura 28). Ello provoca efectos anómalos en el espectro de interferencias especialmente para concentraciones superiores a 10^{18} cm^{-3} . El efecto sobre el espectro es un cambio en el período de las interferencias que aumenta al disminuir el número de onda. Con la intención de estimar el error cometido en el cálculo del grosor en estos casos se realizaron una serie de simulaciones mediante un programa desarrollado en el LCMM⁵⁰ para la simulación de espectros infrarrojos. Entre otras cosas este programa permite simular el espectro de reflexión o transmisión de una estructura multicapa conocidas las constantes físicas (índice de refracción n y coeficiente de absorción k) que las caracterizan y el ángulo de incidencia. El programa permite considerar el efecto de la absorción por portadores libres mediante el modelo de Drude. Los resultados obtenidos para un sistema aire/silicio/aire con distintos niveles de dopaje se muestran en la figura 29. Para disminuir el error cometido es aconsejable tomar períodos para números de onda altos. Para dopajes inferiores a 10^{18} cm^{-3} el error cometido es inferior al 1% en la zona de más altas frecuencias del espectro (figura 29).

Experimentalmente se constató que para dopajes muy altos ($> 10^{21} \text{ cm}^{-3}$) las interferencias desaparecen impidiendo la utilización de esta técnica. El origen de esta desaparición se debe

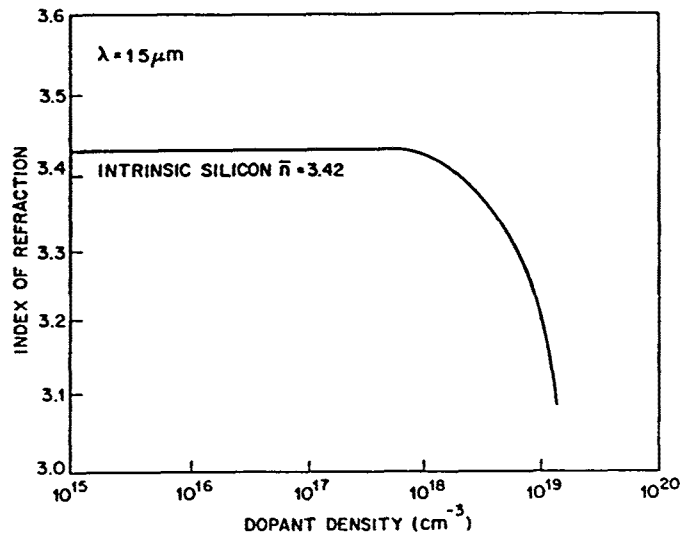


Fig. 28 Dependencia del índice de refracción del silicio con el nivel de dopaje (Ref. 49).

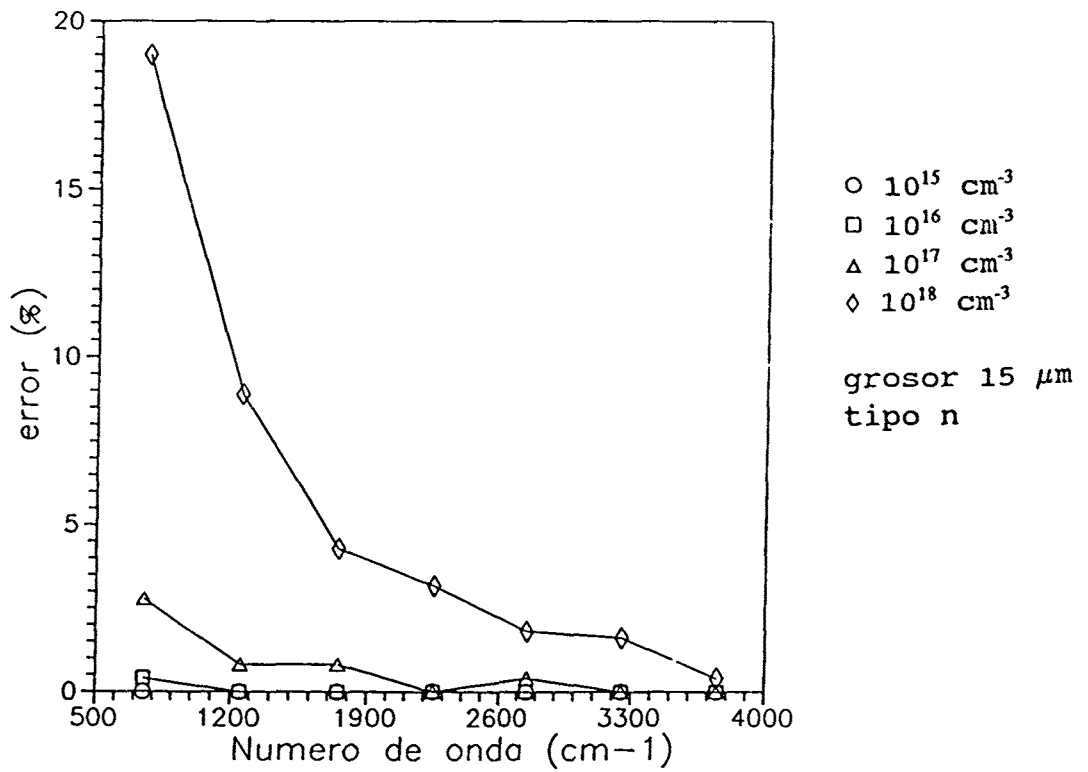


Fig. 29 Error cometido en la determinación del grosor del diafragma según la zona del espectro infrarrojo utilizada, para distintos niveles de dopaje.

a que el índice de refracción experimenta variaciones considerables de manera continua con la distancia a lo largo del espesor de la capa desvaneciéndose las interfaces definidas.

I.4. Fabricación de sensores de presión basados en membranas cuadradas de grosor uniforme

Los sensores de presión diseñados se basan en la integración de un puente de Wheatstone en el diafragma con las cuatro ramas activas. En el diseño basado en un diafragma cuadrado de grosor uniforme dos resistencias se colocan paralelas a dos bordes opuestos de la membrana y las otras dos perpendiculares a los dos otros bordes⁵¹, tal como se observa en la figura 30. De esta manera las piezorresistencias perpendiculares sufren un esfuerzo mecánico paralelo al flujo de la corriente, mientras que en las resistencias paralelas al borde, el esfuerzo mecánico es perpendicular a la corriente. Así se consigue que dos resistencias aumenten de valor mientras las dos restantes disminuyen, desequilibrando el puente de Wheatstone, y proporcionando un voltaje de salida proporcional a la diferencia de presión aplicada.

La configuración en puente de Wheatstone presenta como principales ventajas:

- La presión se convierte directamente a un voltaje fácilmente medible.
- Efectos en modo común, en particular las variaciones con la temperatura del valor de las resistencias quedan anuladas en la salida diferencial al afectar a todas ellas del mismo modo.

En primera aproximación, las tensiones mecánicas son constantes sobre las piezorresistencias y el cambio en su valor viene dado por (véase apéndice II):

$$\frac{\Delta R}{R} = \pi_t \sigma_t + \pi_l \sigma_l \quad (13)$$

donde π_t y π_l son los coeficientes transversal y longitudinal respectivamente, y σ_t y σ_l las tensiones mecánicas sobre las resistencias. A partir de la variación en el valor de las resistencias es fácilmente calculable la sensibilidad final de un diseño.

Para la disposición de resistencias antes citada y para diafragmas cuyos lados estén alineados con la dirección [110] (tal como resultan cuando se trabaja con obleas de silicio {100}) resulta (ver apéndice II):

$$\pi_l = \frac{1}{2} (\pi_{11} + \pi_{12} + \pi_{44}) \quad (14)$$

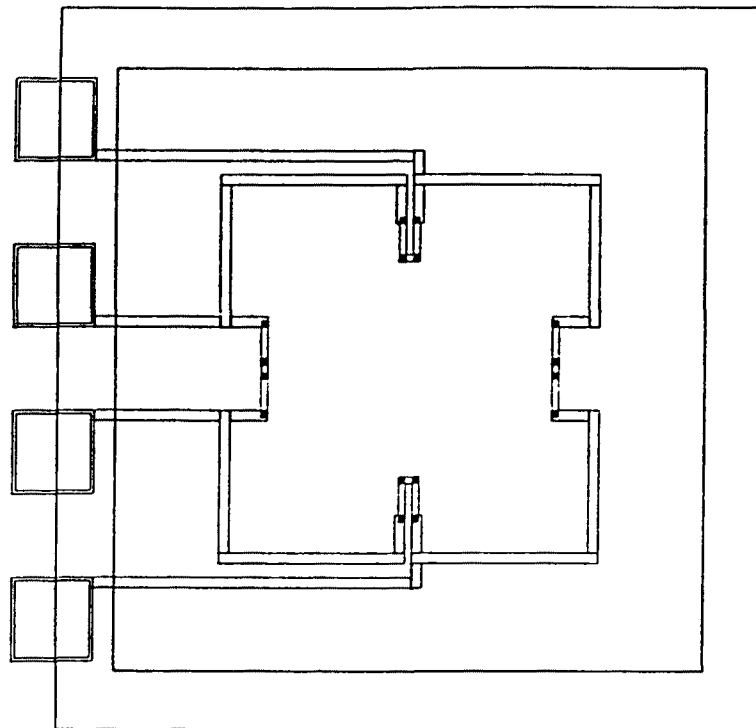


Fig. 30 Detalle de la máscara utilizada para la fabricación de sensores de presión piezorresistivos.

$$\pi_t = \frac{1}{2} (\pi_{11} + \pi_{12} - \pi_{44}) \quad (15)$$

Como se puede constatar a partir de la expresión (13), para calcular las prestaciones de los sensores es imprescindible conocer la distribución de esfuerzos en el diafragma. A ello está dedicado el apéndice IV.

I.4.1. Diseño de los sensores de presión y simulación

Las dimensiones de las piezorresistencias y su posición en el diafragma deben ser escogidas como un compromiso entre la máxima sensibilidad a la presión, y la reproducibilidad esperada en el proceso de fabricación.

Por un lado debemos colocar las resistencias tan cerca como sea posible del centro de los bordes de la membrana, pues es ahí donde las tensiones son máximas. Desde este punto, las tensiones decrecen más rápidamente hacia el centro de la membrana que hacia las esquinas, de manera que las piezorresistencias perpendiculares tienden a tener una sensibilidad menor

que las paralelas. Por ello es aconsejable dividir éstas en dos partes (figura 30).

Otra segunda consideración, es la distancia mínima permitida entre las resistencias y el borde de la membrana. Este parámetro está limitado por los errores de alineamiento entre la máscara que define la membrana y la que define la posición de las piezorresistencias. Hay que señalar que estas dos máscaras corresponden a las dos caras opuestas de la oblea. Aunque el error de alineamiento nominal en el sistema de alineación por doble cara es inferior a $10\ \mu\text{m}$, se tomó en el diseño una distancia de seguridad de $30\ \mu\text{m}$.

Finalmente cabe destacar la conexión de las piezorresistencias. Dado que las resistencias perpendiculares se han dividido en dos para aumentar la sensibilidad, es aconsejable, partir en dos también las paralelas para conseguir un mejor acuerdo en su valor y en consecuencia una menor tensión de offset.

El conjunto de máscaras diseñados (7 niveles) para el primer proceso de sensores de presión contiene transductores de membrana cuadrada con tres dimensiones distintas correspondientes a lados de $0.5\ \text{mm}$, $1.0\ \text{mm}$ y $1.5\ \text{mm}$. El diseño fue concebido para obtener grosores de membrana de $20\ \mu\text{m}$. Ello obliga a variar las dimensiones de la ventana para el ataque anisótropo dependiendo del grosor inicial de la oblea: $280\ \mu\text{m}$ para obleas de $2''$ ó $400\ \mu\text{m}$ para obleas de $4''$. Ambas posibilidades fueron incluidas en el diseño.

Mediante el procedimiento descrito en el apéndice IV se simuló la respuesta a la presión aplicada para cada uno de los diseños, los resultados se recogen en la tabla:

Tabla VIII: Cálculo de las sensibilidades para los sensores diseñados

a (mm)	h (μm)	Sensibilidad (mV/V/bar)
0.5	20	3.1
1.0	20	19.6
1.5	20	50.2

Se evaluó también el efecto del desalineamiento entre la membrana y la máscara que define la posición de las resistencias. En la figura 31 se presenta la variación de la sensibilidad por efecto del desalineamiento. Los resultados aparecen normalizados respecto al valor de la sensibilidad nominal. Puede observarse como la sensibilidad aumenta ligeramente al acercarse alguna de las piezorresistencias a los bordes del diafragma, pero cae bruscamente si dejan de estar situadas en el interior del diafragma.

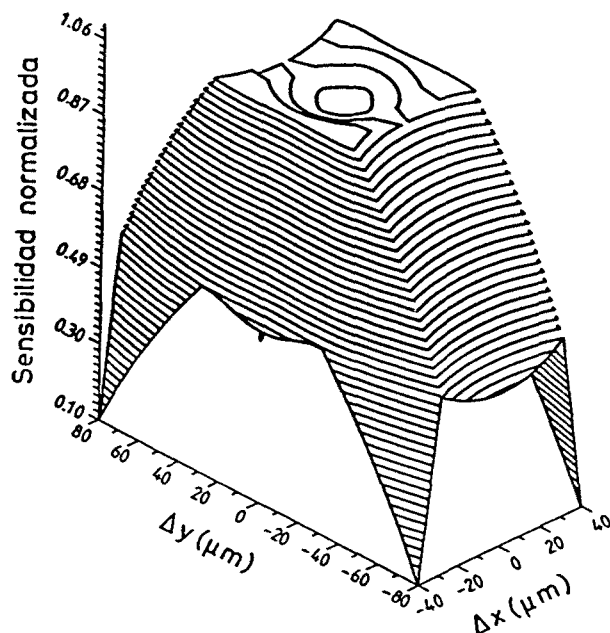


Fig. 31 Variación de la sensibilidad por efecto del desalineamiento para el transductor con un diafragma de $500 \times 500 \mu\text{m}$. Las resistencias están a $30 \mu\text{m}$ del borde de la membrana.

I.4.2. Diseño tecnológico de las piezorresistencias

Para la fabricación de los sensores de presión se tomó como material de partida obleas de silicio tipo n poco dopadas. Como elementos sensores se han utilizado resistencias de silicio monocristalino implantado con boro. Se toma como impureza dopante el boro debido a que presenta unos coeficientes piezorresistivos mayores para la orientaciones de las resistencias utilizadas en el diseño (alineadas en la dirección $[110]$) (Apéndice II). Las dosis de implantación y el tratamiento térmico posterior se escogen para obtener una concentración superficial de impurezas del orden de 10^{19} cm^{-3} como un valor de compromiso entre el valor del coeficiente piezorresistivo y la dependencia en temperatura del mismo.

La elección de piezorresistencias implantadas en contraposición al método de obtención mediante difusión viene determinada por dos factores.

- i) La dependencia en temperatura del efecto piezorresistivo está relacionada con el perfil de implantación. En un perfil más profundo, hay una mayor contribución de capas poco dopadas donde el efecto piezorresistivo depende más intensamente de la temperatura. Las resistencias implantadas tienen una menor dependencia en temperatura que las difundidas pues el perfil decae más rápidamente⁵².
- ii) La sensibilidad respecto a la presión será también mayor pues los esfuerzos mecánicos

disminuyen con la profundidad hasta anularse en el plano medio del diafragma. Este efecto es tanto más importante cuanto más delgado sea el diafragma.

En la tabla IX se recogen los resultados más destacados de la simulación tecnológica obtenidos mediante el programa SUPREM3 para las resistencias utilizadas.

Tabla IX: Simulación tecnológica de las piezorresistencias

Material	E (KeV)	Dosis (cm ⁻²)	R _□ (Ω)	C _s (cm ⁻³)	x _j (μm)
silicio	50	5.10 ¹⁴	192	1.1·10 ¹⁹	0.718

Siendo C_s la concentración superficial y x_j la profundidad de la unión.

En la figura 32 se puede observar con detalle el perfil de impurezas esperado.

I.4.3. Proceso tecnológico

A continuación se lista el flujo de los pasos tecnológicos más significativos en la realización de los sensores de presión junto con unos diagramas (figura 33) que facilitan la visión del proceso.

- Material de partida obleas tipo n poco dopadas.
- Oxidación de campo.
- Depósito de nitruro de silicio LPCVD. (1)
- Fotolitografía: definición de un motivo para el alineamiento de doble cara.
- Grabado del nitruro de silicio mediante RIE en la cara anterior.
- Grabado húmedo del óxido de silicio.
- Grabado anisótropo. (2)
- Decapado del nitruro de silicio cara anterior.
- Fotolitografía: Definición de las piezorresistencias.
- Grabado del óxido de silicio.
- Implantación de boro.
- Recocido de activación de las impurezas.
- Fotolitografía: apertura de contactos.
- Grabado de óxido de silicio. (3)
- Metalización.
- Fotolitografía: Definición del metal.
- Grabado del aluminio.
- Recocido del aluminio. (4).
- Deposición de un óxido de pasivación (PECVD).

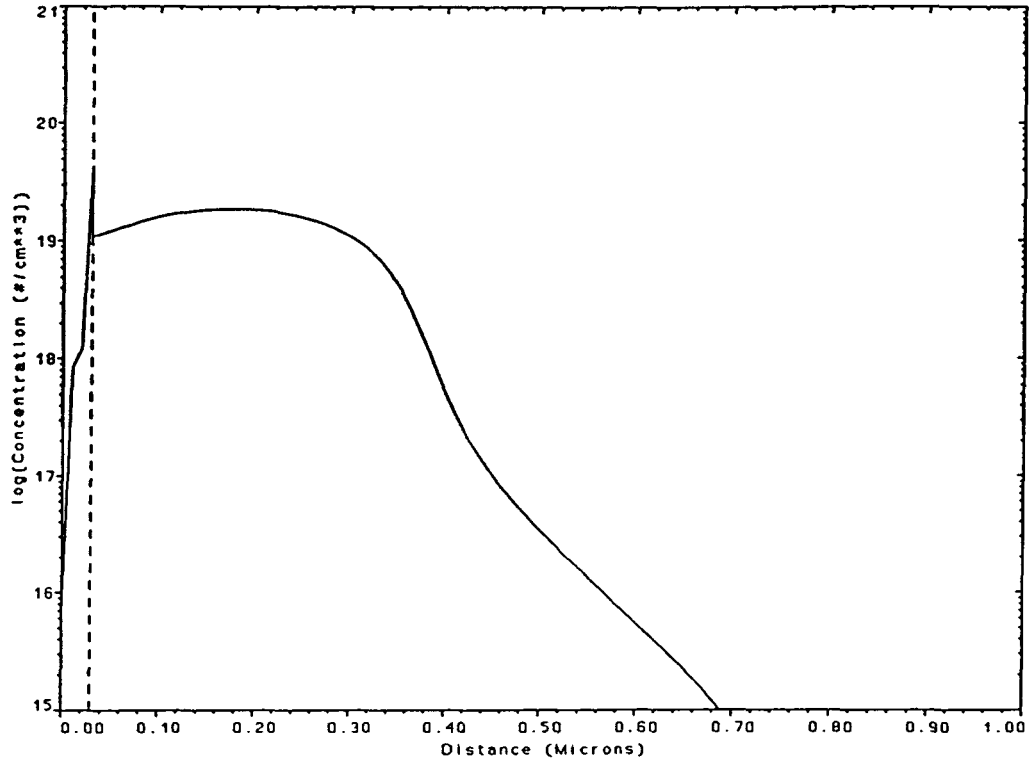


Fig. 32 Perfil de boro activo en el interior del semiconductor de acuerdo con la simulación SUPREM III.

- Fotolitografía: Apertura de los pads de soldadura.
- Grabado de óxido de pasivación. (5).
- Fotolitografía: Definición de las membranas.
- Grabado de nitruro cara posterior.
- Grabado húmedo de óxido de silicio cara posterior.
- Mecanizado del silicio mediante grabado anisótropo.

I.4.5. Encapsulado de los sensores

El encapsulado utilizado es adecuado para medidas de presión en modo diferencial. Contiene tres sensores de presión en la misma base en la que se han practicado tres orificios con el objetivo de proporcionar una presión de referencia a los tres dispositivos. Esta es de tipo DIL ('Dual in Line') de 20 patillas, de níquel con una capa de oro de una micra. Los dados de silicio se unen a la base mediante epoxy (EPOTEK H-61) curada a 150°C, durante 30 minutos. Los 'pads' de soldadura de cada uno de los chips se unen a las patillas mediante hilos de oro. La tapa se ha modificado incluyendo una cánula para la toma de presión y se sella con estaño a la base. En la fotografía (figura 34) se muestra la imagen de los sensores encapsulados.

I.5. Caracterización de los sensores fabricados

La caracterización realizada puede dividirse en dos etapas: i) medidas del control del proceso tecnológico y ii) medidas de la respuesta del sensor ya encapsulado. En el primer punto se discutirán las medidas del grosor de la membrana, el valor de la resistencia cuadro de las piezorresistencias. En el segundo apartado se describirá la respuesta del sensor a la presión aplicada: offset (salida del sensor a presión nula), sensibilidad y dependencia en temperatura de las características. Se presentará asimismo el sistema experimental de caracterización de los sensores. En este apartado no se pretende realizar un extenso análisis estadístico de los resultados, aunque en cualquier caso se indicará los márgenes de variación de los distintos parámetros en los sensores medidos.

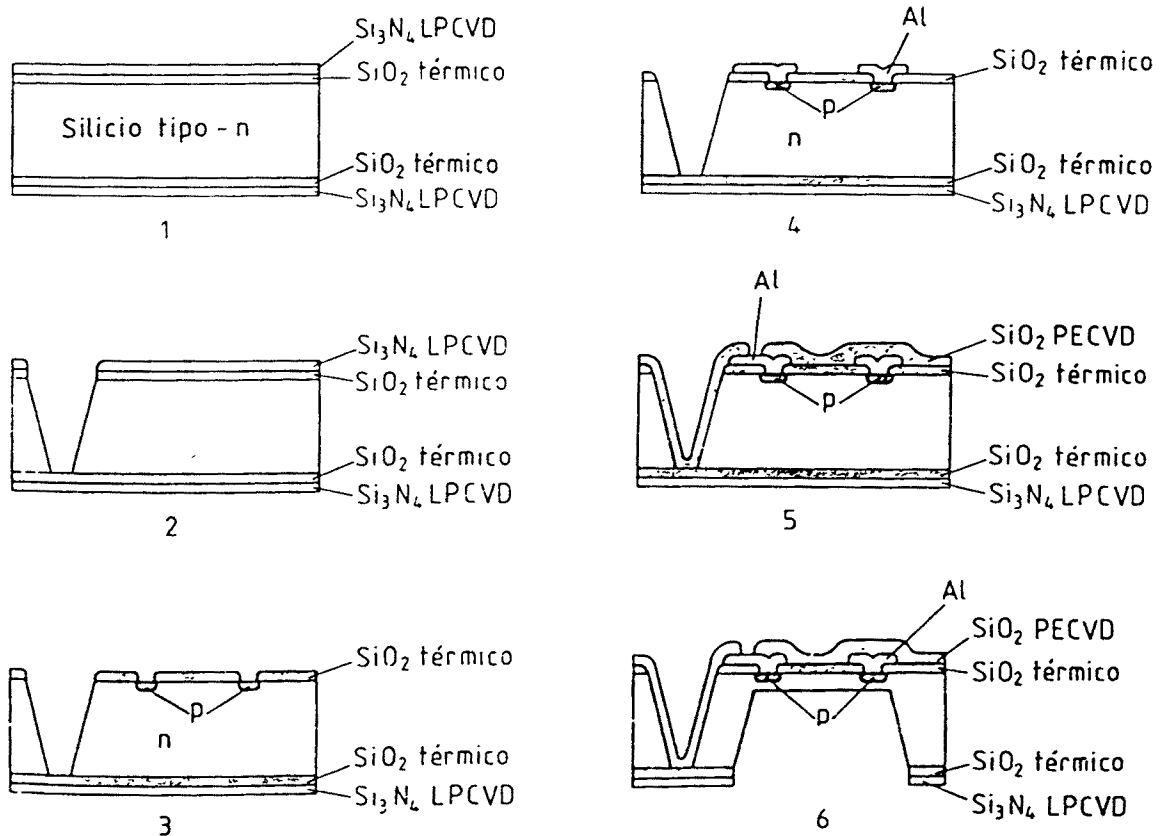


Fig. 33 Esquema del proceso tecnológico de fabricación de los sensores de presión.

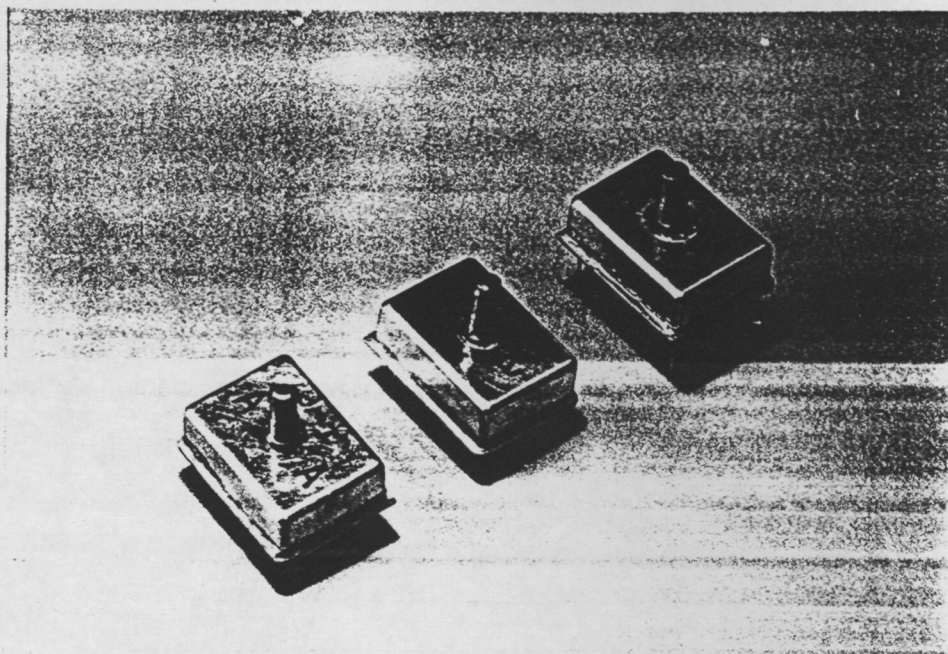


Fig. 34 Sensores de presión encapsulados.

I.5.1. Control del proceso tecnológico

I.5.1.1 Resistencia cuadro

Tras la realización de todos los pasos tecnológicos en la cara anterior de la oblea y previamente al grabado anisótropo se midió la resistencia cuadro. Ello fue posible gracias a la existencia de un motivo de test (cruz de Van der Pauw) incluido en uno de los chips. Los resultados se muestran en la tabla X:

Tabla X: Resistencia cuadro de las piezorresistencias

Oblea	R_{\square}	n	valor min.	valor max.
1	201 ± 1.4	27	199	204
2	200 ± 1.0	14	199	202

n es el número de chips sobre los cuales se ha realizado la medida.

Comparando los valores de resistencia cuadro de las piezorresistencias previstos mediante

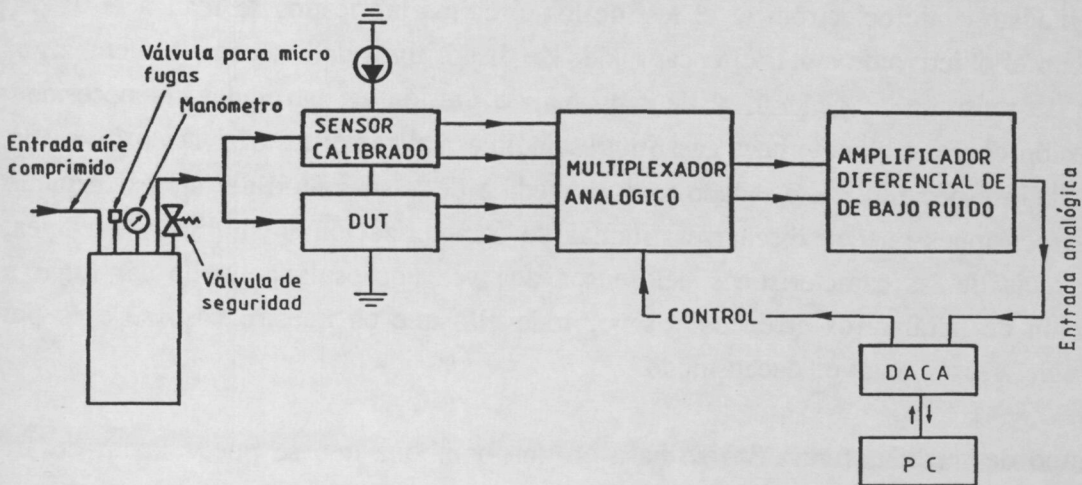


Fig. 35 Sistema para la caracterización de los sensores fabricados.

simulación SUPREM3 (tabla IX) y los resultados obtenidos experimentalmente se observa un buen acuerdo.

1.5.1.2 Grosor de las membranas

Como se ha detallado anteriormente, con el objetivo de obtener finalmente diafragmas de 20 μm de grosor, el grabado anisótropo se realizaba en dos etapas. La tabla XI muestra los valores medios de grosor obtenidos tras cada una de las etapas:

Tabla XI: Valores medios de grosor medidos mediante FTIR después de cada una de las etapas

1ª Etapa	2ª Etapa
$43 \pm 15 \mu\text{m}$	$24 \pm 3 \mu\text{m}$

Aunque la metodología empleada mejora el control del grosor de la membrana la indeterminación es todavía importante y dará lugar a importantes variaciones de sensibilidad.

I.5.2 Respuesta del sensor

I.5.2.1 Sistema de medida

En la industria microelectrónica, el test de los circuitos fabricados se realiza en la propia oblea con el objetivo de evitar el encapsulado de dispositivos defectuosos. Sin embargo, en el test de sensores en general, y de sensores de presión en particular, la necesidad de interacción con el ambiente hace casi imprescindible realizar el test del dispositivo con un encapsulado especialmente diseñado para la medida de la magnitud de interés. Aunque en algunas ocasiones pueden diseñarse sistemas de caracterización in-situ sobre la oblea, la dependencia de las características del sensor una vez encapsulado puede dar lugar a la extracción de parámetros erróneos. Es por todo ello que en nuestro caso se optó por la medida del sensor una vez encapsulado.

El equipo de medida (figura 35) se basa en una bombona que se puede llenar de aire a presión, y a la cual están conectados los sensores. Está provista de una válvula para ocasionar micro-fugas y provocar lentas caídas de presión en el interior de la bombona y por lo tanto permite variar la presión a la que se encuentran sometidos los sensores. Un manómetro facilita la inspección visual del nivel de presión en la bombona y una válvula de seguridad regulable y calibrada evita que se aplique una sobrepresión a los sensores. En la totalidad de las medidas se fijó una presión de seguridad de 2 atm. Conectados a esta bombona se sitúa el dispositivo problema y un dispositivo calibrado comercial: NOVASENSOR NPH-8-200G. Las especificaciones de este sensor se detallan en la tabla XII.

Tabla XII: Especificaciones del sensor de calibración NOVASENSOR NPH-8-200G

Rango	2 bar
Salida a fondo de escala (FSO)	96.21 mV
Alimentación	1.5 mA
Valor nominal de las resistencias	4.54 K Ω
No-linealidad (BFSL)	0.03%
Tensión de offset	1.7 mV/V

Ambos sensores están basados en un puente de Wheatstone resistivo, y eran alimentados en paralelo para las medidas a tensión constante o en serie para las medidas a intensidad constante. La salida eléctrica de ambos transductores está conectada a un doble multiplexor de dos canales, que a su vez está conectado a un amplificador diferencial de bajo ruido ITHACO 1201 que permite seleccionar la ganancia necesaria para adecuar el nivel de salida del sensor a la entrada de los conversores A/D presentes en la DACA (Data Acquisition and Control Adapter de IBM). El amplificador ITHACO está provisto de un conjunto de filtros

paso-bajo (y paso-alto) que permiten atenuar el nivel de ruido de alta frecuencia presente en el sistema de medida. La relación señal/ruido a la entrada de los conversores A/D era de 70 dB.

Para las medidas en temperatura el sensor problema se introducía, junto con un termopar en un recipiente al baño maría en aceite Glicol-400 que permitía realizar las medidas a una temperatura máxima de 200°C.

1.5.2.2 Offset

En un puente de Wheatstone, cualquier discrepancia inicial en los valores de las resistencias da lugar a una salida del puente a presión nula u 'offset'. Para una precisión típica de un 0.5% en el valor de las piezorresistencias, offsets de hasta 10 mV/V pueden esperarse mostrando una distribución centrada en el valor cero. Sin embargo, los offsets medios de los sensores de presión suelen mostrarse sistemáticamente desplazados hacia valores positivos o negativos debido a la presencia de esfuerzos residuales en el diafragma. Estos esfuerzos mecánicos tienen diferentes causas:

- i) Dado que la superficie del transductor esta cubierta con diversos materiales en forma de capas delgadas, la superficie del diafragma estará en tensión o en compresión debido a los diferentes coeficientes de expansión térmica. La definición mediante litografía de motivos en estas capas perturba el estado homogéneo de esfuerzos dando lugar a variaciones locales de los mismos.
- ii) El coeficiente de expansión del encapsulado es normalmente también diferente al del silicio, con lo cual nuevos esfuerzos se inducen durante el proceso de soldadura.

La salida de los transductores a presión cero fue determinada en dos estadios diferentes del proceso de fabricación de los prototipos. Se procedió a la medida del offset in-situ en las obleas previamente a la realización del ataque anisótropo. El offset en este punto proporciona información sobre las discrepancias en los valores de las resistencias (Tabla XIV). Finalmente se halló su valor también en los dispositivos ya encapsulados. Como se observa a partir de los resultados presentados en la tabla XIII, el valor final del offset es en promedio mayor.

Tabla XIII: Valor absoluto tensión de offset (mV/V) previo al grabado anisótropo

Oblea-lado(μm)	V_{offset}	n	Valor min.	Valor max.
1: 1500	1.5 ± 0.7	26	0.02	3.27
1: 1000	1.9 ± 0.1	28	0.15	4.56
1: 500	0.1 ± 0.1	18	0.02	0.19
2: 1500	1.4 ± 0.8	25	1.26	3.43
2: 1000	2.1 ± 1.3	28	0.02	5.28
2: 500	1.7 ± 1.4	27	0.08	5.10

El número total de dispositivos de cada tipo es 28 por oblea.

En esta etapa el offset promedio se sitúa en torno a 1 - 2 mV/V. No se observan diferencias significativas entre los diversos diseños, lo cual no deja de ser normal dado que el diseño de todos ellos es muy similar.

El valor final medido en los dispositivos ya encapsulados se muestra en la tabla XIV. Aparecen valores considerablemente más altos que los obtenidos previamente.

1.5.2.3 Sensibilidad

Como se presentó en el apartado relativo a la simulación mecánica de las membranas constituyente básico de los sensores de presión, se indicó que el esfuerzo mecánico presente en diafragmas cuadrados de grosor uniforme es proporcional a $(a/h)^2$ siendo a el lado de la membrana y h su grosor. Así pues, la reproducibilidad de la sensibilidad obtenida está directamente relacionada con el control dimensional durante el proceso de fabricación de la membrana, y en menor medida, como se presentaba en el mismo apartado a la precisión en el alineamiento de las resistencias respecto a la posición de las membranas. En esta primera generación de sensores de presión no se utilizó ningún método automático de paro del grabado anisótropo. Por ello el control dimensional en el grosor de la membrana no fue muy bueno. Los errores típicos de un 10% hallados en el grosor de ésta deben proporcionar variaciones en torno al 20% en la sensibilidad de los sensores. En la tabla XIV se presentan los resultados obtenidos: para una mejor comparación se presentan las sensibilidades teóricas para el grosor del diafragma en cada sensor⁵³.

Tabla XIV: Sensibilidad y offset de los sensores de presión.

Lado (μm)	h (μm)	S_{cor} (mV/V/bar)	S_{exp} (mV/V/bar)	Offset (mV/V)
1500	50	8.0	7.6	11.0
1000	50	3.1	2.9	9.0
500	50	0.49	0.47	3.25
1500	24	34.8	32.0	9.8
1000	23	14.8	14.5	0.53
500	24	2.1	1.9	3.4

1.5.3.4 Dependencia en temperatura de las características del sensor

PIEZORRESISTENCIAS

La variación del valor de las piezorresistencias con la temperatura depende básicamente del nivel de dopaje así como de la forma del perfil. Para el rango de temperaturas de funcionamiento del sensor la principal fuente de variación es la movilidad, pues el número de portadores permanece esencialmente constante. Como puede observarse en la figura 38 la movilidad disminuye con la temperatura, comportamiento típico cuando la dispersión de los portadores se produce con los fonones de la red, si bien el ritmo de la variación depende considerablemente del nivel total de impurezas^{54,55}. Ante la existencia de un perfil se puede realizar una media ponderada de la movilidad por el nivel de impurezas activas. En el caso de las resistencias de silicio cristalino el valor obtenido experimentalmente ha sido:

$$\text{TCR} (20^\circ\text{C}) = (3.9 \pm 1.3) \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$$

consistente con el esperado aumento de la resistencia debido a la disminución de la movilidad con la temperatura. En la figura 37 puede observarse la evolución observada que es aproximadamente parabólica. El valor presentado anteriormente es obtenido calculando la derivada sobre un ajuste polinomial de segundo orden sobre los datos experimentales.

DEPENDENCIA EN TEMPERATURA DE LA TENSIÓN DE OFFSET (TCO)

Aunque para un puente de Wheatstone perfectamente equilibrado las variaciones en los valores de las piezorresistencias debido a cambios en la temperatura de operación (siempre que las resistencias se comporten de igual forma) no se reflejan en un cambio en la salida del mismo, de hecho el offset suele presentar derivas térmicas (figura 38). Los valores observados se sitúan entre $-7.0 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ y $+4.0 \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ para los sensores con galgas de

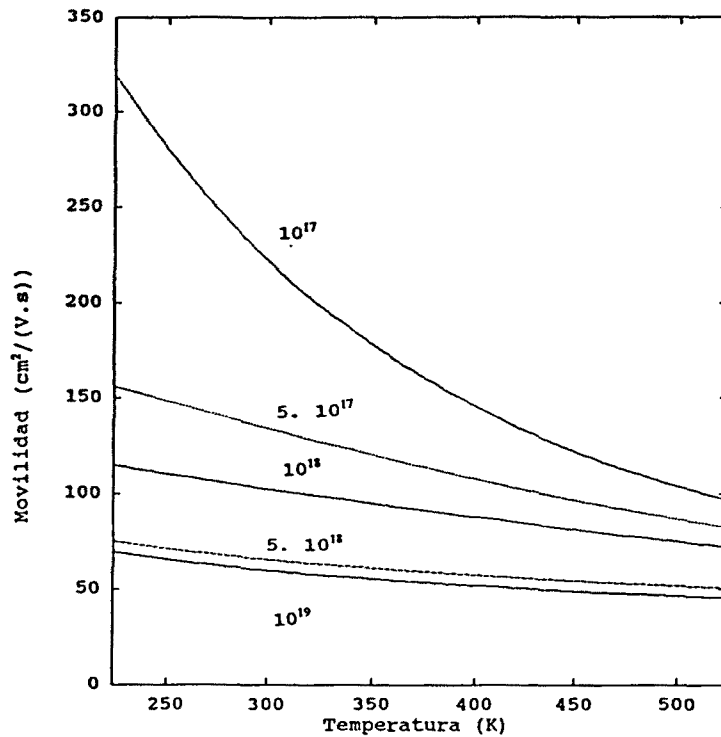


Fig. 36 Variación de la movilidad de huecos con la temperatura para distintas concentraciones de impurezas (ref 55).

silicio.

Un posible mecanismo para explicar la evolución del offset con la temperatura es la existencia de diferencias locales de temperatura entre las distintas piezorresistencias que integran el puente. El origen de esta diferencia podría radicar en la misma disipación térmica de las resistencias por efecto Joule. Dado que la disposición geométrica de las resistencias no es igual para los brazos situados bajo esfuerzo transversal o longitudinal, la distribución de temperaturas en el silicio podría ser también diferente. Para estimar este efecto hemos realizado un cálculo simplificado. Suponiendo la existencia de una diferencia de temperatura δ entre ambos tipos de resistencias y siendo TCR el coeficiente térmico de estas, aparecería una contribución al offset dada por:

$$\frac{V_{\text{out}}}{V_{\text{DC}}} \approx \frac{\text{TCR} \delta}{2} \quad (16)$$

Este offset iría disminuyendo al aumentar la temperatura con un coeficiente térmico:

$$\text{TCO} \approx -\text{TCR} \quad (17)$$

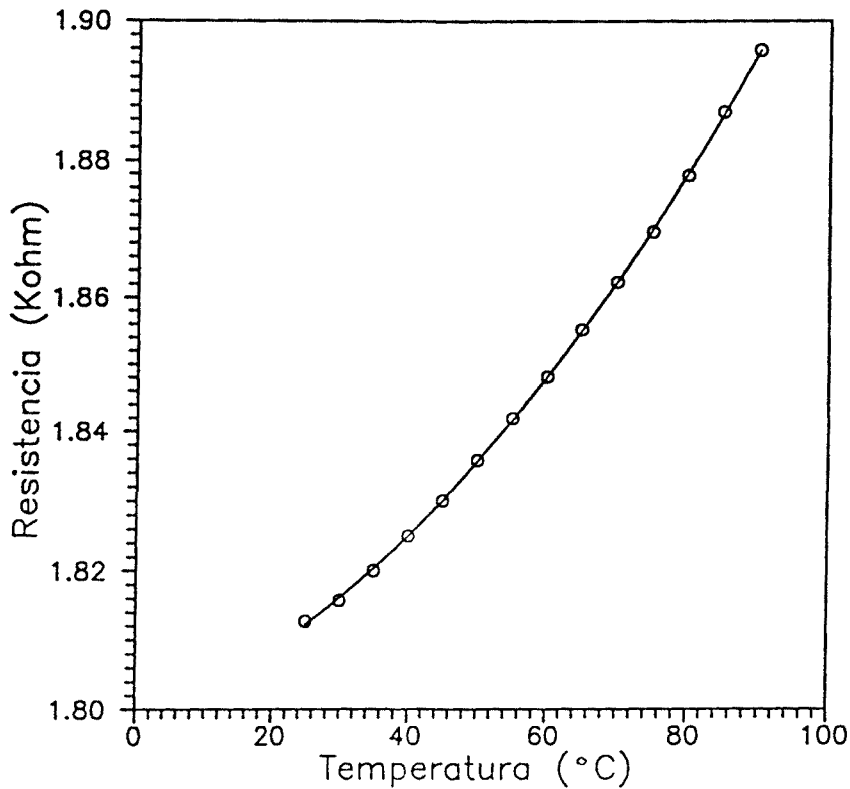


Fig. 37 Variación de la resistencia con la temperatura.

Así pues, vemos que supuesta la existencia de una diferencia de temperatura entre las resistencias se produce una contribución a la tensión de offset del dispositivo. Tanto el valor absoluto de esta contribución como su coeficiente térmico son proporcionales al coeficiente térmico de las resistencias. En este sentido sería deseable obtener resistencias con el menor TCR posible. No obstante, pueden existir otros mecanismos responsables de la variación del offset con la temperatura como las variaciones en los esfuerzos de origen térmico o intrínseco inducidos en el diafragma.

VARIACIÓN DE LA SENSIBILIDAD CON LA TEMPERATURA

Si el puente es alimentado a voltaje constante, la variación de la sensibilidad con la temperatura está originada principalmente por la variación del efecto piezorresistivo. A mayor dopaje, la dependencia con la temperatura es menor. Sin embargo, ello comporta una reducción significativa de la sensibilidad. Es por ello necesario un compromiso tal como se discute en el apartado relativo al diseño tecnológico de las piezorresistencias.

Si el puente está alimentado a intensidad constante, dos términos aparecen en la variación de la sensibilidad con la temperatura: la dependencia del efecto piezorresistivo y la dependencia

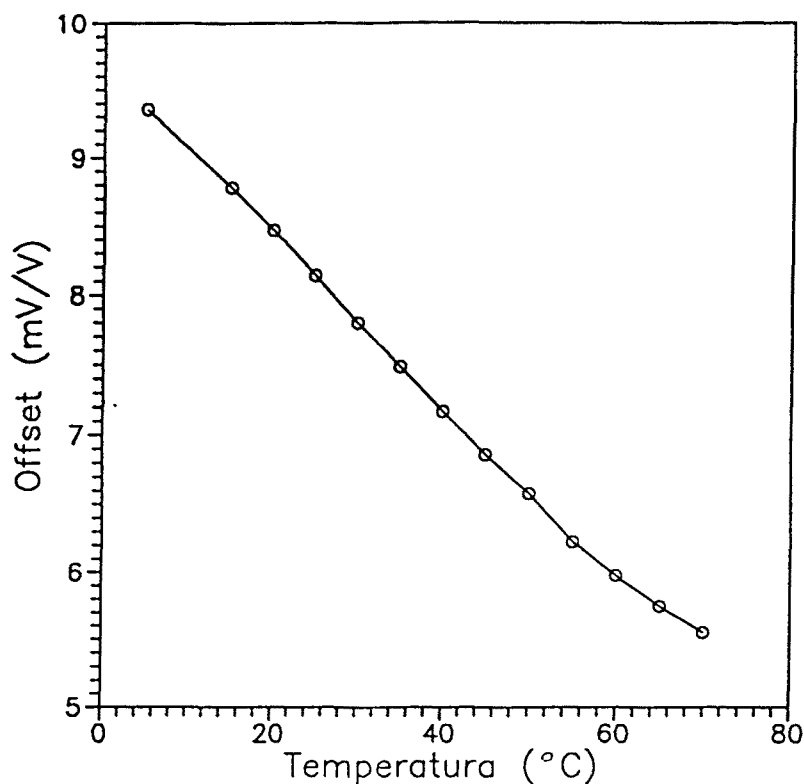


Fig. 38 Variación del offset con la temperatura para uno de los dispositivos fabricados.

de la resistividad.

$$TCS_I = TCS_V + TCR \quad (18)$$

En el caso de los sensores realizados con galgas activas de silicio cristalino implantado, el aumento del valor de las resistencias con la temperatura provoca al alimentar el puente a intensidad constante un aumento efectivo del voltaje de alimentación lo que compensa parcialmente la disminución de los coeficientes piezorresistivos con la temperatura.

A nivel teórico éstas dos dependencias pueden anularse seleccionando adecuadamente el nivel de dopaje de las piezorresistencias. Sin embargo, ello requiere datos precisos sobre el TCR y sobre el TCS. Además ambos valores son dependientes del perfil de impurezas en el semiconductor. Es necesario, en cualquier caso, el desarrollo de un trabajo de simulación teniendo en cuenta estos aspectos para intentar compensar los sensores con este método.

En las medidas a voltaje constante el coeficiente de variación de la sensibilidad en promedio fue $-(2.6 \pm 0.5) \cdot 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ en el rango de temperaturas entre 0 y 100°C.

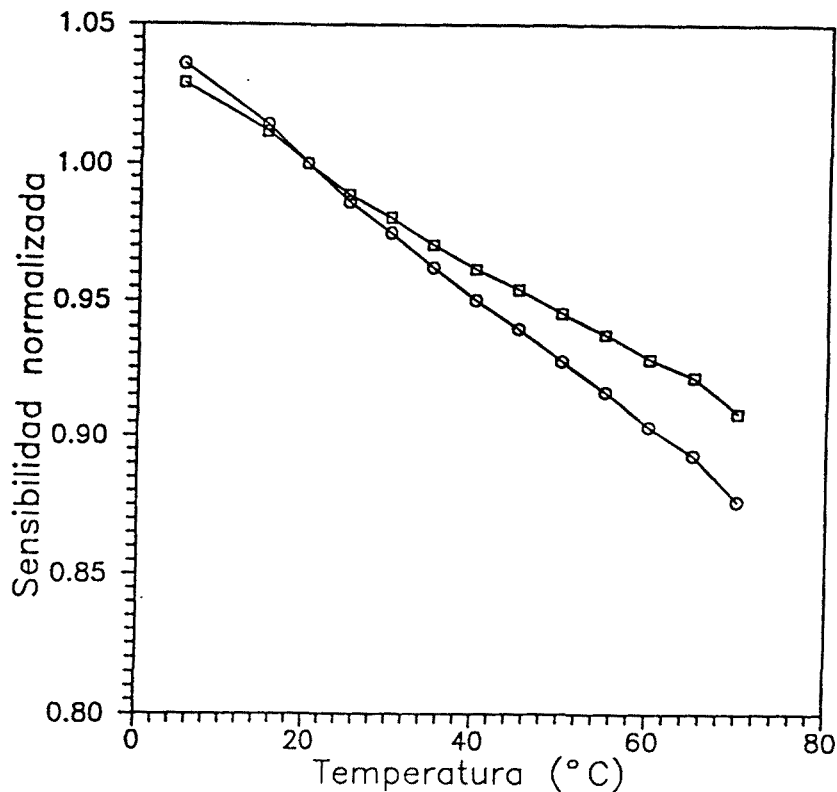


Fig. 39 Variaciones en la sensibilidad de un sensor piezorresistivo. Comparación entre alimentación a intensidad (○) o a voltaje constante (□).

En la figura 39 puede observarse las variaciones en la sensibilidad de un sensor alimentado a voltaje constante o intensidad constante normalizados a su valor a 20°C. Como puede observarse la dependencia en temperatura de la sensibilidad se ve compensada parcialmente al alimentar el puente a intensidad constante siendo en nuestro caso el TCR inferior al TCS. Diferentes esquemas de compensación de las variaciones térmicas de las características del sensor se encuentran detallados en el apéndice V.

I.6. Sumario

En este capítulo se ha presentado el estudio experimental del grabado anisótropo húmedo mediante una disolución de KOH, 2-propanol y H₂O, y su aplicación en la fabricación de sensores de presión piezorresistivos.

Tras una revisión de los aspectos más relevantes concernientes al micromecanizado del silicio cristalino utilizando disoluciones alcalinas la dependencia de distintos parámetros que caracterizan el grabado: velocidad, selectividad, sobreataque, etc. con las condiciones de ataque han sido detalladas. Para este estudio se ha hecho uso de la metodología de la superficie de respuesta con el objetivo de extraer conclusiones con una mayor rigurosidad

estadística y con el mínimo número de experimentos posibles. Un análisis de los resultados ha permitido escoger las condiciones de operación en el resto del capítulo.

Mediante el grabado anisótropo se han obtenido diafragmas delgados de silicio mediante un control cronométrico del ataque. Se ha analizado como el grosor de los diafragmas puede extraerse de forma precisa utilizando la técnica no destructiva de la absorción infrarroja.

Mediante simulación numérica a partir de la solución de Timoshenko de la ecuación de Lagrange se ha analizado el comportamiento mecánico de una membrana cuadrada de silicio (apéndice IV). El conocimiento de la distribución de esfuerzos mecánicos nos ha permitido calcular la sensibilidad de los transductores de presión diseñados.

Se ha diseñado un proceso tecnológico utilizando la tecnología microelectrónica estándar y el ataque anisótropo previamente estudiado para la fabricación de sensores de presión piezorresistivos. El correcto funcionamiento de éstos últimos ha sido verificado y se han extraído los parámetros que definen su comportamiento.

Tras el análisis de los resultados obtenidos distintos aspectos han llamado nuestra atención:

- La necesidad de un mejor control dimensional del grosor del diafragma que nos dirige hacia el estudio de los métodos de paro automático del grabado anisótropo. Uno de ellos, el paro electroquímico será analizado en el próximo capítulo.
- La utilización de galgas de silicio implantado limita el rango de operación del sensor a temperaturas inferiores a 125°C. Temperaturas mayores pueden alcanzarse utilizando galgas de polisilicio aisladas del substrato por una capa de óxido de silicio. El polisilicio y sus aplicaciones a sensores se consideran en el capítulo III.
- La importancia de los esfuerzos residuales en el funcionamiento de sensores mecánicos piezorresistivos. La problemática de los esfuerzos residuales en capas finas será analizada en el capítulo III.
- Si deseamos dispositivos de mayor sensibilidad (diafragmas más delgados) y de reducidas dimensiones debemos elaborar nuevos diseños. Su diseño y realización son contemplados en los capítulos IV y V.

I.7. Referencias

1. C. Linder, T. Tschan, N.F. de Rooij
Deep Dry Etching of Silicon: A novel Micromachining Tool
Sensors and Materials, **3**, 311-324, (1992).
2. W.C. Tang, T.H. Nguyen, R.T. Howe
Sensors and Actuators, **20**, 25 (1989).
3. B. Schwartz, H. Robbins
Chemical Etching of Silicon: part I
J. Electrochem. Soc. **106**, 505-508 (1959).
4. B. Schwartz, H. Robbins
Chemical Etching of Silicon: part II
J. Electrochem. Soc. **106**, 108-111 (1959).
5. B. Schwartz, H. Robbins
Chemical Etching of Silicon: part III
J. Electrochem. Soc. **108**, 365-372 (1961).
6. B. Schwartz, H. Robbins
Chemical Etching of Silicon: part IV
J. Electrochem. Soc. **123**, 1903-1909 (1976).
7. D.L. Kendall
IEEE Trans. Electron. Dev., **ED-20**, 1177 (1973).
8. J.M. Crisshal, A.L. Herrington
J. Electrochem. Soc. **111**, 202 (1962).
9. M.J. Declerq, L. Gerzberg, J.D. Meindl
Optimization of the Hydrazine-Water Solution for Anisotropic Etching of Silicon in Integrated Circuit Technology
J. Electrochem. Soc. **122**, 545-552, (1975).
10. D.B. Lee
Anisotropic Etching of Silicon
J. Appl. Phys., **40**, 4569 (1969).
11. A. Reisman, M. Berkenblit, S.A. Chan, F.B. Kaufman, D.C. Green,
The Controlled Etching of Silicon in Catalyzed Ethylenediamine-Pyrocatechol-Water Solutions
J. Electrochem. Soc., **126**, 1406-1415, (1979).
12. E. Bassous
Fabrication of Novel Three-Dimensional Microstructures by the Anisotropic Etching of (100) and (110) Silicon
IEEE Trans. Elec. Dev. **ED-25**, 1178-1193, (1978).
13. M. Mehregany, S.D. Senturia
Anisotropic Etching of Silicon in Hydracine
Sensors and Actuators, **13**, 375-390, (1988).

14. D.L. Kendall, G.R. Guel
Orientations of the third kind: the coming of age of (110) silicon en "Micromachinig and Micropackaging of Transducers", Editores C.D. Fung, P.W. Cheung, W.H. Ko, D.G. Fleming Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 1985. pp. 107-124.
15. U. Schnakenberg, W. Benecke, B. Löchel
NH₄OH based etchants for Silicon Micromachining
Sensors and Actuators, **A21-A23**, 1031-1035 (1990).
16. U. Schnakenberg, W. Benecke, B. Löchel, S. Ullerich, P. Lange
NH₄OH Based Etchants for Silicon Micromachining: Influence of Additives and Stability of Passivation Layers
Sensors and Actuators, **A24**, 1-7, (1991).
17. O. Tabata, R. Asahi, H. Funabashi, S. Sugiyama
Anisotropic Etching of Silicon in (CH₃)₂NOH Solutions
Transducers'91 811-814 (1991).
18. U. Schnakenberg, W. Benecke, P. Lange
TMAHW Etchants for Silicon Micromachining
Transducers'91, 815-818 (1991).
19. A. Merlos, M.C. Acero, M.H. Bao, J. Bausells, J. Esteve
TMAH/IPA anisotropic etching characteristics
Aceptado en Sensors and Actuators.
20. A. Merlos, M.C. Acero, M.H. Bao, J. Bausells, J. Esteve
Study of the Undercutting Characteristics in the TMAH/IPA system
J. Micromech. Microeng. **2**, 181-183, (1992).
21. J.S. Danel, G. Delapierre
Anisotropic crystal etching: a simulation program
Sensors and Actuators **A31**, 267-274 (1992).
22. H. Camon, A.M. Gue, J.S. Danel, M. Djafari-Rouhani
Modelling of anisotropic etching in silicon-based sensor application
Sensors and Actuators, **A33**, 103-105, (1992).
23. E. Herr, H. Baltes
KOH etching of high-index crystal planes in silicon
Sensors and Actuators **A31**, 283-287 (1992).
24. K.E. Bean
Anisotropic Etching of Silicon
IEEE Trans. Elec. Dev. **ED-25**, 1178 (1978).
25. M.M. Abu-Zeid
Corner Undercutting in Anisotropically Etched Contours
J. Electrochem. Soc. **131**, 2138-2142 (1984).

26. X.P. Wu, W.H. Ko
Compensating Corner Undercutting in Anisotropic Etching of (100) Silicon
Sensors and Actuators, **18**, 207-215 (1989).
27. B. Puers, W. Sansen
Testmask for Micromachining Silicon
Proc. IEEE. Int. Conf. on Microelectronic Test Structures, vol. 2, 51-53 (1989).
28. B. Puers, W. Sansen
Compensation Structures for Convex Corner Micromachining in Silicon
Sensors and Actuators A21-A23, 1036-1041, (1990).
29. H.L. Offereins, H. Sandmaier, K. Marusczyk, K. Kühl, A. Plettner
Compensating Corner Undercutting of (100) Silicon in KOH
Sensors and Materials, **3**, 127-144, (1992).
30. S.C. Chang, D.B. Hicks
Mesa Structure Formation Using Potassium Hydroxide and Ethylene Diamine Based Etchants
IEEE Tech. Dig. on Solid-State Sensors and Actuators.
pag. 102-103. Hilton Head Island (1988).
31. G.K. Mayer, H.L. Offereins, H. Sandmaier, K. Kühl.
Fabrication of Non-Underetched Convex Corners in Anisotropic Etching of (100)-Silicon in Aqueous KOH with Respect to Novel Micromechanic Elements
J. Electrochem. Soc. **137**, 3947-3951 (1990).
32. H. Sandmaier, H.L. Offereins, K. Kühl, W. Lang.
Corner Compensation Techniques in Anisotropic Etching of (100)-Silicon Using Aqueous KOH
Transducers'91 pp. 456-459. (1991).
33. M.H. Bao, C. Burrer, S. Marco, J. Esteve, J. Bausells
Etching Front Control of <110> Strips for Corner Compensation
Aceptado en Sensors and Actuators.
34. H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, H. Baumgärtel, *Anisotropic Etching of Crystalline Silicon in Alkaline Solutions: I. Orientation Dependence and Behavior of Passivation Layers*
J. Electrochem. Soc. **137** (1990) 3612.
35. E.D. Palik, O.J. Glembocki, I. Heard, P.S. Burno, L. Tenerz
Etching roughness for (100) silicon surfaces in aqueous KOH
J. Appl. Phys. **70**, 3291-3300, (1991).
36. G. Findler, J. Muchow, M. Koch, H. Münzel
Temporal Evolution of Silicon Surface Roughness during Anisotropic Etching Processes
MEMS'92, 62-66. Travemünde (Alemania, 1992).
37. D.L. Kendall
A new theory for the anisotropic etching of silicon and some underdeveloped chemical micromachining concepts
J. Vac. Sci. Technol. **A8**, 3598-3605 (1990).

38. N.F. Raley, Y. Sugiyama, T. Van Duzer
(100) Silicon Etch-Rate Dependence on Boron Concentration in Ethylenediamine-Pyrocatechol-Water Solutions
J. Electrochem. Soc. **131**, 162-171, (1984).
39. H. Seidel
The mechanism of anisotropic, electrochemical silicon etching in alkaline solutions
Tech. Dig. of the IEEE Sol. St. Sensor and Actuator Workshop. Hilton Head Is. SC, USA. Junio-1990. pp. 86-91.
40. E.D. Palik, H.F. Gray, P.B. Klein
A Raman Study of Etching Silicon in Aqueous KOH
J. Electrochem. Soc., **130**, 956-959, (1983).
41. R. Memming
Processes at Semiconductor Electrodes
en *Comprehensive Treatise of Electrochemistry* vol. 7, cap. 8. Ed. B.E. Conway, J. O'M. Bockris, E. Yeager, S.U.M. Khan, R.E. White. Plenum Press. New York (1983).
42. E.D. Palik, V.M. Bermúdez, O.J. Glembocki,
Study of the Orientation Dependent Etching of Silicon in Aqueous KOH
J. Electrochem. Soc. **132**, (1985), 871.
43. G.E.P. Box, K.B. Wilson
On the Experimental Attainment of Optimum Conditions
Journal of the Royal Statistical Society **B13** 1-45, (1951).
44. G.E.P. Box, W.G. Hunter, J.S. Hunter
Statistics for Experimenters: An Introduction to Design, Data Analysis and Model Building
Wiley, New York (1978).
45. J.A. Cornell
How to Apply Response Surface Methodology
The ASQC Basic References in Quality Control: Statistical Techniques: Vol. 8.
Editores J.A. Cornell, S.S. Shapiro (American Society for Quality Control), 1984.
46. G.E.P. Box, D.W. Behnken
Some New Three Level Designs for the Study of Quantitative Variables
Technometrics, **2**, 455-475 (1960).
47. Operation manual of the OLYMPUS microscopes, *Instructions about differential interference contrast attachments for incident light after Nomarski*
48. P. Pons, G. Blasquez, R. Leguerre
A Simple and Accurate Measurement Method of Micromachined Semiconductor Devices
Tech. Dig. of the 2nd Workshop on Micromachining, Micromechanics and Microsystems, MME'90. pp. 64-69, Berlin, november (1990)
49. C.W. Pearce
Epitaxy en VLSI Technology
Ed. S.M. Sze, Mc Graw-Hill, 2^a edición (1988).

50. J.A. Moreno
Caracterización de materiales utilizados en microelectrónica mediante el ajuste de espectros de FTIR
Trabajo de investigación de tercer ciclo. Universidad de Barcelona (1992).
51. J. Antón
Desarrollo de un sensor de presión piezorresistivo con salida digital
Tesis Doctoral, Universidad de Barcelona (1989).
52. D.R. Kerr, A.G. Milnes
Piezoresistance of Diffused Layers in Cubic Semiconductors
J. Appl. Phys., **34**, 313-318, (1963).
53. J. Bausells, C. Cané, J. Esteve, A. Götz, S. Marco, J.R. Morante, J. Samitier
Development of silicon pressure sensors at CNM-UB
International Workshop on Smart Sensors and Integrated Actuators
Toulouse, octubre 1991.
54. Kireev
La Physique des Semiconducteurs
Ed. Mir, Moscú, 1975.
55. N.D. Arora, J.R. Hauser, D.J. Roulston
Electron and Hole Mobilities as a Function of Concentration and Temperature
Electron. Dev., **ED-29**, 292-295, (1982).

1. Introducción

En la fabricación de elementos micromecánicos, las dimensiones geométricas deben estar muy bien controladas y ser reproducibles para que los sensores fabricados cumplan las especificaciones deseadas. Por ejemplo, la sensibilidad de los sensores de presión piezorresistivos es inversamente proporcional al cuadrado del grosor del diafragma y proporcional al cuadrado del lado del mismo; ello obliga a un control muy preciso de estas dimensiones.

Las dimensiones en el plano de la oblea se pueden definir por técnicas fotolitográficas y mediante el uso del ataque anisótropo. En la dirección vertical, espesor de la membrana, el control es mucho más difícil.

Por estas razones, en los últimos años se han desarrollado diversas técnicas de paro automático del ataque de silicio en disoluciones alcalinas:

- Altas concentraciones de boro (mayores que $5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) para el grabado de silicio en disoluciones de KOH o EDP¹.
- Paro del ataque mediante una capa enterrada de óxido de silicio (SIMOX) o de nitruro

de silicio². En este caso se utiliza la baja velocidad de ataque a estas capas. También se han publicado la utilización de capas de $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ ³ y $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ para lograr el mismo efecto.

En este capítulo se presenta la puesta a punto de un sistema de paro electroquímico^{4,5}. Esta técnica se basa en la existencia de un fenómeno de pasivación del silicio en disoluciones básicas que depende del potencial eléctrico aplicado entre el material y la disolución, así como del tipo de dopaje (n o p). Este fenómeno queda bien reflejado al obtener una curva I/V entre el material y la disolución partiendo de voltajes catódicos aplicados al electrodo de silicio. A partir de cierta tensión la corriente cae bruscamente coincidiendo aproximadamente con una caída en la velocidad de ataque.

El paro electroquímico fue propuesto en primer lugar por Waggener⁶ y se basa en la presencia de una unión p-n polarizada en inverso. Se aplica un voltaje positivo al silicio tipo n vía un contacto óhmico, mientras que el contacto al silicio tipo p se consigue a través de la disolución utilizando un contraelectrodo. El modelo más simple supone que todo el potencial cae en la unión p-n. Así el silicio tipo p se mantiene al potencial de circuito abierto y se graba. Cuando el ataque llega al diodo, éste se destruye y el silicio n queda expuesto a la disolución pasivándose. El resultado final es que el ataque puede detenerse en la posición de una unión p-n. Modelos más rigurosos se discutirán más adelante.

Las dimensiones geométricas de las regiones dopadas pueden controlarse muy bien mediante las técnicas habituales en microelectrónica: epitaxia, implantación y difusión, fotolitografía, etc., y en consecuencia también la geometría final de las estructuras obtenidas tras el ataque anisótropo utilizando el paro electroquímico.

El paro electroquímico presenta varias e importantes ventajas respecto al paro por una capa altamente dopada con boro. En primer lugar, es posible la integración de componentes electrónicos pues el nivel de dopaje no tiene por que ser muy alto. En segundo lugar, se evitan los problemas relacionados con los altos niveles de tensión mecánica presentes en capas muy dopadas con boro. Estudios mediante microscopía electrónica de transmisión han demostrado la presencia de una alta densidad de dislocaciones en capas p^{++} incluso tras recocidos a altas temperaturas⁷. Las propiedades mecánicas de estas capas pueden, como resultado, diferir de manera significativa de las propias del silicio monocristalino a dopajes moderados. En concreto, se ha determinado que el modulo de Young de estas capas es considerablemente inferior⁸. El deterioro de las propiedades mecánicas del silicio fuertemente dopado con boro también se pone de manifiesto en la aparición de fenómenos de fatiga en la flexión cíclica de palancas de silicio obtenidas haciendo uso de este método de paro automático⁹.

II.2. Detalles experimentales

Para la realización de los ataques se utilizó un recipiente de Teflon (figura 1), con una tapa del mismo material. La tapa presenta varios orificios en los que se colocan: los electrodos de referencia y contraelectrodo, un barbotador de nitrógeno para la agitación del líquido, una columna de reflujo, un termopar, elementos calefactores recubiertos de Teflon y el portamuestras. La temperatura medida mediante el termopar se controla con un PID logrando oscilaciones térmicas inferiores a 0.2°C .

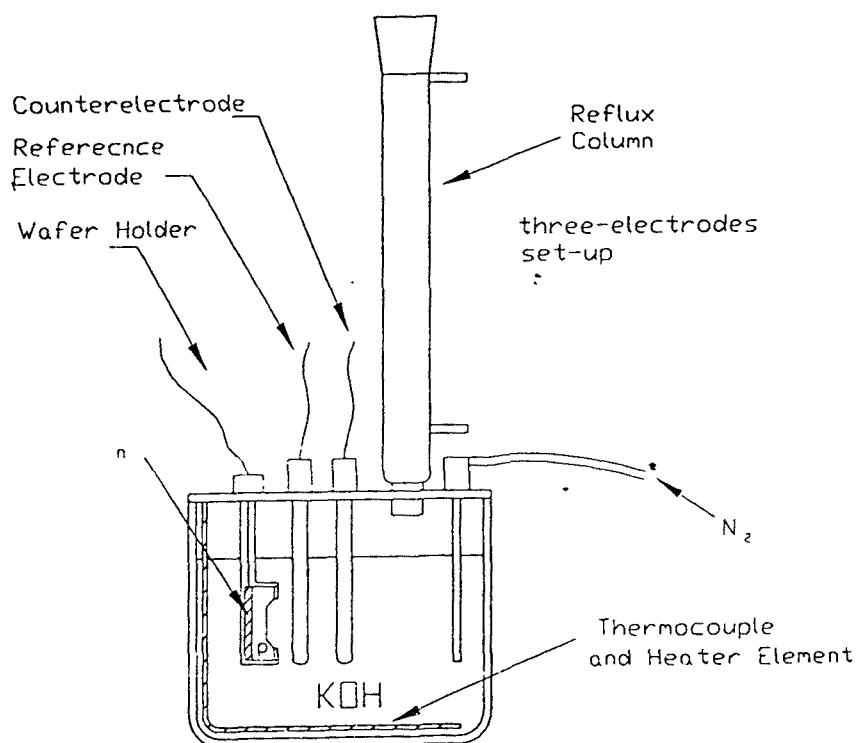


Fig. 1 Montaje experimental para la realización de ataques electroquímicos.

II.2.1 Diseño del portamuestras

En el ataque electroquímico hay que aislar una parte de la oblea de la disolución: en algunos casos sólo el punto de contacto eléctrico, pero normalmente toda la cara activa de la oblea. El hidróxido potásico es altamente reactivo con multitud de sustancias. Este hecho plantea grandes dificultades para la protección de la superficie de la oblea. Diversas sustancias que destacan por su carácter inerte y su impermeabilidad respecto al agua fueron ensayadas con el objetivo de lograr una efectiva protección de una de las caras de la oblea.

Algunos autores utilizan cera Apiezon a bajas temperaturas (40°C)¹⁰, pero en nuestras condiciones de trabajo (40% KOH en peso, $T=85^{\circ}\text{C}$) esta cera se desprende o se ataca, resultando pues inadecuada. Block y Sierakowski proponen la utilización de un recubrimiento a base de fluorocarbonos: en concreto, un producto desarrollado por 3M: FC-725¹¹. De acuerdo con sus resultados este recubrimiento proporciona una adecuada protección hasta 95°C . Únicamente señalan una ligera pérdida de adherencia por los bordes. En los ensayos realizados en nuestras condiciones de trabajo, los recubrimientos se despegaban hasta una distancia de aproximadamente 2 cm desde el borde de la oblea. A pesar de que se ensayaron varios procesos de cura del recubrimiento no se lograron resultados positivos. Otras sustancias ensayadas, recomendadas por distintos fabricantes para la protección de superficies contra disoluciones alcalinas, fueron el recubrimiento conformante R4-3117 de Dow Corning a base de siliconas, el recubrimiento anticorrosivo Tectyl-506-EH de Valvoline Oil a base de parafinas y la epoxy Epotech-600-3 de Epoxy Technology Inc. En todos casos, los resultados fueron negativos. En consecuencia se decidió diseñar un portamuestras de polipropileno que protegiera mecánicamente la oblea de la disolución¹² y permitiera realizar contacto a ambos lados de la oblea. Las juntas tóricas presentes en la pieza deben ser también inertes a la solución de trabajo. Aunque en la literatura se mencionan juntas de Viton, normalmente se trabaja a temperaturas más bajas. En los ensayos realizados las juntas de Viton se deterioraban rápidamente perdiendo elasticidad. Tras diferentes ensayos se seleccionaron juntas de *nitrilo* con resultados plenamente satisfactorios.

II.2.2 Potenciostato:

Las medidas eléctricas en sistemas con electrolitos presentan algunas dificultades. Dada la naturaleza de las uniones electrolito-electrodo es imposible conocer a que potencial se encuentra la disolución, al menos mediante métodos eléctricos, pues siempre aparece un potencial de contacto (a priori desconocido) entre el electrolito y los electrodos. Normalmente, el valor del potencial de contacto depende de la corriente que circula por el electrodo, de manera que aunque fijemos el potencial este último, el potencial de la disolución puede variar. Se consideran electrodos no polarizables aquellos que mantienen una diferencia de potencial constante respecto al electrolito independientemente de las condiciones de trabajo. Esto permite establecer una escala relativa de potenciales respecto a un electrodo de referencia.

El potenciostato tiene conexión eléctrica a tres electrodos: el electrodo de trabajo (en nuestro caso el silicio), el electrodo de referencia y el contraelectrodo. Para obtener el voltaje deseado entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia se mide el voltaje entre ellos y se compara con un voltaje de referencia. Si son distintos se ajusta la corriente que circula por el contraelectrodo hasta que se nivelan los dos voltajes. Por el electrodo de

referencia no circula intensidad.

Existen varios sistemas que son una buena aproximación al electrodo no-polarizable¹³. Entre los más conocidos y usados destacan:

- El electrodo de Calomelanos (Hg/HgCl),
- El electrodo de Plata/Cloruro de Plata (Ag/AgCl).

Para nuestro trabajo hemos escogido el segundo que permite operar hasta una temperatura de 100°C (fabricado por Ingold) , mientras el primero está limitado a una temperatura máxima de 70°C. Como contraelectrodo hemos usado un electrodo de platino. Este tipo de electrodo se utiliza principalmente por la densidad de corriente que es capaz de soportar y por su carácter inerte ante la mayoría de disoluciones. En nuestro caso, sin embargo, hemos observado que tras 2-3 meses de operación, empieza a mostrar claros síntomas de corrosión, lo que obliga a sustituirlo. También se ha observado que se corroe mucho más rápidamente a niveles altos de corriente.

Por otro lado, el potencióstato utilizado (Taccussel PJT-24) tiene como características principales la posibilidad de suministrar un alto valor de corriente: hasta 1 A, rapidez (tiempo de respuesta de μs), potenciales entre -5V y 5V (entre el electrodo de referencia y el de trabajo) pudiendo ser de hasta 24V entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo.

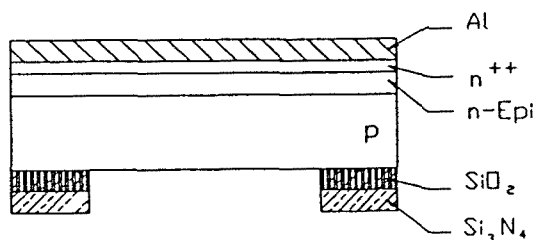
II.2.3 Muestras:

Para este estudio se han realizado 3 conjuntos de muestras.

PROCESO 214-KOH:

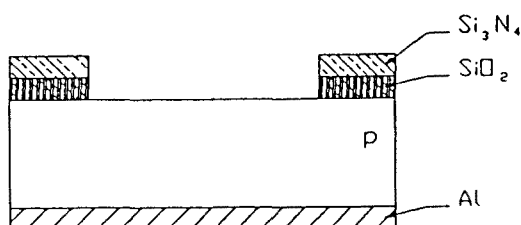
El objetivo de este proceso era realizar una caracterización del proceso de ataque electroquímico, (curvas I-V y velocidad de ataque en función de la polarización), así como la obtención de membranas utilizando el paro electroquímico en epitaxias. El material de partida en todos los casos fueron obleas de silicio <100> pulidas por una sola cara, y un grosor de $280 \pm 15 \mu\text{m}$ según especificaciones. El proceso comprende obleas de dopaje uniforme tanto n (obleas 9-12) como p (obleas 5-8), y obleas con epitaxias n poco dopadas sobre substratos tipo p (obleas 14,15,17,18). La figura 2 muestra la estructura de las muestras fabricadas en este proceso. La máscara utilizada para la apertura de ventanas para el ataque anisótropo contiene cuadrados de 3 tamaños distintos ($867 \mu\text{m}$, $1367 \mu\text{m}$ y $1867 \mu\text{m}$ de lado). En aquellas obleas donde el aluminio está en contacto con silicio tipo n (9-12,14-15,17-18) se realizó previamente una difusión en fuente sólida para asegurar la existencia de un contacto óhmico. Otros detalles de interés vienen resumidos en la tabla I.

Obleas 14-15, 17-18



Proceso
214-KOH

Obleas 5-8



Obleas 9-12

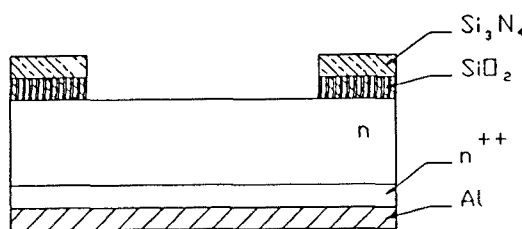


Fig. 2 Representación esquemática de los diferentes tipos de muestras fabricados en el proceso 214-KOH.

Tabla I: Características de las obleas utilizadas en el proceso 214-KOH.

Oblea	Substrato	Epitaxia
5-8	Boro $9 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$	-
9-12	Fósforo 10^{15} cm^{-3}	-
14-15	Boro $5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$	Fósforo $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ $7 \mu\text{m}$
17-18	Boro 10^{15} cm^{-3}	Fósforo $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ $16 \mu\text{m}$

PROCESO 217-KOH:

El objetivo de este proceso es investigar la posibilidad de obtener membranas utilizando difusiones n sobre substrato p. En este caso, el material de partida para todas las obleas

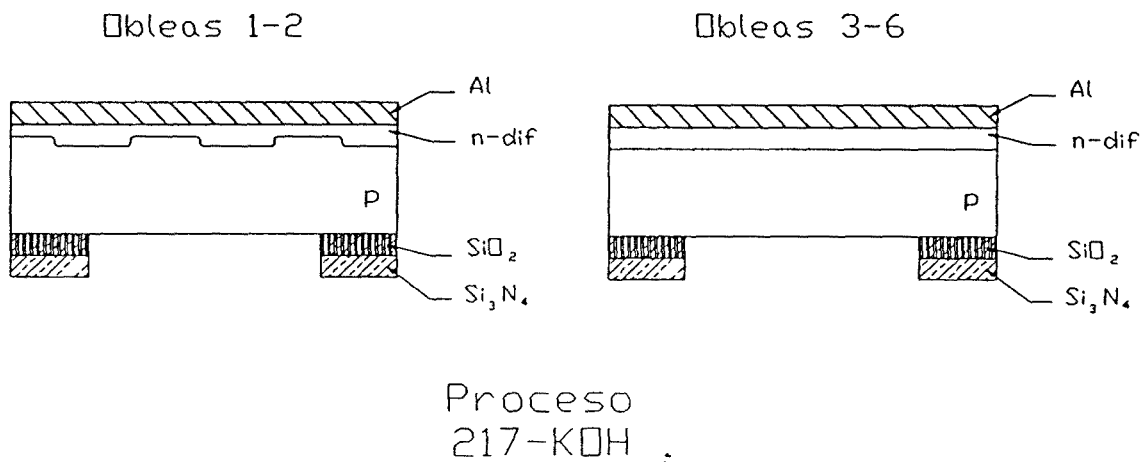


Fig. 3 Esquema de los diferentes tipos de muestras fabricados en el proceso 217-KOH.

fueron obleas tipo p poco dopadas, orientación $\langle 100 \rangle$, y grosor $280 \pm 15 \mu\text{m}$. Las obleas pueden dividirse en dos grupos: las numeradas del 3 al 6 inclusive contienen una difusión uniforme, mientras las obleas 1-2 sufrieron difusiones a dos niveles como se observa de forma esquemática en la figura 3. El proceso de dopado basado en implantación iónica de fósforo más un recocido posterior se diseñó mediante SUPREM3 para obtener unas profundidades de unión de 5 y $10 \mu\text{m}$ en las zonas delgada y gruesa respectivamente. También se fabricaron obleas con difusiones uniformes con estas profundidades de unión. Un resumen de los pasos más significativos puede observarse en la tabla II. Este proceso fue diseñado para realizar grabados electroquímicos en la configuración de 3 electrodos y no se dispuso ningún contacto eléctrico al sustrato.

Tabla II: Condiciones tecnológicas de las muestras correspondientes al proceso 217-KOH

	Pozo 5 μm	Pozo 10 μm
Implantación	-	Fósforo $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ 150 KeV
Recocido	-	1150°C, 600 min.
Implantación	Fósforo, $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, 150 KeV	
Recocido	1150°C, 200 min.	

La máscara utilizada para la definición de ventanas para el grabado anisótropo es la misma que la descrita en el apartado anterior. Para las difusiones más profundas (oblas 1-2) se utilizó una máscara formada por una disposición regular de cuadrados de 120 μm separados 120 μm entre sí.

PROCESO 252-AEQ:

Como puede observarse en la figura 4 este proceso permite obtener tres tipos de muestras. Las obleas 9-12 tienen una difusión uniforme de 15.2 μm de profundidad. Las obleas 5-8 cuentan con difusiones a dos niveles 5.5 μm y 17.9 μm . Las obleas 1-4 incluyen una red de difusiones n^+ a las que se contacta en un extremo de la oblea y que tras el ataque anisótropo forman estructuras tipo puente. En este proceso se optó por la difusión a partir de fuente líquida de POCl_3 con el objetivo de aumentar las profundidades de unión sin recurrir a tiempos de difusión excesivamente largos. Este tipo de dopado permite introducir una alta concentración de fósforo en el semiconductor, de una manera mucho más efectiva que mediante implantación iónica (al menos si no se dispone de un implantador de alta corriente). Los objetivos principales de este proceso se centran en los siguientes puntos:

- Diseñar un conjunto de muestras que permitiesen la realización de grabados electroquímicos en la configuración de cuatro electrodos. Por ello se incluye un contacto eléctrico al sustrato.
- Distanciar más los valores de las profundidades de unión en las obleas con doble difusión.
- Variar la distancia entre los motivos que forman la difusión más profunda en las obleas con dos difusiones.
- Obtención de puentes.

Por ello, en el proceso 252 se escogió una nueva máscara que contiene diferentes figuras geométricas situadas a diferentes distancias las unas de las otras. El diseño se muestra en la

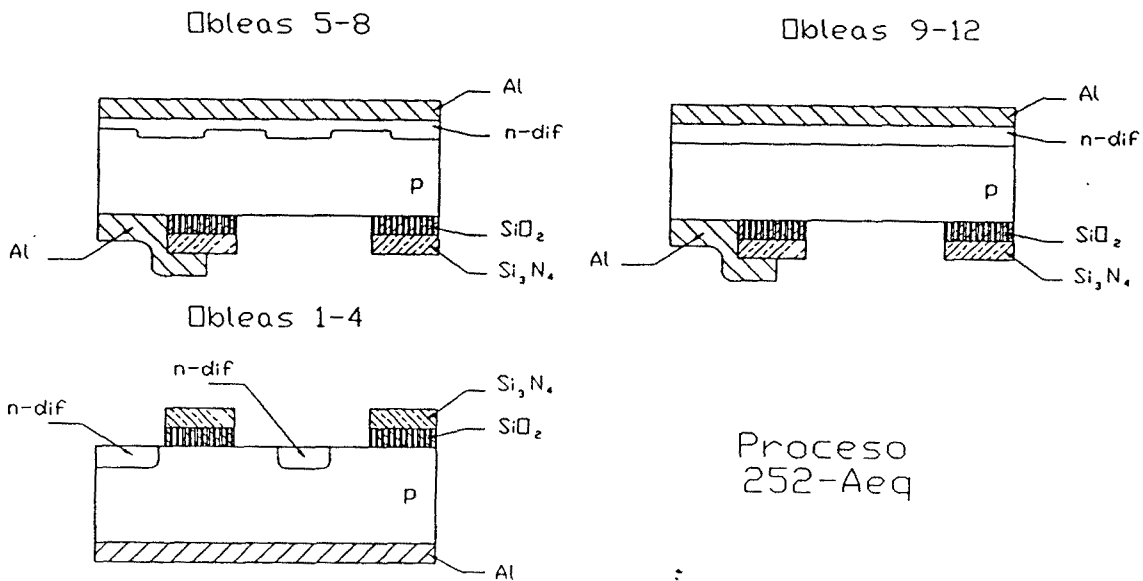


Fig. 4 Esquema de los diferentes tipos de muestras fabricados en el proceso 252-AEQ.

figura 5.

Los puentes, en las obleas 1-4, quedarán formados a partir de pozos n de $200 \mu\text{m}$ de ancho y $15 \mu\text{m}$ de profundidad que intersectan las ventanas definidas para el ataque anisótropo. Para obtener puentes es necesario que la disolución sobreataque la zona bajo el puente. Por ello, las difusiones n forman un ángulo de 45° respecto a las direcciones $\langle 110 \rangle$ (figura 6).

En este proceso, el material de partida estaba constituido por obleas tipo p, orientación $\langle 100 \rangle$, $500 \mu\text{m}$ de grosor, y pulidas por una sola cara. La máscara utilizada para la apertura de ventanas en el grabado anisótropo fue la misma que en los dos procesos anteriores.

II.3. Caracterización del fenómeno de pasivación

Como hemos señalado anteriormente, un potencial suficientemente positivo aplicado al silicio respecto a la disolución, puede detener el proceso de ataque. El potencial de pasivación depende del tipo de dopaje, y es independiente del nivel hasta dopajes del orden de 10^{19}cm^{-3} .

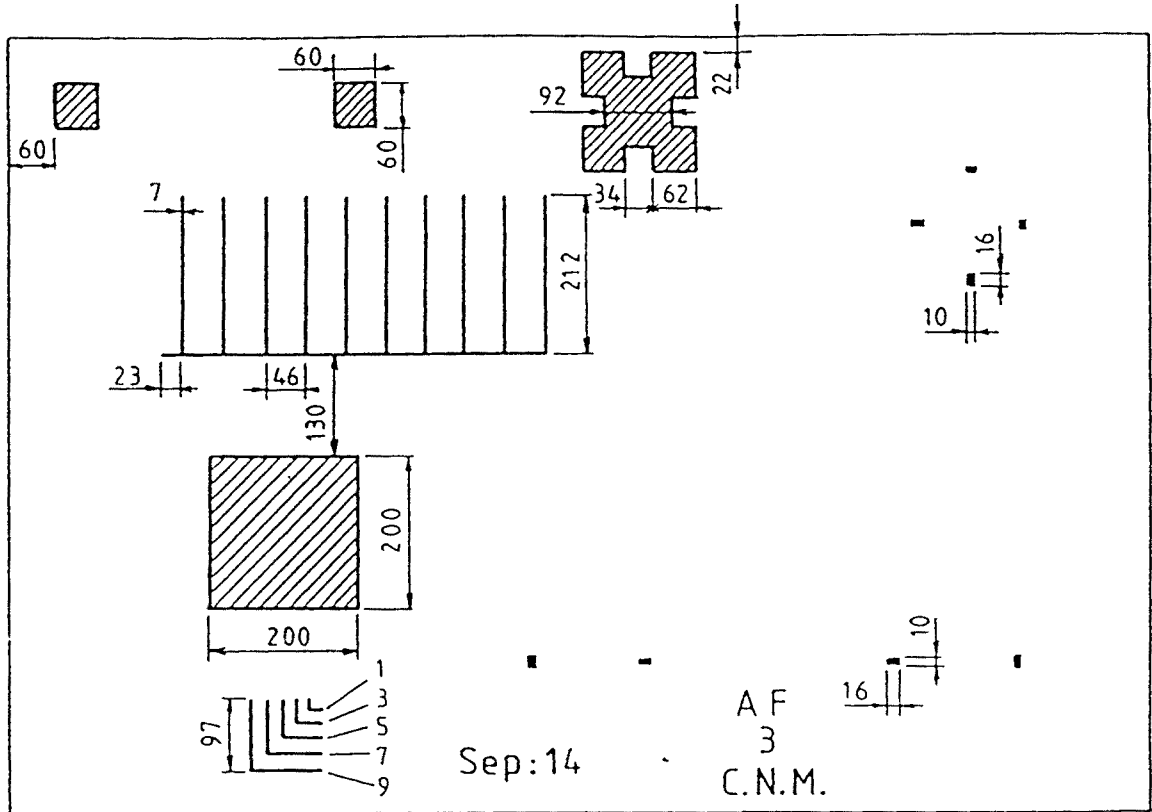


Fig. 5 Máscara para el run 252_Aeq con las dimensiones más importantes.

Hay que señalar que otros semiconductores no presentan este fenómeno de pasivación, por ej. el germanio. En la figura 7 se muestran las curvas I-V características en ausencia de pasivación anódica¹⁴.

Las curvas I-V son similares a las correspondientes a un diodo. En cambio, la figura 8 muestra un ejemplo de las curvas I-V que se obtienen en el caso del silicio.

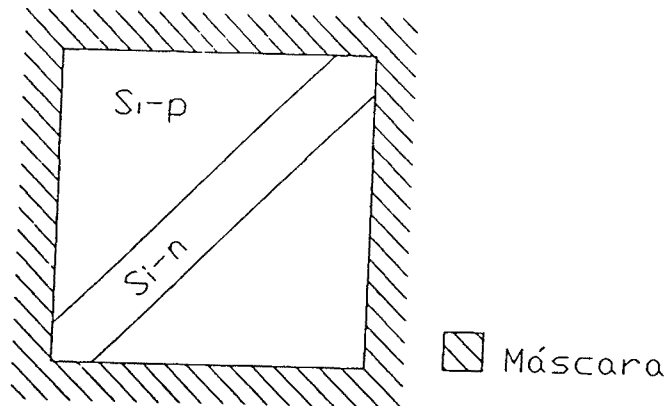


Fig. 6 Vista superior de las estructuras típicas en las obleas 1-4 (proceso 252) para la obtención de puentes.

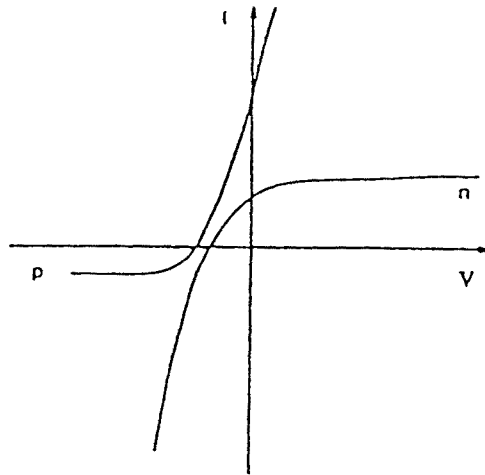


Fig. 7 Curvas I-V del sistema germanio / disolución de KOH (Ref 17).

El potencial para el cual la intensidad que circula es nula se suele denominar OCP (Open Circuit Point), el potencial para el cual hay un máximo de corriente: PP (Passivation Point) y el potencial al pie del máximo de corriente por el lado anódico: FP (Flade Potential).

Se asume que el máximo de intensidad de corriente indica la pasivación, y se atribuye la caída de la corriente a la formación de un óxido anódico.

II.3.1 Configuración con dos electrodos

El esquema más simple de paro electroquímico utiliza únicamente dos electrodos: el electrodo de trabajo (muestra de silicio) y el contraelectrodo (Pt). En la figura 9 se muestran las curvas características I-V obtenidas (rampa 1 mV/s).

Analizando medidas a temperatura ambiente y a $T=85^{\circ}\text{C}$ se observó que el nivel de corriente aumentaba de manera importante con la temperatura. Con las medidas con dos electrodos no podemos extraer conclusiones relativas a la posición de los picos debido a que estos pueden desplazarse con el nivel de corriente, debido a la variación del potencial de contacto entre el platino y la disolución.

II.3.2 Configuración con tres electrodos

Utilizando una configuración con tres electrodos y un potenciostato, es posible fijar la diferencia de potencial entre la disolución y el electrodo de trabajo controlando la intensidad de corriente a través del contraelectrodo. Es importante remarcar que una la resistencia en serie con el electrodo de trabajo desplaza la posición del pico de pasivación a tensiones más

anódicas, si bien no tiene efecto en la posición del OCP. Puede observarse que en la configuración con tres electrodos, los picos aparecen situados a voltajes más catódicos que en la configuración de sólo dos electrodos.

Más significativo en el fenómeno de pasivación que el nivel de corriente es la velocidad de ataque en función de la tensión aplicada. Por ello se realizaron grabados a distintos potenciales determinándose la velocidad de ataque en cada caso. En la figura 10 se observa cómo la caída de la velocidad de ataque está ligeramente desplazada hacia potenciales más catódicos respecto a la caída de la corriente en las curvas I-V. Ello indica que la disminución de la corriente es una consecuencia del paro del ataque, más que su causa. La forma particular de las características velocidad de grabado/potencial depende fuertemente de las condiciones de trabajo, básicamente temperatura y concentración¹⁵. Por ejemplo, si se utiliza una solución de KOH 60% en peso la caída de la velocidad de ataque para el silicio tipo n es mucho más gradual que para silicio tipo p. El origen de éste comportamiento no está esclarecido pero debe estar relacionado con la capacidad del semiconductor para repeler a los iones OH^- del seno de la solución (extensión de la capa de Helmholtz en el electrólito)¹⁶.

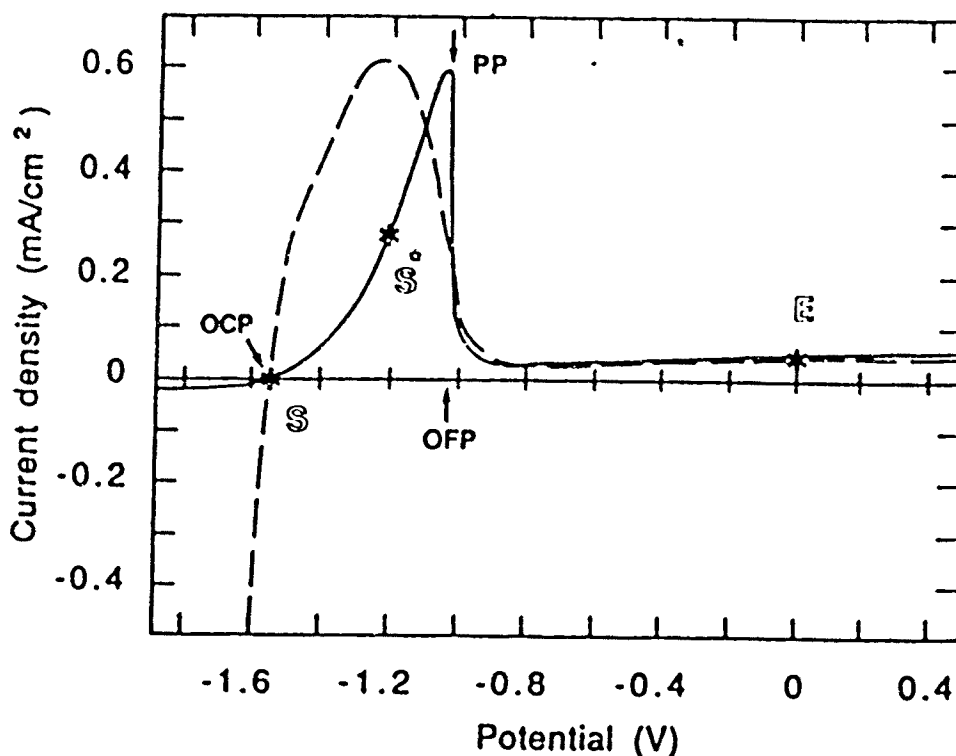


Fig. 8 Curvas I-V para silicio (100) tipo p y n (línea discontinua) en KOH 40%, a 60°C, y con una rampa de 1 mV/s (ref 4).

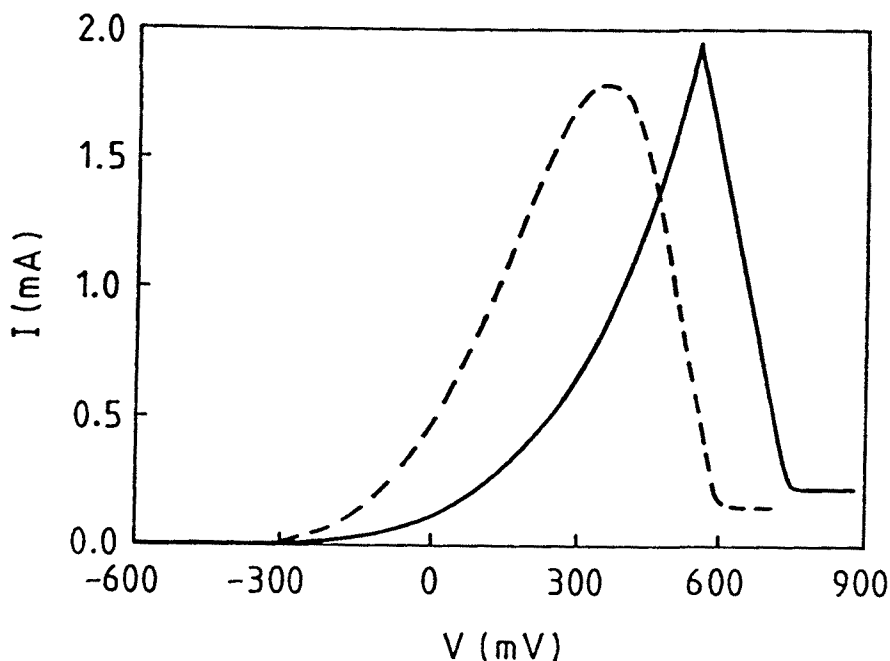


Fig. 9 Curvas I-V del sistema semiconductor/electrolito a 85°C obtenidas en la configuración de dos electrodos (línea continua: tipo p, discontinua: tipo n).

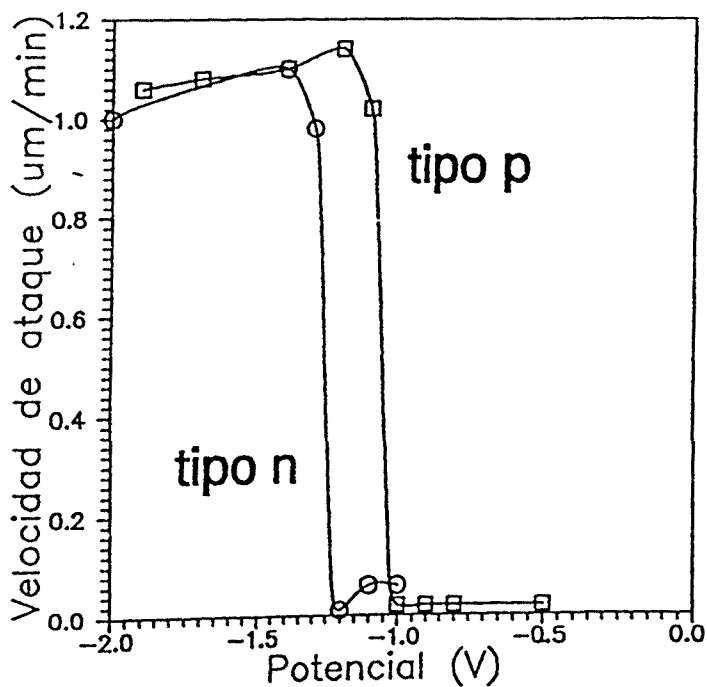


Fig. 10 Velocidad de ataque en función del potencial aplicado: continua (silicio tipo n, discontinua silicio tipo p). ($T=85^{\circ}\text{C}$).

II.3.3 El mecanismo de pasivación

Consideraremos aquí únicamente el fenómeno de pasivación del silicio tipo p o n, dejando para más adelante un examen de lo que acontece en el paro electroquímico en presencia de una unión p-n. Debemos retomar ahora la descripción de los mecanismos de disolución del silicio expuestos en el capítulo I. La reacción REDOX comprende por un lado la oxidación del silicio, en la cual la solución cede 4 electrones al semiconductor, y por otro, la reducción del agua en la cual el semiconductor cede 4 electrones al electrolito.

Raley¹⁷, al estudiar el fenómeno de pasivación en silicio altamente dopado con boro, propone que ésta es debida a una falta de electrones en superficie para la reducción del agua. Ello es debido al aumento de la probabilidad de recombinación electrón-hueco tipo Auger a causa de la alta concentración de estos últimos. En su modelo, la concentración de electrones generados por la reacción de oxidación es independiente de la concentración de huecos en superficie, y los electrones son inyectados en el semiconductor hasta una distancia L_{eff} que estima en unos 100 Å. La tendencia de estos electrones a participar en la reducción del agua aumenta a medida que el tiempo necesario para alcanzar la superficie disminuye. Este tiempo es L_{eff}/s_o siendo s_o la velocidad de recombinación superficial. De manera análoga existe una cierta probabilidad de recombinación electrón-hueco en el camino hacia la superficie, que es proporcional a $1/\tau_n$ siendo τ_n la vida media de los electrones en el semiconductor. Por lo tanto, la concentración de electrones disponibles para la recombinación superficial es:

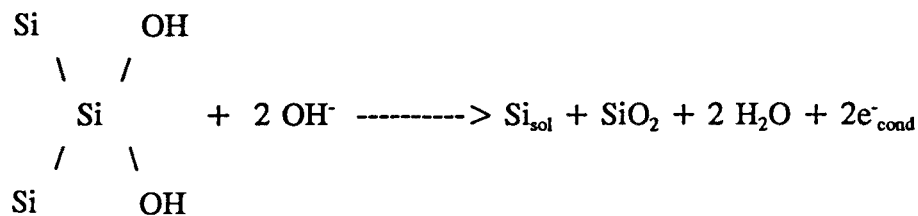
$$n = \frac{\frac{s_o}{L_{eff}}}{\frac{s_o}{L_{eff}} + \frac{1}{\tau_n}} n_o \quad (1)$$

donde n_o es la máxima concentración de electrones que pueden recombinar en superficie. Si τ_n es mucho mayor que s_o/L_{eff} , entonces $n=n_o$ y la velocidad de grabado corresponde a la de silicio poco dopado. En cambio, para silicio altamente dopado la vida media de los electrones se reduce disminuyendo su concentración en superficie y por tanto la velocidad de ataque.

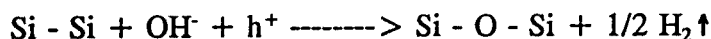
En la pasivación anódica del silicio en disoluciones alcalinas se produce el crecimiento de un óxido de silicio. Diversas evidencias existen al respecto: La constatación más sencilla procede de la observación de que la superficie del silicio deja de ser hidrofóbica. Datos más concluyentes acerca de la estructura de la capa fueron extraídos mediante elipsometría¹⁸ por el grupo de Palik et al. que analizaron ésta en términos de un modelo SiO_x/SiO_2 . También se observó que los óxidos anódicos crecían fácilmente en silicio tipo p, pero sólo unas monocapas se desarrollan en silicio tipo n a menos que éste se ilumine. Por otro lado, si bien

la velocidad de ataque a estos óxidos anódicos es más rápido que el registrado en óxidos térmicos, la energía de activación es similar. La aparición de óxido también ha sido detectada en nuestro grupo mediante elipsometría y mediante absorción infrarroja. Actualmente se está llevando a cabo un estudio más profundo de la estructura de estas capas mediante XPS.

Para la pasivación electroquímica dos modelos han sido propuestos hasta el momento. Por un lado, Seidel propone que el crecimiento del óxido anódico se produce tan pronto la carga negativa en la superficie del electrodo de silicio desaparece¹⁹. En ese momento, los iones hidróxido dejan de estar repelidos por el silicio y su concentración aumenta cerca de la interficie semiconductor-electrolito. A partir de ese momento los productos de la reacción de oxidación del silicio se acumulan en la interficie impidiendo la reducción del agua. La ecuación química responsable del crecimiento del óxido expresa la liberación de agua de los productos de la reacción de oxidación y la formación de óxido de silicio:



Por otro lado, O.J. Glembocki propone un mecanismo electroquímico de pasivación que involucra la presencia de huecos²⁰. La reacción responsable de la oxidación sería:



La emisión de hidrógeno durante la pasivación del silicio ha sido detectada experimentalmente²¹.

II.4. Fabricación de membranas: paro electroquímico en una unión pn

Esta técnica combina el comportamiento de pasivación del silicio con las características de un diodo p-n en inverso. Se aplica un potencial de pasivación al silicio tipo n, mientras el silicio tipo p queda flotante (configuración con tres electrodos) o se le aplica un potencial de ataque (configuración con cuatro electrodos). De esta manera se ataca el silicio tipo p, y se pasiva el silicio tipo n con una selectividad alta. El uso más habitual de esta técnica es la fabricación de membranas delgadas. Normalmente, se obtiene la unión p-n mediante una epitaxia n poco dopada sobre substrato p. Recientemente, también se han utilizado difusiones^{22,23}.

II.4.1 Fabricación de membranas con dos electrodos.

II.4.1.1 Obleas epitaxiadas

El primer objetivo fue la obtención de diafragmas de silicio en la más sencilla de las configuraciones, aquella en la cual se utilizan únicamente dos electrodos. Se utilizaron obleas con una epitaxia n sobre substrato tipo p. Debido al bajo nivel de dopaje de la capa epitaxial y con el objetivo de lograr un contacto óhmico de baja resistencia se realizó una difusión de fósforo que asegura una alta concentración superficial. El perfil de portadores obtenido mediante Spreading Resistance, para la epitaxia más gruesa, puede observarse en la figura 11.

Para la fabricación de membranas con dos electrodos se aplica un potencial suficientemente anódico entre la capa n y el contraelectrodo. Recordemos que en esta configuración el potencial de la disolución depende del nivel de corriente.

Todas las muestras fueron atacadas previamente durante 10 min. al OCP para eliminar el óxido nativo. A continuación se aplicó un potencial de +0.8V. La evolución de la corriente durante el ataque se muestra en la figura 12.

El pico de la corriente indica la pasivación de la superficie. Las muestras se sobreatacaron durante 30 min a partir de la aparición del pico. A continuación se listan los resultados obtenidos en la medida del grosor de las membranas por FTIR. Se midieron 5 membranas en cada muestra.

Tabla II: Grosos (en μm) de los diafragmas fabricados a partir de obleas epitaxiadas.

Muestra 1 214-14	Muestra 2 214-14	Muestra 3 214-17
$\langle x \rangle = 16.3 \pm 0.2$	$\langle x \rangle = 16.7 \pm 1.1$	$\langle x \rangle = 4.0 \pm 0.1$

Mediante Spreading Resistance se determinó la posición de la unión: $15.4 \mu\text{m}$ (oblea 214-14) y $3.8 \mu\text{m}$ (oblea 214-17). Las predicciones SUPREM3 para las mismas obleas eran: $15.4 \mu\text{m}$ y $4.0 \mu\text{m}$. Puede observarse como el grabado se detiene antes de llegar a la unión metalúrgica. Según los resultados anteriores, parece que la distancia a ésta depende del dopaje del sustrato (tabla I). Cuanto más dopado, más cerca de la unión se produce el paro del ataque. En cualquier caso, sería necesario un estudio más sistemático para poder comprobar esta tendencia.

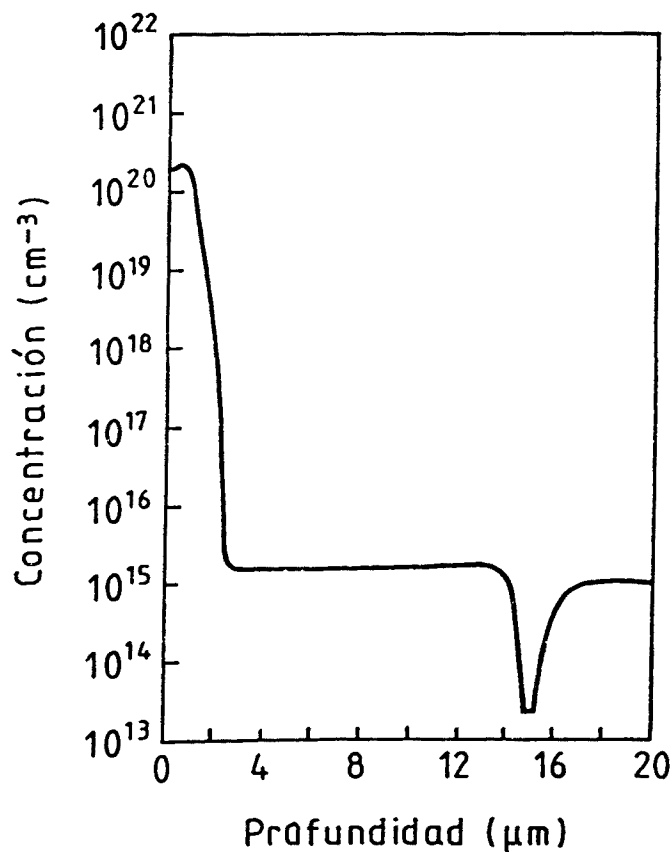


Fig. 11 Perfil de portadores medido por Spreading-Resistance en las obleas 14-15.

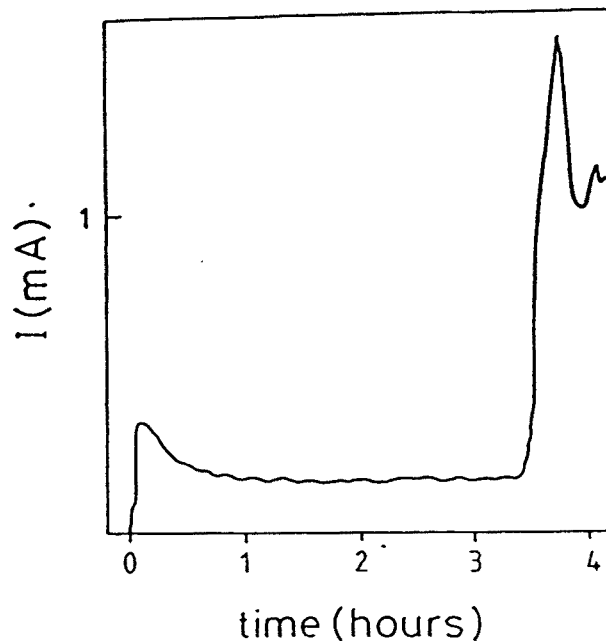


Fig. 12 Corriente a través del contraelectrodo, a lo largo del ataque.

II.4.2 Fabricación de membranas utilizando tres electrodos:

Con una configuración de tres electrodos se evitan los problemas mencionados anteriormente ya que se puede controlar bien el potencial de la disolución. Recordemos que en esta configuración la posición del PP es -0.94V (tipo p) y -1.04V (tipo n).

II.4.2.1 Obleas epitaxiadas

Al igual que en la configuración de dos electrodos, se observó que el ataque se detiene unas micras antes de alcanzar la unión metalúrgica. Con el objetivo de investigar la influencia del potencial aplicado se realizaron ataques con distintos valores de éste. Dado que el grosor de la epitaxia varía de oblea a oblea, se utilizaron para esta experiencia los cuatro cuartos de una oblea. En ésta la profundidad de unión, determinada mediante Spreading Resistance, era: $16.3\ \mu\text{m}$.

En la figura 13 se muestran los resultados obtenidos. Para cada muestra se midieron 5 membranas.

En la figura 14 se muestran las diferentes curvas $I(t)$ características.

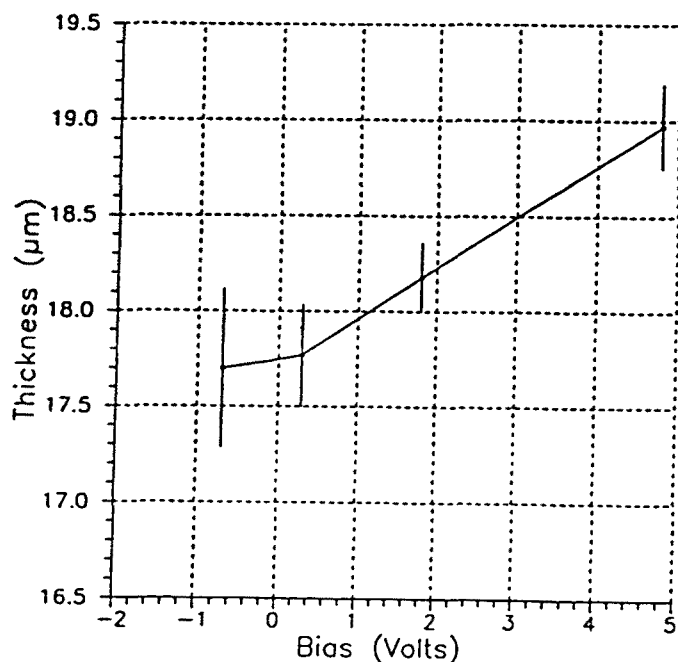


Fig. 13 Grosor de la membrana en función del potencial aplicado.

II.4.2.2 Obleas con difusión:

El siguiente objetivo tras obtener diafragmas en muestras epitaxiadas fue la fabricación de diafragmas sobre obleas tipo p, en las cuales la zona n se ha obtenido por difusión. Se realizaron experiencias con obleas (proceso 217) con una difusión de grosor uniforme y con obleas con difusiones a dos niveles. Los grosores deseados eran $10\ \mu\text{m}$ para la difusión homogénea y 5 y $10\ \mu\text{m}$ para las obleas con dos niveles de difusión. Mediante SUPREM3 se definieron los parámetros del proceso necesarios para obtener esos valores. Dada la geometría de la máscara utilizada, las zonas más profundas definían una matriz de cuadrados de $120\ \mu\text{m}$ separados entre sí $120\ \mu\text{m}$. La posición de la unión determinada mediante Spreading Resistance fue $5.8\ \mu\text{m}$ para la zona delgada y $11.6\ \mu\text{m}$ para la zona más gruesa.

El grabado electroquímico de las obleas con difusión uniforme se realizó a un potencial de $-0.2\ \text{V}$ aplicado a la zona n. El grosor medio obtenido a partir de 5 medidas fue $14.6 \pm 0.6\ \mu\text{m}$. Obsérvese que el ataque se detuvo a 3 micras de la unión metalúrgica. Este resultado está en acuerdo con los resultados anteriores.

Las muestras con difusiones a dos niveles se atacaron en las mismas condiciones que las obleas con difusiones homogéneas. La figura 16 se muestra una la imagen SEM donde se pueden observar los motivos revelados en la parte inferior del diafragma.