

**Óbudai Egyetem
Bánki Donát Gépész és
Biztonságtechnikai Mérnöki Kar**



TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT

DIGITÁLIS MÉRŐRENDSZER TERVEZÉSE TAGUCHI TÍPUSÚ GÁZSZENZORHOZ

Szerző:

Óri Szabolcs

Mechatronika szak 8. Félév

Konzulens:

Csikósné Dr. Pap Andrea Edit

Tudományos munkatárs

MTA TTK MFA MEMS

Laboratórium

Budapest, 2014

1. Tartalom

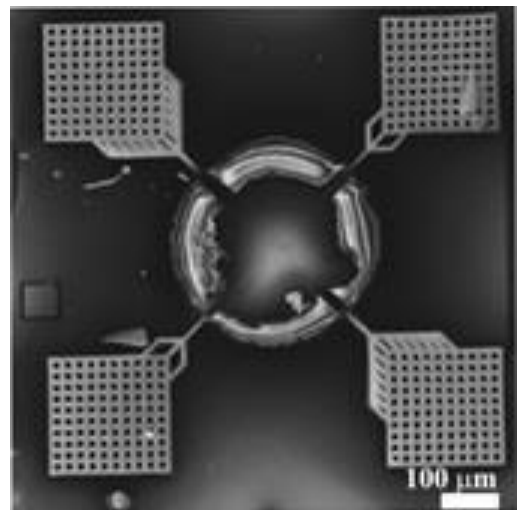
Bevezető.....	3
2. Mikro- Elektro- Mechanikus- Rendszerek.....	4
3. A Taguchi típusú gázérzékelő felépítése	6
4. A chippek előállításának technológiai lépései	7
4.1. Termikus oxidáció	8
4.2. Kémiai és fizikai rétegleválasztások	8
4.3. Litográfia	9
4.4. Mély reaktív ionmarás (DRIE)	9
5. Az érzékenyítő anyag	10
6. A struktúrák vizsgálata, mikroszkópia.....	12
7. Kísérletek bemutatása	13
7.1. A Taguchi gázszenzorok érzékenysége	15
8. Digitális mérőkészülék fejlesztése	17
8.1. A mérőkészülék létrehozásának célja	17
8.2. A mérőkészülék felépítése	18
8.3. Az ATMEGA32 mikrokontroller és a perifériák	18
9. A kísérleti áramkör megvalósítása és alkalmazott kapcsolások	19
9.1. A Pt fűtés.....	19
9.2. Aranyelektrodák ellenállásának mérése	20
9.3. A szoftverek.....	20
10. Mérési eredmények	21
11. Köszönetnyilvánítás	24
12. Hivatkozások	25

Bevezető

TDK dolgozatom célja egy olyan érzékelő bemutatása és vizsgálata, aminek felülete gázzal érintkezve ellenállás változást mutat a kivezetett kontaktusokon. Ezáltal pl. mérgező gázok jelenléte a levegőben nagy érzékenységgel kimutatható, jelezhető. Mivel egyéb működési, érzékelési elv is létezik gázok monitorozására, így a dolgozat témája sok szempontból szűkebb területet fog át. A vizsgálat tárgyát, kizárólag WO_3 érzékenyítő anyaggal ellátott Taguchi gázérzékelő szenzorok képezik. Ez a fém-oxid réteg, ammónia, valamint nitrozus gázok, levegőben való jelenlétének érzékelésére is alkalmas. A méréshez felhasznált chipeket a Magyar Tudományos Akadémia Természettudományi Kutatóközpont Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézetének MEMS Laboratóriumában állították elő.

A Taguchi gázérzékelő szenzorok viszonylag egyszerű szerzetek. Ami kialakításukkor valójában a nehézséget okozza, az a méretük, mivel $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ a teljes chip mérete, és ezek előállítása, kezelése is meglehetősen nehéz. Azonban ennek vannak jótékony hatásai is, hiszen az energiafogyasztása és érzékenysége is igen kedvező. Az előállításukat úgynevezett MEMS (Micro-Electro-Mechanical-Systems) technológia segítségével valósítják meg. Ahhoz, hogy a tiszta szilícium egykristály szelet elnyerje végleges formáját sok lépésből álló folyamaton kell átmennie, melynek során rétegről rétegre alakítják ki a kívánt formákat.

Az MFA-ban tervezett és legyártott gázérzékelőkben a membránon platina fűtőszál biztosítja a megfelelő hőmérsékletet a gázmolekulák kemisorpciója során. Az aranyból készült interdigitális elektróda pedig aktív elemként működik, mivel a valós ellenállás változás ezen elektródák két kontaktusa között történik - a gázmolekulák felületi megkötődésének hatására. Eddig a pontig minden, általam vizsgált érzékelő megegyezik, de különböző módon előállított WO_3 érzékenyítő anyagokat vittünk fel a felületre, kézzel. Ez ugyan nem felel meg a



1. ábra Az MFA MEMS Laboratóriumában készült $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ -es Taguchi gázérzékelő szenzor SEM képe.

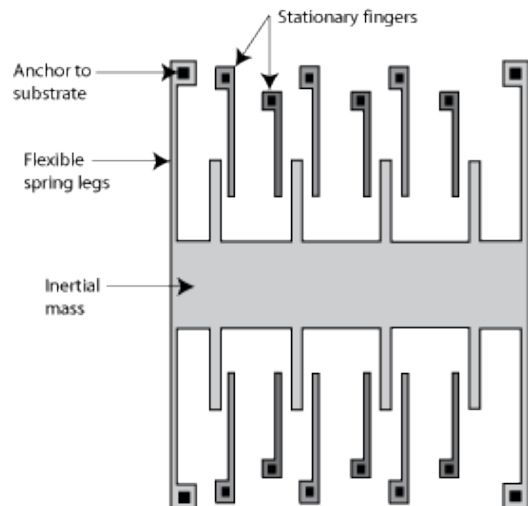
széria gyártás feltételeinek, de a laborban, a különböző kísérletek elvégzésére kifogástalan eljárás a költségek csökkentése céljából. A későbbiekben ez automatizációval kiváltható lesz. (8)

2. Mikro- Elektro- Mechanikus- Rendszerek

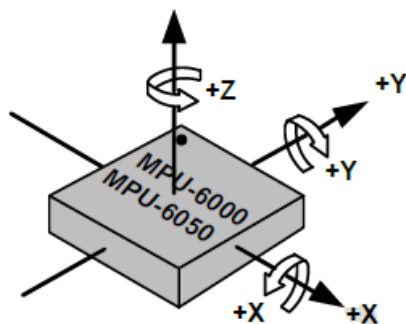
A manapság sokat emlegetett MEMS technológia lényegében a különböző alapelemek egy hordozón való megvalósítását szolgálja. A MEMS érdekessége, hogy nem csak elektronikus, hanem ténylegesen mozgó elemek is kialakíthatók a segítségével. Ilyen formában tehát ez a gyártási eljárás lehetőséget nyújt a mozgó alkatrészek és a hozzá tartozó elektronika megvalósítására azonos hordozón, természetesen mindezt a mikro mérettartományban. A gázérzékelők mellett léteznek olyan eszközök, mint a miniatűr fogaskerék, mikrotükrök, vagy az először nyomtatókban használt mikrofluidikai aktuátorok. Maga a MEMS technológia magában foglalja a fizikai- és kémiai rétegleválasztásokat, száraz- és nedves kémiai marásokat, fotólitográfiai módszereket a maszkolásban a felület mintázatának kialakítására, de a különböző magas hőmérsékletű kezeléseket, ion-inplantációt, felületi plazma-kezeléseket is. Ezen módszerek rendkívüli sokszínűsége és a végtelen sokvariációs lehetőség a kulcs a mikro-méretű rendszerek kialakításához.

Az MFA MEMS Laboratóriumában például fejlesztések folynak 3 dimenziós erőmérő eszköz kapcsán, amelynek prototípusa alkalmas pl. egy autó kerekén fellépő erők mérésére. E mellett említést érdemel még a kapacitív elven működő nyomásmérő csakúgy, mint a mikrofluidikai rendszerek - orvos biológiai felhasználási céllal. Tehát elmondhatjuk, hogy a MEMS technológia alkalmazása igen széleskörűen alkalmazott az eszközök kialakításában.

A részletesebb szemléltetés érdekében vegyünk például, egy gyorsulás érzékelő szenzort, mely megtalálható mind a járművekben, mind az okostelefonokban. Ez az eszköz gyakorlatilag a szilícium kiváló mechanikai tulajdonságait használja ki. Felépítésüket tekintve rengeteg kivitel létezik, de a lényeg mindig a gyorsulás kiváltotta deformáció érzékelése valamilyen úton. A leggyesszerűbb eset a 2. ábrán látható, mivel az érzékelés kizárólag egy tengelyen történik.



2. ábra Az egy tengelyű gyorsulásmérő szenzor elvi felépítése (6)



3. ábra Az InvenSense cég által gyártott IC érzékelési irányjai (7)

Az

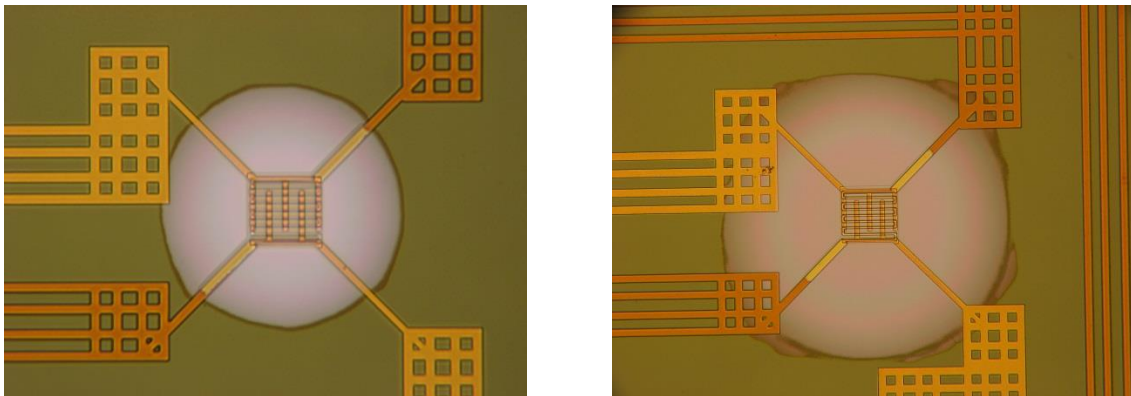
elmozdulás láthatóan a fix ujjakhoz képest jön létre, így, ha két ujj közötti felületet egy kondenzátor fegyverzeteinek tekintjük, akkor a kapacitás változás segítségével mérhetjük az elmozdulást. Ez azért lehetséges, mert habár a fegyverzetek mérete állandó, a kettő közötti dielektrikum „vastagsága” változik. Az érzékelő maga már kész, viszont a jeleket még nem képes továbbítani. Magával a

MEMS technológiával azonban nem lehetséges a mérő áramkör kialakítása is a chipen, ehhez CMOS technológia szükséges. Azonban nem is kell feltétlenül analóg jeleket mérni, hanem elegendő valamilyen digitális rendszerrel kommunikálni. A gyakran használt szabványok ez esetben az úgynevezett I²C vagy az SPI. Ezeken kívül még akár egy saját DMP-ja (Digital Motion Processor) is lehet az érzékelőnek, amivel már akár a pontos orientációkat is képes elküldeni a vevőnek, például szöghént vagy radiánként. Egy igazán modern szenzor ennél még jóval többre is képes mivel általában mindhárom, egymásra merőleges irányban képes érzékelni, és méri a szögelfordulásokat. Ilyen igen fejlett eszköz az InvenSense cég által gyártott igen népszerű MPU6050-es eszköz (3. ábra). (8)

3. A Taguchi típusú gázérzékelő felépítése

A chipék alapja természetesen maga a hordozó felület (szubsztrát), amely egy $380\text{ }\mu\text{m}$ vastag és $3''$ átmérőjű Si egykristály szelet. A gyártási költségek csökkentése érdekében egy ekkora szeleten több száz chip is kialakításra kerül. Esetünkben ezen a hordozón több féle membrán struktúra is van, így a Si szelet különböző részeit más-más geometriai paraméterekkel alakítják ki.

A megfelelő működési hőmérséklet hatékony eléréshez az aktív területet egy termomechanikailag feszültségmentes membránon alakítják ki. Mivel a SiO_2 egy igen jó hővezető, de önmagában rendkívül feszültséges réteg, ezért sztöchiometrikus Si_3N_4 réteggel együtt alkalmazzák, és egy körülbelül 500 nm vastag „szendvics” struktúrán helyezkedik el az aktív zóna. Ezzel megvalósul egy stabil, öntartó, feszültségmentes hordozó membrán, mely a hőszigetelést is megvalósítja. A teszt szeleteken különböző



4. ábra Két különböző geometriájú membrán (1) Balra $260\text{ }\mu\text{m}$, jobbra $300\text{ }\mu\text{m}$ átmérőjű szerkezet.

membránátmérők kerültek kialakításra, a legmegemelőbb geometria kiválasztásához. (4. ábra)

Az így felépített membránon található maga a platina fűtőszál, illetve az aranyelektroda. Fontos megemlíteni, hogy jelen esetben a fűtőtest integrálva van a chip szerkezetébe, azonban ez nem minden gázérzékelő típusnál van így. A Pt fűtőszál lényegében passzív elemként funkcionál, a mérésben semmilyen szerepet nem tölt be, de fontos a megfelelő működési hőmérséklet biztosításában. Ezzel szemben az aranyelektroda már a tényleges aktív rész érzékelési/mérési szempontból, ennek segítségével válik mérhetővé az ellenállás-változás. Az aranyelektroda tulajdonképpen a Pt fűtőszál feletti rétegben helyezkedik el, így ez a struktúra legfelső része. A Pt és az Au vékonyrétegek között SiO_2 a szigetelő réteg. Azért fontos ezt megemlíteni, mert a

későbbiek során felvitt érzékenyítő anyag így kizárólag csak az arany vezetőfelületekkel tud kontaktust kialakítani. (8)

4. A chipek előállításának technológiai lépései

Ebben a fejezetben az előállítás során alkalmazott, különböző MEMS technológiai folyamat kerül bemutatásra. Mivel az érzékelő még fejlesztés alatt áll, így nincsenek, feltüntetve a pontos rétegvastagságok, illetve egyes beállítási paraméterek sem. Azonban ez a leírás érthetőségét, reményem szerint, nem rontja. Fontos azonban megjegyezni, hogy elegendően kicsi méretekről van szó ahhoz, hogy néhány 10 mW energiafogyasztás elegendő legyen a kívánt 200 - 250 °C-os hőmérséklet eléréséhez az aktív zónában. Tulajdonképpen ennél magasabb hőmérséklet is elérhető lenne (a Pt szál vörös izzásig felfűthető) a teljesítmény növelésével úgy, hogy el sem érjük a 100 mW értéket. Azonban ennek tesztelésére azért nem került sor, mert az érzékenyítő WO₃ réteg megközelítőleg 350 °C felett már átkristályosodik, amely már jelentősen kisebb ellenállás változást mutat, azaz romlik az érzékenysége - ez azonban a későbbiek során kerül tárgyalásra.

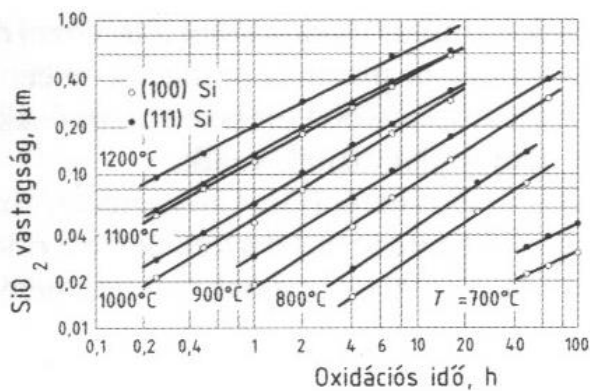
A technológia folyamat lépései:

- termikus oxidáció
- szilícium-nitrid leválasztása (LPCVD-Low Pressure Chemical Vapor Deposition)
- oxid leválasztás (CVD)
- fotólitográfia a lift-off technikához: - fűtőtestek kialakítása
- titán majd platina leválasztás
- lift-off
- oxid leválasztás (CVD)
- fotólitográfia: - pad-ek kialakítása (elektromos kontaktusokhoz)
- oxid réteg kémiai marása
- hőkezelés: 900°C-on, levegőben
- hátoldali alumínium leválasztás
- fotólitográfia: ablaknyitás a DRIE (Deep Reactive Ion Etching) művelethez
- hátoldali DRIE (az előoldalt lakkréteg védi) - membránok kialakítása

4.1. Termikus oxidáció

A megfelelő minőségű felület és a kívánt elektromos tulajdonságok eléréséhez, a gyártási folyamat egy oxidációs lépéssel kezdődik. Erre azért van szükség, mert így reprodukálható az előállítás, ezen kívül a SiO_2 -nak kiváló passziváló tulajdonsága van. Többféle eljárás és berendezés létezik az oxidálásra, de ez esetben a termikus oxidnövesztés, száraz variációja volt alkalmas a szilícium szelet kezdeti megmunkálásához.

Maga az oxidáció magas hőmérsékleten történik (700-1200 °C), oxigén atmoszférában, egy kvarcüveg cső belsejében. A folyamat során két alapvető fontosságú tényezőre kell figyelni, az egyik az idő a másik pedig a növekedési irányok. Ugyan a szilícium felülete már szoba hőmérsékleten is oxidálódik (kb. 2.5 nm ún. natív oxid alakul ki a tiszta Si felületén), azonban ez jóval vékonyabb a kívánt vastagságnál. A korlátozó tényező a növekedésénél a gázmolekulák bediffundálásának ideje (5. ábra). A száraz termikus



5 ábra SiO_2 réteg növekedési ideje, a vastagságtól és a hőmérséklettől függően (2)

oxidáció során az időfüggvény megközelítőleg lineáris, az általunk használt hőmérsékleti tartományban, szemben a nedvessel, ahol parabola alakú. A másik fontos tényező, hogy a SiO_2 nem csak felfelé növekszik a szelet felületére, hanem a szelet belseje felé is. Az oxidációs folyamat során a szubsztrát anyagának csaknem 44%-a fogy el. (2)

4.2. Kémiai és fizikai rétegleválasztások

A CVD (Chemical Vapour Depositon – Kémiai Gőzfázisú Leválasztás) fontos az egyes passzív és aktív rétegek létrehozásában. Esetünkben passziváló réteget képez és részt vesz a termo-mechanikailag feszültségmentes membrán szerkezet kialakításában.

A technológiai sor szerint haladva, előbb az úgynevezett LPCVD (Low Pressure CVD – Alacsony Nyomású CVD) segítségével választunk le a termikus oxid felületére szilícium-nitrid réteget. Az LPCVD kis nyomáson történik és magas hőmérsékleten, kb. 700-800 °C-on. SiH_2Cl_2 és NH_3 reakciójaként jön létre a sztöchiometrikus összetételű szilícium-nitrid. Ezt követően már hagyományos CVD-t használunk egy oxidréteg leválasztására, amely jóval vékonyabb, mint a termikus oxid, de annál jobb elektromos szigetelő, amire egy alumínium réteg kerül. (3)

Az alumínium réteget fizikai úton, tiszta Al forrásból párologtatással, nagy vákuumban választjuk le a felületre. Ez a fémréteg a Pt fűtőtest mintázatának kialakításában vesz részt kizárólag (lift-off módszer).

4.3. Litográfia

A fotólitográfia rendkívül széleskörűen alkalmazott lépés a MEMS technológiák sorában. Gyakorlatilag nem nélkülözhető lépés, hiszen ennek segítségével jelöljük ki a felületen, egy-egy rétegben a kialakítandó mintázat helyét, és ezzel valósítjuk meg a szükséges védelmet is, adott helyeken. Ezzel a módszerrel laterálisan szelektíven történhet minden réteg-megmunkálás. Ugyanúgy alkalmas a mikroeszközök maszkolására, mint a nagyüzemileg előállított nyomtatott áramköri lemezek előállításához használt reziszt képző eljárás. Mivel munkámnak nem célja a részletekbe menő technológiai leírás, így csak az alapvető csoportosítási lehetőségeket vázolom fel. Több fajtája is létezik, függően attól, hogy pozitív vagy negatív a fotólakk, illetve, hogy milyen sorrendben zajlik az ábrakialakítás, a litográfiai marás és a rétegleválasztás. Aszerint is csoportosítható, hogy a maszk mintázatát hogyan viszik át a lakkrétegbe; érintkezik a maszk a lakk felületével, vagy nem. (8)

4.4. Mély reaktív ionmarás (DRIE)

A DRIE, más néven mély reaktív ionmarás, a gázérzékelő kialakításának igen fontos része, mivel ez az utolsó lépése a membrán kialakításának. Lényegében a száraz marások egyik fajtája. Ez esetben argon gázzal bombázzák a már korábban kimaszkolt felületet. Fontos megemlíteni, hogy nem csak a hátoldalon van védelem (Al réteg),

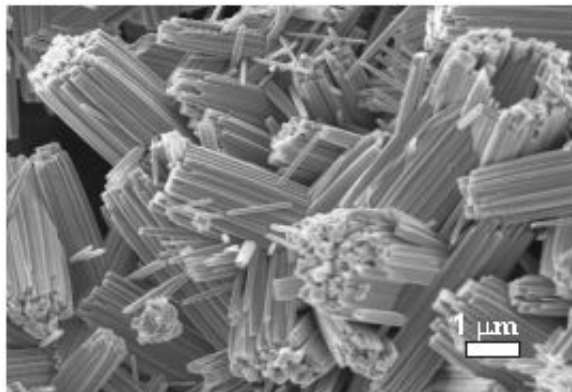
ugyanis a tényleges eljárás hátulról történik, hanem az előoldal is kap egy védőlakkot. A hátoldalon ablakot kell nyitni az Al-ban, hogy el tudjuk marni a felesleget a szubsztrátból, egészen a membránig. A „furat” kialakításához többször meg kell állítania marási folyamatot és passziválni az oldalfalat. (3)

A művelet végeztével a Taguchi szenzor struktúrája eljutott a működő hotplate stádiumába és készen van az érzékenyítő réteg felvitelére. Lényegében ez az a pont ahol elválnak, milyen gázérzékelésre lesz alkalmas a szenzor. (8)

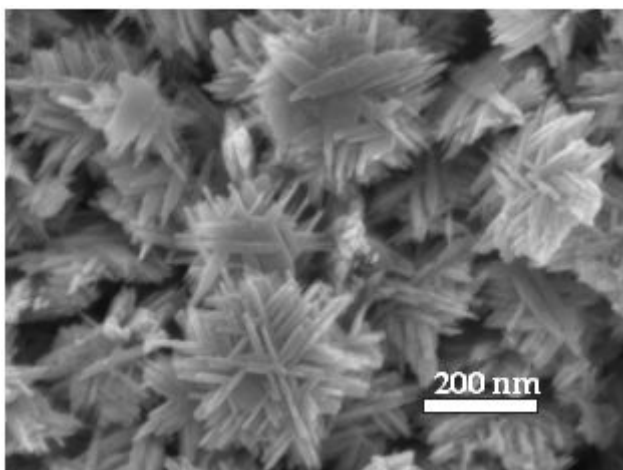
5. Az érzékenyítő anyag

Mivel az eddig elkészített mikrostruktúra tulajdonképpen csak egy úgynevezett „hotplate”, önmagában nem képes szenzorként működni. Az érzékelést egy úgynevezett érzékenyítő anyag végzi. Jelen esetben a már korábban leírt wolfram-trioxid (WO_3) bevonatot alkalmaztuk, melyek ammónia gázra való érzékenysége került vizsgálatra. Mindkét esetben csepegtetési eljárással történt a szuszpenziók felvitele a hotplat-re. Ez tulajdonképpen egy hajszálvékony műanyaghuzal, amelyről a felülethez érintve leválnak a nanorészecskéket tartalmazó csepp. Az eljárást nagyban megnehezíti, hogy a majd bemutatásra kerülő szuszpenzióból könnyen kiválnak a WO_3 szemcsék és leülepsznek (szuszpenziók - nem valódi oldatok - sajátsága). A jelenség azért okoz gondot, mert a vékony ecsetelő huzalra nem mindig azonos sűrűségben tapad a szemcsékből, ami nehezíti a reprodukálhatóságot. A leválasztási műveletet minden esetben hőkezelés követte, ami azért szükséges, hogy stabilizálja a bevonatot, illetve elpárologtatja a benne lévő alkoholt és etilén-glikolt. A kísérletek során két különböző morfológiájú WO_3 bevonat érzékenysége került összehasonlításra; az egyik az úgynevezett nanorúd, a másik pedig, egy a szegfűhöz hasonló alakzat. Kristályszerkezetüket tekintve mindkettő hexagonális elrendezésű. Ez a kristályszerkezet az irodalom szerint a legmegfelelőbb gázérzékelési célra, mivel ennek a módosulatnak a felületén kötődnek meg legkönnyebben a gázmolekulák. (4)

A különböző morfológiák előállításához különböző kémia reakciókon keresztül lehet eljutni, de mindkét esetben a NaWO_4 -ból kell kiindulni. A nanorudak (6. ábra) előállításánál sósav hozzáadásával állítják be a megfelelő pH értéket, ennek hatására létrejön a H_2WO_4 . Ez, egy úgy nevezett szólt eredményez. A továbbiakban oxálsavat adnak hozzá és különböző hőkezelési eljárásoknak vetik alá. A már kész WO_3 porból desztillált víz és etilén-glikol segítségével szuszpenziót képeznek, amely már alkalmas a csepegtetésre.



6. ábra Az MFA-ban előállított WO_3 nanorodok SEM képe **(4)**

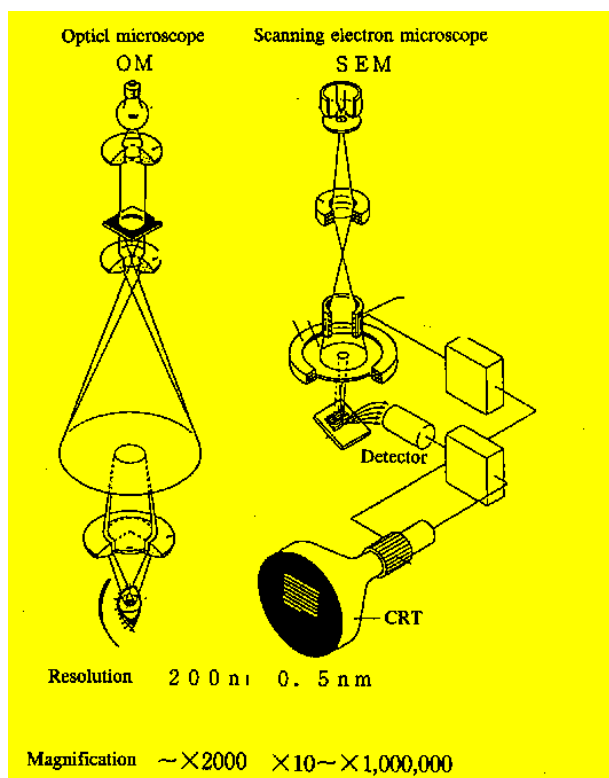


7. ábra Az MFA-ban előállított szegfűvirághoz hasonló WO_3 nanostruktúra SEM képe **(4)**

A szegfű virágához hasonló (7. ábra) nanorészecskék akkora alakulnak ki, ha a NaWO_4 először egy hosszú mosási folyamaton esik át, desztillált vízben. Majd sósav hozzáadásával gél képződik, aminek 24 órát kell hűtőben állnia. Ezt követi egy újabb mosás, szintén desztillált vízben, melyet centrifugálás követ. Mindezek végeztével újabb 24 órás állás

következik, azonban most 120 °C-os hőmérsékleten, autoklávban. Az autokláv lényege, hogy a melegítés során keletkezett nyomást megtartja. Utolsó lépésben újabb hőkezelés következik, ahol 330 °C-ra melegítik a vegyületet, 5°C/min hevítési meredekséggel. Ezen a hőmérsékleten a vegyület másfél órát tölt el. (4) (8)

6. A struktúrák vizsgálata, mikroszkópia



8. ábra Az optikai és SEM mikroszkópok elvi felépítése (5)

A különböző mikro illetve nano struktúrák vizuális vizsgálatára rengeteg módszer létezik. A legismertebb eljárás a hagyományos optikai eljárás. Ennek lényege, hogy a szemlevételezni kívánt felületet erős megvilágítás alatt lencséken keresztül felnagyítjuk. Ez viszonylag egyszerű, mivel nem igényel előkészületet, nem szükséges semmilyen különleges atmoszféra a vizsgálat során. Hátránya azonban, hogy bizonyos mérettartomány alatt már nem használható. Ez a fény hullámtermészetéből eredő diffrakció miatt lehetséges. A fénnel történő nagyításnak határt szab a hullámhossz-

nagyságrendű tárgyakon fellépő elhajlási jelenség (diffrakció). Egy pont képe az elhajlás miatt sötétebb és világosabb koncentrikus gyűrűkből áll. (5)

Ennek a jelenségnek a kiküszöbölésére jött létre többek között a SEM (Scanning Elektron Microscope – Pásztázó Elektron Mikroszkóp) is (8. ábra). A vizsgálat során vákuumban, egy fókuszált elektron sugárral pásztázzák a minta felületét. Az itt létrejövő kölcsönhatás miatt mindig van valamekkora visszaverődés, amely érzékelhető valamilyen módon. A detektálás lehet a visszaszórt részecskék mérése vagy az elektronsugár bombázásából létrejövő elektromágneses sugárzás megjelenítése. A SEM nagyon nagy előnye, hogy igazán nagy mélység-élesség érhető el vele, bizonyos készülékekkel akár atomi szintű felbontásra is képesek. Hátránya csak az elektrosztatikus feltöltődéssel szemben mutatkozik, mivel így nem jön létre a kölcsönhatás. Ilyenkor a vizsgálat előtt valamilyen vezető réteget választanak le a felületre. A pásztázó elektronmikroszkópia egy nagyon hatékony roncsolásmentes karakterizálási módszer mindenféle vezető felülethez, kb. 2,5-50 kV elektrongyorsító feszültséget használva. (5)

A SEM egy gyakran használt berendezés az MFA-ban is. A Taguchi gázérzékelő szenzor nagy felbontású képei is ezzel készültek, szemléltetve a felületeket. Általában véve sok információt ad például, hogy a cseppentés során mennyire egybefüggő érzékenyítő réteg alakult ki a hotplate tetején, illetve, hogy valóban csak a membránon van a szenzor-anyag. Ennél jóval nagyobb felbontásban pedig jól látható képek készültek a WO₃ nanostruktúrákról, látható képet adva a két külön morfológiáról. (5) (8)

7. Kísérletek bemutatása

Kísérleti munkámat az MFA MEMS Laboratórium végeztem, egy kifejezetten gázszenzorok funkcionális tesztelésére kialakított mérőhelyiségben. Az itt kiépített rendszer képes kontrollálni többféle gáz koncentrációját és áramát. Mindezt természetesen számítógép vezérléssel valósítja meg, ez azért is célszerű, mert a mérési adatok azonnal rögzítésre kerülnek. Az adatok később bármikor kiértékelhetők, bár a mérés során, valós időben a feszültség időfüggvénye is kirajzolásra kerül. Ez esetben a mintavételezési sebesség a felhasználó által definiálható, így célszerűen az adott szenzor válaszügyéhez konfigurálható. Mivel vannak gyorsabb és lassabb válaszügyű szenzorok, így fontos, hogy ne mérjünk túl ritkán vagy túl gyakran, esetünkben feszültséget. Ebben a formában bizonyos fokú szűrést ad a nagyfrekvenciás zajok ellen. Mindez úgy történik, hogy a program ad egy trigger jelet az asztali multiméter berendezésnek, mire az elküldi a mért értéket. Adott esetben változtatható az áramlás sebessége illetve az áramlás iránya. Nem kell, hogy a gáz feltétlen a chip hossz tengelyével párhuzamosan áramoljon, bármilyen szög beállítható. A berendezés működtetésére az úgynevezett MFC (Mass Flow Control - Tömeg Áramlás Szabályozó) szolgál. Az analóg jelek előállítását egy a National Instruments cég által gyártott mérő kártya és a hozzá tartozó LabView nevű szoftver segítségével fejlesztettek programot az MFA dolgozói. A berendezésbe alapvetően 5 féle gáz köthető be a nitrogén és a sűrített levegő mellett. Habár alapvetően a Taguchi gázérzékelő szenzor kísérleteihez nitrogén gázban elnyeletett ammónia gázt használtunk, további tiszta nitrogén hozzáadásával az eredeti koncentráció tovább csökkenthet. A nitrogén és ammónia keverék 100 ppm-es koncentrációjú, így ez a

legnagyobb, amely beállítható mérések során. A nitrogén és oxigén keverékével szimulálható a levegő, így a szenzor valós körülmények között tesztelhető.

Elektronikus szempontból az állandó árammal való meghajtás (áramgenerátoros mérés) a preferált, így könnyen mérhetünk feszültséget. Bár ez esetben egyetlen értéket kell mérni, akár több analóg jel is feldolgozható a multiméter 10 csatornája segítségével. Ez lehetőséget nyújt a későbbiekben több szenzor mérésére egy időben, tehát a különböző chippek valós időben kerülhetnek összehasonlításra. Sajnos ez az eddigiekben azért nem valósult meg, mert a később bemutatott fűtési mechanizmust jelentősen bonyolultabbá tenné. Ennek oka a platina fűtőszálak ellenállásának a relatíve nagy szórása. Az egy áramforrással való meghajtás több szenzor esetében felveti, hogy párhuzamos vagy soros kapcsoláson keresztüli meghajtás az előnyösebb. Tulajdonképpen egyik sem igazán megoldás, mivel az ellenállás értékek szórása relatíve nagy, így a különbségek a fűtőteltjesítményekben mutatkoznának meg. Mindez káros lehet, amennyiben túlfűtjük, az érzékenyítő anyag más kristálystruktúrába állhat össze, megközelítőleg 350 °C környékén. Amennyiben viszont nem közlünk elég nagy teljesítményt, nem lesz elég gyors az abszorpció a felületen. Az egyetlen megoldás, ha több szenzor egyidejű mérésére lenne szükség, egyedileg kell a platinaszálakat felfűteni. Tehát összességében a méréseket egy-egy chipen külön-külön végeztem el a fent említett problémák kiküszöbölésére, a pontos teljesítményközlés érdekében, amelynek értéke kb. 10 mW. Ekkora fűtési teljesítménnyel megközelítőleg 180 °C-os hőmérséklet érhető el, amely a kemisorpciós reakcióhoz elegendőnek bizonyult. Ezzel a passzív rész (Pt fűtőtest) tulajdonképpen a kísérlet szempontjából működőképes.

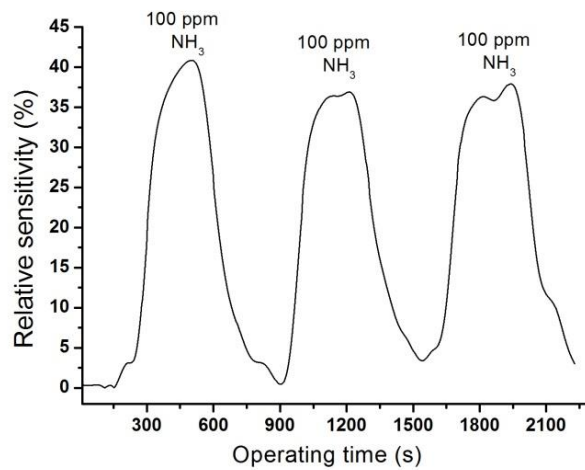
A másik oldal, az aktív elem szerepét az aranyelektóda tölti be. Ennek meghajtása ugyancsak állandó árammal történt. A négyvezetékes mérési kialakítás előnyös, mivel viszonylag kevés elemből áll, jól árnyékolt BNC kábelek segítségével nagyon jó jel-zaj viszony érhető el, ami igen csak fontos a néhány 10 nA-es értékű meghajtás mellett. Az ilyen kicsi áramérték azért szükséges, mert a mérés kezdetén az úgy nevezett hideg ellenállás GΩ-os nagyságrendű. A nagyobb áram alkalmazása egyébként is kockázatosá teszi a használatot, az aktív elem két pontja között eső nagy feszültség miatt. Mindezt az Ohm törvény alapján leírható, a feszültség és áram viszonyát megfogalmazó tétel értelmében. Természetesen az ellenállás értékek az abszorpció következtében csökkennek akár 3-4 nagyságrendet is, de a mérés ciklikus, így újra és újra elérheti a kiindulási értéket. Az meghajtásra használt áram értéke lehetne nagyobb az alacsonyabb ellenállású

részen, azonban a mérőberendezés programjában az y-tengelyen ábrázolt feszültség skálájának felbontása állandó kell, legyen. Így a mérések hitelességének érdekében a kísérlet teljes időtartama alatt állandó, néhány 10 nA árammal végeztük a mérést. Természetesen, ez a fűtésre is igaz, ott is a 180 °C-nak megfelelő a fűtőteltjesítmény, amely megközelítőleg 10 mW, állandó volt a mérések elejétől a végéig. (8)

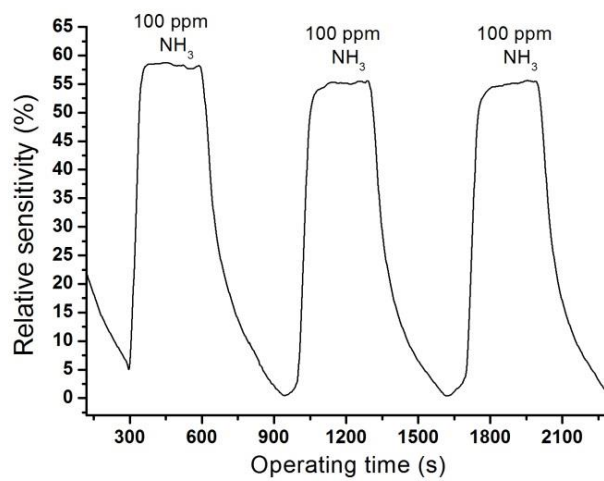
7.1. A Taguchi gázszenzorok érzékenysége

A korábbiakban leírtaknak megfelelően, két WO₃ morfológia került a kísérletek középpontjába. Számottevő különbség van a kettő között mind a szenzor felfutás mind a lefutás és a tényleges NH₃ érzékenység tekintetében is. Bár mindkettő alkalmas az igen kicsi 30-100 ppm-es koncentrációjú ammónia gáz detektálására, egy ilyen veszélyes gáz érzékelése és jelzése sem a civil életben, sem ipari környezetben nem lehet túl lassú. Így a nyilvánvalóan nagyobb érzékenység és gyorsabb válasz idő lehet az esetleg sorozatgyártás kapcsán a meghatározó tényező.

A ábrák alapján (9-10 ábrák) jól láthatóak az eltérések, habár mindkettő azonos ciklusokkal végrehajtott mérés volt. Ez lényegében azt jelenti, hogy mind időtartamban mind ciklusonként a koncentrációban megegyeztek. Így a mérésekből látható, a második morfológia esetében (10. ábra), nagyobb az érzékenység. Emellett a lefutási meredekség igen nagy, ami az ammónia jelenlétét mutatja, szinte, azonnal ahogy a gázkamrába ér. Ez a tulajdonképpeni válaszideje a szenzornak. Ezután a következő 300 szekundumban folyamatos az ammónia jelenléte, így az érzékenyítő anyag felületén telítésbe megy a kemisorpció folyamat. Minden ilyen lépést egy levegőnek megfelelő gázkeverékes öblítés követ. Ennek köszönhetően a görbe pozitív meredekségű élein a deszorpció gyorsasága a WO₃ felületéről is megfigyelhető. Ez legalább annyira fontos, mint az ellenállás csökkenés, mivel, ha túl lassú az esetlegesen hibás pozitív jelzést adhat. Tehát a gáz már nincs jelen a kamrában mégis jelzést kapunk az ottlétére, azonban erre a vizsgált szenzor jól reagált. (8)



9. ábra A nanorodos WO_3 morfológia érzékenységének karakterisztikája az egyes ciklusokban (4)



10. ábra A szegfűvirág szerű WO_3 morfológia érzékenységének karakterisztikája az egyes ciklusokban (4)

8. Digitális mérőkészülék fejlesztése

8.1. A mérőkészülék létrehozásának célja

Mivel a Taguchi gázszenzor stabilan és az elvárásoknak megfelelően működik, így célul tűzttem ki egy olyan berendezés tervezését és kialakítását, amely lehetővé teszi:

- Az önálló, laborműszerektől független működést
- Számítógépes adatgyűjtést és vezérlést a mérések alatt
- Önálló USB-s tápellátást, a lehető legkisebb zaj mellett
- 2 szenzor párhuzamos vizsgálatát
- Kompenzálja a platina fűtőszál ellenállás változását, így tartva a hőmérsékletet a membránszerkezet illetve az érzékenyítő anyag felületén.

Mindezt az elérhető legnagyobb pontosságú eszközök segítségével, hiszen a pontosság nélkül nem lenne értelme kiváltani az igen precíz laboratóriumi műszereket. A felsorolt célok közül mindenképpen szeretném kiemelni az USB tápellátást, ez ugyanis meglehetősen sarkalatos pontja a fejlesztésnek. Lényegében eléggé sok problémát okoz, viszont, ennek segítségével ténylegesen egyetlen a számítógépbe csatlakoztatott vezeték segítségével működtethetünk mindent. A fejlesztés több szakaszán is úgy tűnt le kell mondani erről a kényelemtől. Végül mégis ezzel kerül felépítésre a kísérleti áramkör. A végleges áramkör a dolgozat megírásának ideje alatt alkatrész beszerzés alatt állt, de a kísérleti áramkör is majdnem azonos a végleges megoldással, néhány apró módosítástól eltekintve. Azonban szeretném mégis külön kezelni a kettőt egymástól, mivel a végleges áramkör esetében valószínűleg az egyes alkatrészek elhelyezkedése is befolyásolni fogja a működést, ezt azonban nem lehetett modellezni. Kizárólag abban az esetben lett volna

lehetőség, ha minden egyes áramkört legyártunk vagy legyártatunk, ez azonban nem túl költséghatékony, így mindenhol az egyszerűbb megoldásokat választottuk.



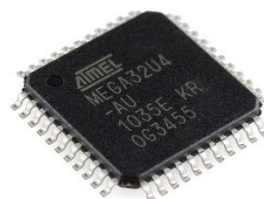
11. ábra Számítógép – Taguchi szenzor koncepció

8.2. A mérőkészülék felépítése

A gázszenzor laboratóriumi mérései során alapvetően 2 típusú műszerre van szükség, az egyik a multiméter a másik egy szabályozható áramforrás. Ezekből is lényegében mindegyikből 2-re, így keresni kell olyan integrált áramkörös megoldásokat, amelyek képesek a gázszenzor hiteles vizsgálatára. Továbbá szükség van egy olyan vezérlőre, amely kapcsolatot létesít a számítógép és a szenzort mérő eszközök között. Erre a célra egy az Atmel cég által gyártott ATMEGA32U4-es jelölésű 8 bites mikrokontrollerre esett a választás. Minden más felhasznált perifériát a Microchip cég által gyártott termékek közül választottam, a könnyű beszerezhetőség miatt. A többi áramköri elem teljesen szendert, mind passzív mind aktív elemek tekintetében.

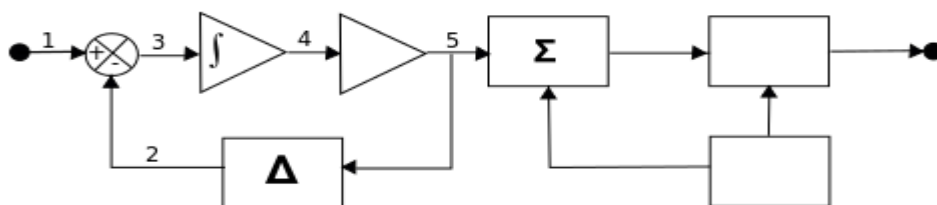
8.3. Az ATMEGA32 mikrokontroller és a perifériák

A választást sok tényező befolyásolta, de a legfontosabb kritérium a beépített USB vezérlő. Ennek segítségével kiegészítő vezérlőáramkör nélkül valósítható meg a kapcsolat, a számítógép és a mikrokontroller között. A másik fontos ismérve az eszköznek a viszonylag nagy memóriája, ami 32kB, ez elégséges a kitűzött célok megvalósításához. Az órajel 16MHz, ami ugyan nem sok, de a lassan végbemenő tranziensek miatt elegendően gyors a kontroller reakciója az esetlegesen bekövetkező változásokra. A gyorsaságnál a szűk keresztmetszet tulajdonképpen a feszültségmérő integrált áramkör, mivel ennek mintavételi sebessége mindössze 3,75 minta/másodperc.



12. ábra Atmel ATMEGA32U4 mikrokontroller

A feszültségmérésre egy Microchip MCP34224-es Delta-Sigma típusú analóg-digitál konvertert használtam (továbbiakban: ADC). A típus előnye, hogy a felbontása 16bit, azaz 65536 lépésre képes felosztani a beépített 4096mV-os referenciafeszültséget. Azonban mivel pozitív



13 ábra Delta-Sigma ADC elvi belsőfelépítése

illetve negatív irányba is képes mérni, így a legkisebb mérhető lépcső: 0,125mV. Az ADC 4

9. A kísérleti áramkör megvalósítása és alkalmazott kapcsolások

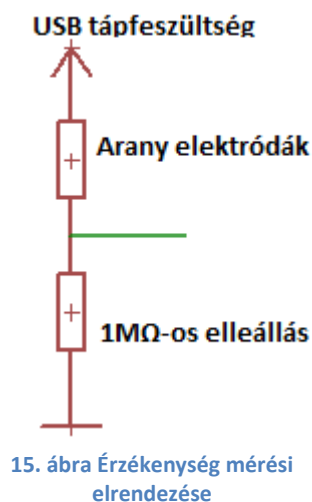
A platina fűtőszál meghajtása az áramkör egyik legfontosabb feladat, mivel a hőmérséklet változása befolyásolja legnagyobb mértékben a mérési eredményeket. Ezért igyekeztem erre a legnagyobb hangsúlyt fektetni és a legkörültekintőbben kialakítani. Mivel önmagában a DAC nem képes elegendő áramot biztosítani, így egy erősítésre van szükség. A megoldás végül egy eléggé egyszerű, bár hatékony áramgenerátor kapcsolással sikerült megvalósítani. Egy áramgenerátor kapcsolás, amely több ponton van mérve és így folyamatosan képes

[illegible]

Azonban ezt mindenképpen mérni kell, mivel a hideg és meleg ellenállás között 2-3x különbség is lehet. Ez természetesen függ a geometriától nagymértékben. Az ADC-k kiválasztása

szempontjából fontos volt a négy csatorna, mivel mindkét szenzor fűtéséhez két külön meghajtó áramkör tarozik. Van egy finomabban állítható illetve egy nagyobb áram beállítására is képes rész. A későbbi fejlesztésekre való tekintettel, hogy ne kelljen az egész mérőkészüléket újra tervezni és építeni, kiválasztható az optimálisabb megoldás.

9.2. Aranyelektrodák ellenállásának mérése



Az eredeti elképzelés szerint az aranyelektrodák meghajtása hasonlóan történt volna a platinához. Ez azonban nem volt lehetséges az elektrodák nagy ellenállása miatt. Az ADC bemeneti impedanciája $25\text{M}\Omega$, az érzékenyítő anyagon mérhető ellenállás ennél jóval nagyobb, főleg a levegőn mérhető ellenállás. Ezért egy soros ellenálláson mérjük a feszültséget, amelynek az értéke $1\text{M}\Omega$. Ennek a kisebb értékű ellenállásnak köszönhetően létrehozható egy feszültség osztó. Itt már nem lenne szükség 4 csatornára, elegendő lenne 2. A fennmaradt 2-őt arra használtam, hogy mérni

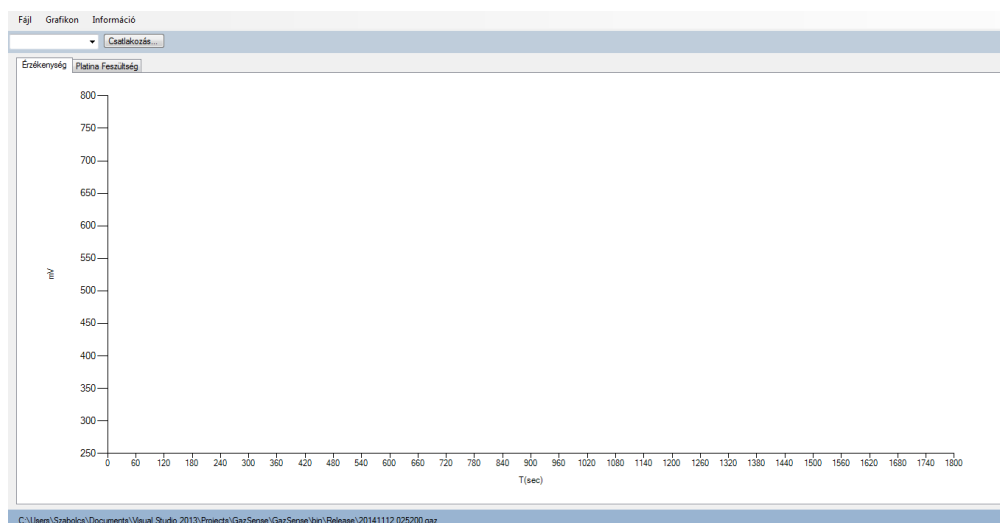
lehessen a 2 szenzor teljes áramfelvételét külön-külön. Mivel a későbbiekben lehetséges lenne egy hordozható verzió elkészítése, így már most mérhető lenne, hogy például milyen akkumulátor alkalmazása lenne célszerű.

9.3. A szoftverek

Az mérőkészülékben két külön program működik, az egyik a mikrokontrollerben működik. Az első, a mikrokontrollerben futó program, amely a számítógép felé küldi a mérési adatokat, illetve ez a program biztosítja az állandó hőmérsékletet. Mivel a fűtéshez használt áramgenerátort több ponton is mérjük, így lehetőség van a platina ellenállás változásának a figyelésére és a másikkal pedig a forrásáram mérésére. Azért lehetséges, mert az emitter és a föld közötti ellenállása határozza meg a forrásáramot, a bázisfeszültség függvényében. Így a tranzisztor hő függése sem befolyásolja a beállított forrásáramot.

A második szoftver a számítógép oldali szoftver, ennek feladata az adatgyűjtés, a fűtőáram felhasználó általi beállítása illetve mérésközben a grafikonok rajzolása. Ez a szoftver végzi lényegében az időzítést is. Minden mintavételnél ábrázol egy pontot, majd az előző mérési eredményt összeköti egy szakasszal. A mintavételezési sebesség és a koordinátatengelyek

felbontása és határértékei változtathatóak. A mérés végeztével a grafikon exportálható JPG képformátumban. Az elküldött adatok száma nem befolyásolja a mérést, minden intervallumon belül az elküldött adatok középértékét ábrázolja a program.



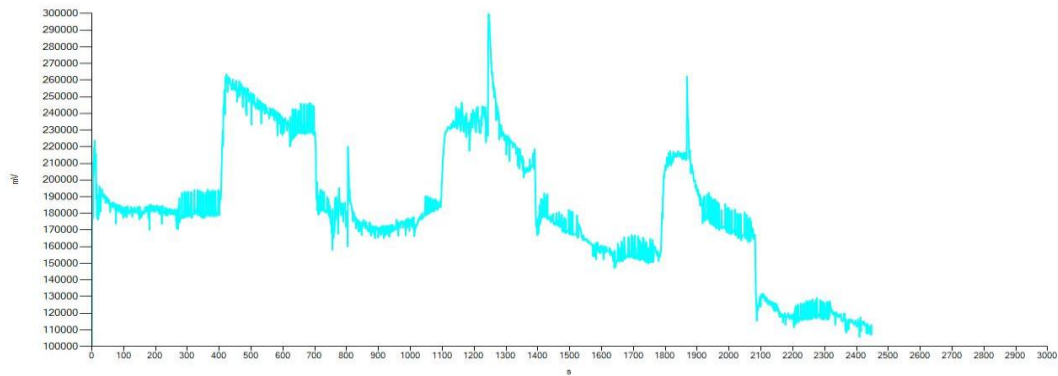
16. ábra Taguchi gázszenzor vezérlő szoftver grafikus kezelői felülete

A programot .NET keretrendszerhez fejlesztettem, Visual Basic nyelven íródott. A cél a lehető legegyszerűbb használat létrehozása volt. Ezeken kívül fontos volt, hogy amennyiben a fájlt nem mentettük korábban akkor se vesszenek el a mérési eredmények, vissza lehessen a programba tölteni az adatokat, és a korábban említett képexportálás is cél volt. A kommunikáció viszonylag egyszerűen használható, soros kommunikáció. Ennek talán egyetlen hátránya az, hogy ki kell választani egy listából, a program nem képes automatikusan csatlakozni a mérőeszközhöz. Ezen mindenképpen szeretnék változtatni, a végső cél az lenne, hogy teljesen automatikus legyen, és ne igényeljen semmit a mérés kizárólag a program elindítását és a mérés elindítását illetve megszakítását. A későbbi fejlesztés során tervezem megoldani a koordinátatengelyek automatizálását is. Azonban ez csak majd akkor lehetséges, ha az egész teljesen kész, ez lesz tulajdonképpen az utolsó simítás egy végső mindenre kiterjedő tesztelési folyamat előtt.

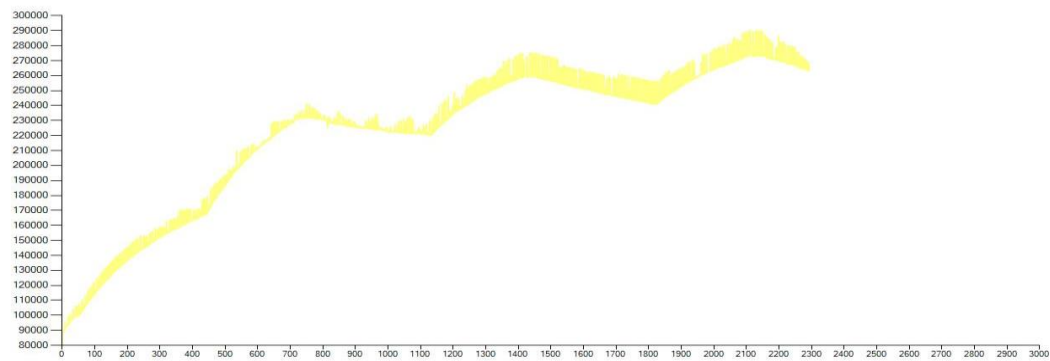
10. Mérési eredmények

A dolgozatban szereplő mérési eredmények grafikonja teljesen nyers verziók, mivel a készülék még nem a nyerte el végleges formáját ezért sok probléma vár megoldásra. Nem volt elsődleges cél a hiánytalan, stabil működés bemutatása, így a grafikonok zajosak és a jel alapvonalak csúszása is jól látható. Ezeket a hibákat elsődlegesen az áramkörök segítségével szeretném kiküszöbölni és csak az utolsó lépésben szoftveresen szűrni az adatokat. Ennek oka

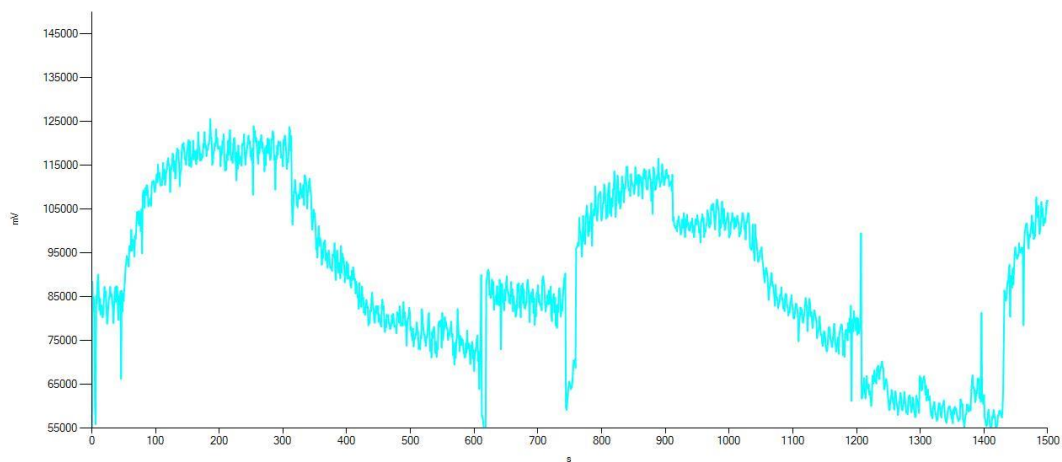
az, hogy meglátásom szerint, ha már eleve egy stabil kevésbé zajos jel kerül feldolgozásra, akkor a később sorra kerülő fejlesztésekre is sokkal alkalmasabb lehet a berendezés. Minden esetben szeretném előtérbe helyezni az energiatakarékos működést, így szeretném azt is, hogy a lehető legkevesebb számítási kapacitás mellett is jól működjön, ha esetleg számítógép segítségével is működőképesnek kell lenni.



17. ábra A legelső sikeres mérés grafikonja



18. ábra Kis teljesítménnyel fűtött szenzor mérése



19. ábra Legutóbbi mérés eredményei

A mérések kapcsán valószínűleg a legnagyobb problémát az alapvonal csuszása okozza. Mivel sok behatás miatt létrejöhet a jelenség, így a pontos okát egyértelműsíteni nem tudom. Reményeim szerint az elkészül áramkörrel mérve már nem lesz ilyen szembetűnő a csúszás és egy utólagos szoftveres szűréssel már teljes mértékben megszüntethető a jelenség. Többféle matematika megoldás is létezik, de ezek megfelelő használata még sok kísérletezést igényel. A számítógép oldali szoftverben is még vannak hibák ezek megoldása is még némi időt fognak felemésztetni a végső tesztelés előtt. Remélhetőleg az itt felsorolt problémák megoldásával már sikerülhet egy még sokáig jól működő mérőberendezés és helyet kaphatnak a további fejlesztések, például, egy hordozható verzió.

11. Köszönetnyilvánítás

Mindenekelőtt, szeretnék köszönetet mondani Takács Máténak az MFA PhD gyakornokának a fáradhatatlan és önzetlen segítségért. Továbbá köszönet illeti Csikósné Dr. Pap Andreát az állandó támogatásért és útbaigazításért a MEMS technológia útvesztőiben. Végül, de nem utolsó sorban, szeretném megköszönni a segítséget az MFA minden munkatársának, aki hozzájárult e dolgozat létrejöttéhez.

12. Hivatkozások

1. *MEMS TECHNOLOGIÁVAL ELŐÁLLÍTOTT GÁZÉRZÉKELŐK MIKRO-FŰTŐTESTEINEK VIZSGÁLATA (TDK). Éva, Jelinek.*
2. **Imre, Dr. Mojzes.** *Mikroelektronika és elektronikai technológia.* hely nélk. : Műszaki Könyvkiadó, 1995. ISBN 963 16 0548 5.
3. —. *Mikroelektronika és technológia.* hely nélk. : Műegyetem kiadó, 2005. ISBN 963 420 847 9.
4. *Effect of hexagonal WO3 morphology on NH3 sensing.* **M. Takács, Cs. Dicső, A.E. Pap.**
5. *Elméleti anyag.pdf.* [Online] <http://mti.kvk.uni-obuda.hu/node/92>.
6. *A sketch of a capacitive MEMS accelerometer.* [Online] [Hivatkozva: 2014.. 04. 13.] <http://compliantmechanisms.byu.edu/content/introduction-microelectromechanical-systems-mems>.
7. **MPU-6050 SIX-AXIS (GYRO + ACCELEROMETER) MEMS MOTIONTRACKING™ DEVICES.** [Online] http://www.csgshop.com/product.php?id_product=120.