

# ÉRZÉKELŐK

Dr. Pődör Bálint

Óbudai Egyetem KVK Mikroelektronikai és Technológia Intézet

## 16. ELŐADÁS: KÉMIAI ÉRZÉKELŐK I



2010/2011 tanév 2. félév

1

1

## 16. ELŐADÁS: KÉMIAI ÉRZÉKELŐK

1. Bevezetés: kémiai érzékelők jelentősége és alkalmazási területei.
2. Kémiai érzékelők fontosabb típusai, érzékelési mechanizmusok és folyamatok.
3. Ionszelektív érzékelők, pH érzékelés.
4. Térvezérlésű tranzisztor (FET) típusú érzékelők: ISFET, OGFET, Pd-gate FET.
5. Kvarc mikromérleg és AFH eszköz mint kémiai érzékelő.
6. Optikai és mikrohullámú spektroszkópiai módszerek.
7. Nedvesség és páratartalom érzékelés.

2

2

## ALKALMAZÁSOK

Kémiai és biológiai érzékelők főbb alkalmazási területei

Környezetmonitoring és védelem

Folyamat ellenőrzés

Élelmiszeranalitika

Élettudományok

Orvosi diagnosztika

Veszélyes-, tiltott-, robbanó-, stb. anyagok indikálása

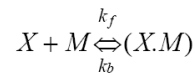
3

3

## BIO(CEMICAL) SENSORS

‡ Basic definitions

- (Bio)chemical signals  $\rightleftharpoons$  Electrical signals



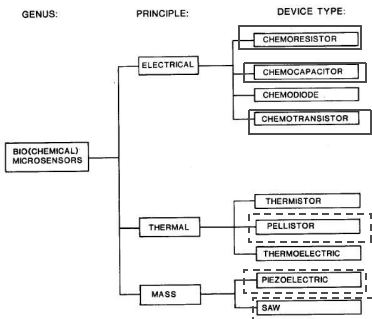
Change of heat - Calorimetric

Change of charge - Conductometric / Amperometric / Potentiometric

4

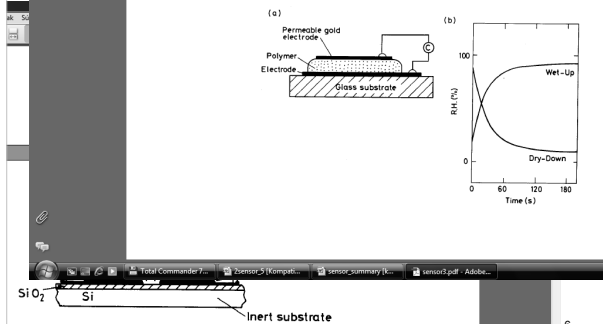
4

## KÉMIAI ÉRZÉKELŐK CSOPORTOSÍTÁSA



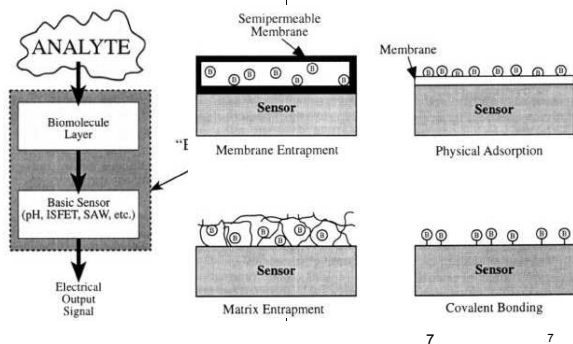
5

## Chemocapacitors



6

## MŰKÖDÉSI ELVEK



7

7

## ION-SZELEKTÍV ÉRZÉKELŐK

Az ionszelektív érzékelők a folyadékok ionkoncentrációja meghatározására szolgálnak. Ennek fontos speciális esete a pH azaz a savasság/lúgosság mértékének meghatározása.

Mikroelektronikai kivétel: félvezető alapú, lényegében FET/MOSFET szerkezet. A vezérlőelektróda (gate) szerepét maga a mérendő folyadék játssza. Az érzékelési folyamat kihasználja azt, hogy a FET töltésvezérelt eszköz.

8

8

## ION-SZELEKTÍV ÉRZÉKELŐK

FET típusú mikroelektronikai kémiai- (és gáz-) érzékelők:

ISFET	- ion-selective FET
OGFET	- oxide-gate FET
OSFET	- oxide-semiconductor FET
ADFET	- adsorption-FET
Pd-gate FET	- (GasFET)
ChemFET	- (Chemical FET)

9

9

## pH ÉRZÉKLEŐK

pH érték (hidrogénexponens, hidrogénkitevő) definíciója: pH - a szabad hidrogénionok (pontosabban hidrónium-ionok  $H_3O^+$ ) koncentrációjának negatív logaritmus, azaz

$$pH = - \lg [H^+]$$

A pH értékek gyakorlati skálája  $0 < pH < 14$ , a víz disszociációs egyensúlyán alapul



Savas közeg (sok $H^+$ )	pH < 7
Semleges közeg	pH $\approx$ 7
Lúgos közeg (kevés $H^+$ )	pH > 7

10

10

## FET TÍPUSÚ KÉMIAI ÉRZÉKELŐK

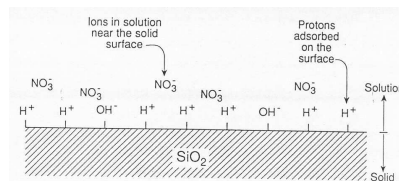
Az érzékelő aktív felületén az oldatban lévő ionok megkötődnek. Savas közegben pl. a felületen a pozitív ionok lesznek többségben, és az oldatban ezt kompenzáló a felület felett egy a negatív ionokból álló réteg alakul ki. Ez így létrejött elektromos kettősréteg potenciálját (Nernst-potenciálját) érzékeli a FET eszköz.

Pl. erős salétromsav ( $HNO_3$ ) esetén túlnyomórészt  $H^+$  ionok kötődnek meg a felületen, ezek pozitív töltését az oldatbeli negatív ionok ( $NO_3^-$ ) a felülethez vonzódnak, és egy negatív töltésű réteget hoznak létre a pozitív töltésű felület felett.

11

11

## ELEKTROMOS KETTŐSRÉTEG KIALAKULÁSI MECHANIZMUSA



Az elektromos kettősréteg és a  $\Psi_N$  Nernst-potenciál kialakulása  $SiO_2$  felületén erős salétromsav ( $HNO_3$ ) hatására. Savas közegben túlnyomórészt  $H^+$  ionok kötődnek meg a felületen, ezek pozitív töltését leárménykoldandó az oldatbeli negatív ionok ( $NO_3^-$ ) a felülethez vonzódnak, kialakítva az elektromos kettősréteget.

12

12

## FET TÍPUSÚ KÉMIAI ÉRZÉKELŐK

A Nernst potenciál

$$\Psi_N = \ln 10 \times (kT/q) \Delta \text{pH} = \ln 10 \times U_{\text{th}} \Delta \text{pH}$$

Egységnyi pH változás ideális esetben  $\ln 10 \times 26 \text{ mV} \approx 59 \text{ mV}$  elcsúszást eredményez az eszköz (ISFET) karakterisztikájában.

13 13

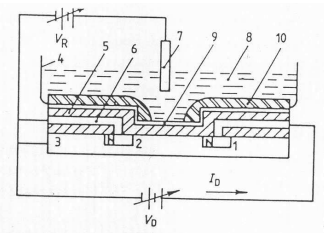
## ISFET

A folyékony fázisban (elektrolitban) való mérésre szolgáló ISFET és egy hagyományos MOS tranzisztor között az a különbség, hogy hiányzik a gate-fémmezés. Helyette a gate-oxid, illetve az oxidot borító ionszelektív réteg közvetlenül az oldattal érintkezik, az oldat potenciálját pedig referenciaelektroda (általában ezüst) rögzíti.

Az érzékelőréteg hidrogénion-érzékélők esetén leggyakrabban szilícium-nitrid, alumínium-oxid, és tantál-oxid alapú, de vannak más ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Cl}^-$  és  $\text{Br}^-$ ) ionok szelektív meghatározására alkalmas más bevonatok is.

14 14

## ION-SENSITIVE FET (ISFET)



Szilícium-nitrid érzékelőréteges ISFET keresztmetszeti képe és mérési kapcsolása. 1 – nyelő, 2 – forrás, 3 – szubsztrát, 4 – tok, 5 –  $\text{SiO}_2$ , 6 – Al fémmezés, 7 – referencia elektróda, 8 - elektrolit 9 –  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , 10 - szigetelés

15 15

Introduction Technologies Structures Effects Measuring parameters Application Sens

Ion-sensitive FET Related topics

Turn on or the threshold voltage of the channel:

$$U_i = -\frac{Q_{\text{ss}} + Q_{\text{d}}}{C_i} + 2\phi_f + \phi_{\text{ms}}$$

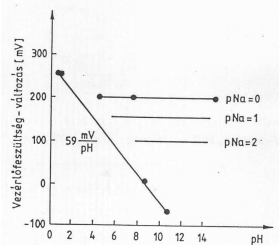
where:

- $\phi_f$  is the Fermi-potential of the bulk semiconductor
- $\phi_{\text{ms}}$  is the work function difference between the gate and the semiconductor
- $Q_{\text{ss}}$  is the surface state and oxide charge per unit area
- $Q_{\text{d}}$  is the bulk charge per unit area in the depletion region

FET Characteristics

Restart text

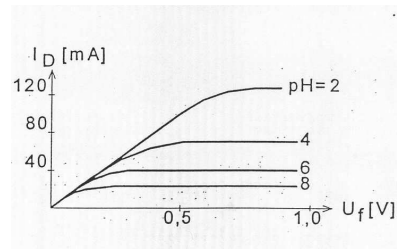
## ISFET: pH- ÉS ION- ( $\text{Na}^+$ ) ÉRZÉKELÉS



- pH érzékelés  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$  réteggel.
  - $\text{Na}^+$  ionok érzékelése alumínium-szilikát/ $\text{SiO}_2$  réteggel.
- A  $\text{Na}^+$  ion érzékelés független az oldat pH értékétől, az ionérzékenység  $55 \text{ mV/pNa}$ .

17 17

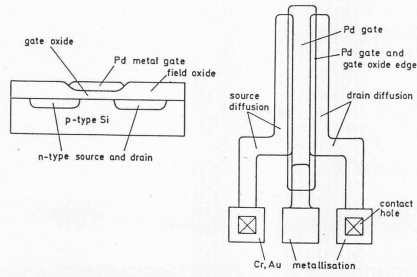
## ISFET



ISFET jelleggörbéi pH mérés esetén

18 18

## Pd-GATE MOS TRANSISTOR: HYDROGEN



Pd-gate MOSFET vázlatja.

Gate-oxid – 10 nm, fedő oxidréteg – 200 nm, vezető csatorna – 20 μm x 1000 μm.

19

19

## Pd-GATE MOS TRANSISTOR: HYDROGEN

Hydrogen adsorbed on the metal gate as atomic hydrogen dissolves in the metal and diffuse to the metal-oxide interface where it gives rise to a dipole layer. The dipole layer changes the work function difference between the metal and semiconductor and thereby the threshold voltage of the MOS transistor. The threshold voltage change is easily measured.

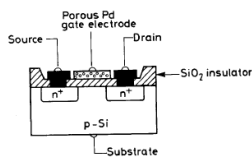
$$\frac{1}{\Delta U_T} = C_1 p^{-1/2} + C_2$$

20

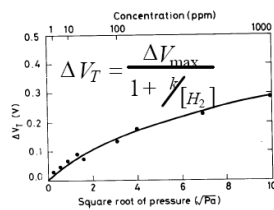
20

## Chemotransistors

### MOSFET -PFET:



(Lundström 1975)



## NEDVESSÉG-ÉS PÁRATARTALOM ÉRZÉKELŐK

A levegő nedvességtartalmának mérésére mind a hétköznapi életben mind a laboratóriumi klimatikus viszonyok megállapítása érdekében szükség van.

Hasonlóképpen szükség lehet bizonyos gázok, vagy szilárd halmazállapotú anyagok nedvességtartalmának meghatározására.

22

22

## NEDVESSÉG- ÉS PÁRATARTALOM ÉRZÉKELŐK

1. Levegő nedvességtartalmának érzékelése és mérése.

2. Más gázok és szilárd anyagok nedvességtartalmának meghatározása.

23

23

## PÁRATARTALOM MÉRÉSE

Gázelegy nedvességének/páratartalmának mértékegységei:

*Abszolút pára- (vízgőz) tartalom:* a vízgőz moláris aránya a gáz mennyiségéhez viszonyítva, (térfogat)ppm vagy mól%.

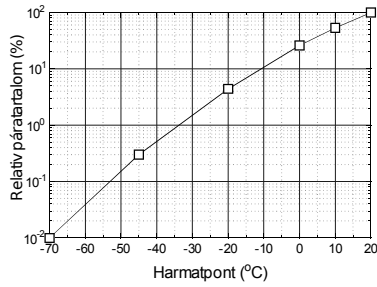
*Relatív páratartalom:* RH (relative humidity), a vízgőz parciális nyomása az adott hőmérsékleten érvényes telített gőznyomáshoz képest, %.

*Harmatpont:* az a *hőmérséklet*, melyen az adott gáz telítetté válik a vízgőzre. Ez alatt a vízgőz mint pára kicsapódik.

24

24

## PSZICHROMETRIAI GÖRBE



25

25

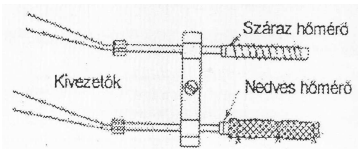
## PÁRATARTALOM ÉS HARMATPONT ÉRZÉKELÉS

1. Pszichrometer (nedves-száraz hőmérős módszer), az elpárolgás okozta hőmérsékletcsökkenés mérése.
2. Fotodiódás harmat-pontérzékelő (diffúz reflexió), a víz kondenzációs hőmérsékletének mérése.
3. Kapacitív (interdigitális) harmat-pontérzékelő, a víz kondenzációs hőmérsékletének mérése.
4. Különbségi frekvencia mérése.
5. Kapacitív érzékelés, víz-elnyelő polimer vagy alumínium-oxid dielektrikum fémréteg fegyverzetek között.
6. Nedvességérzékelő IGFET (insulated gate FET).

26

26

## PSZICHROMETRIAI NEDVESSÉGÉRZÉKELŐ



Két-hőmérős pszichrometriai nedvességérzékelő. A száraz hőmérő a referencia jelet adja, a nedves hőmérő a párolgás révén lehűl. A hőmérsékletkülönbségből a gázközeg páratartalma meghatározható.

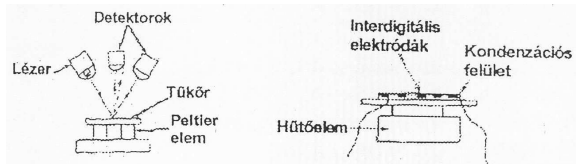
$$p_{\text{viz}} = p_{\text{sat}} - \text{const} \times (T_{\text{szárás}} - T_{\text{nedves}})$$

27

27

Megvalósítása és üzemeltetése nehézkes.

## HARMATPONT ÉRZÉKELŐK



Harmatpont-érzékelők elvi vázlata.

Baloldalt: párakicsapódás érzékelése optikai úton, a diffúz reflexió mérésével.

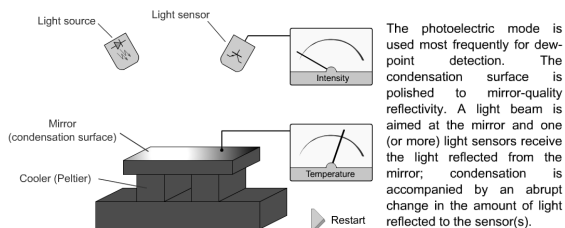
Jobboldalt: párakicsapódás érzékelése kapacitásváltozás mérésével.

Mindkét esetben Peltier hűtőelem és megfelelő elektronikus visszacsabályozás szolgál a harmatponti hőmérséklet beállítására.

28

28

## PHOTOELECTRIC DEW-POINT DETECTOR

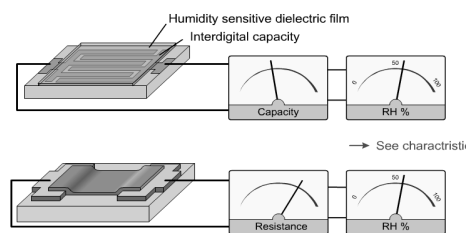


The photoelectric mode is used most frequently for dew-point detection. The condensation surface is polished to mirror-quality reflectivity. A light beam is aimed at the mirror and one (or more) light sensors receive the light reflected from the mirror; condensation is accompanied by an abrupt change in the amount of light reflected to the sensor(s).

29

29

## RELATIVE HUMIDITY SENSORS

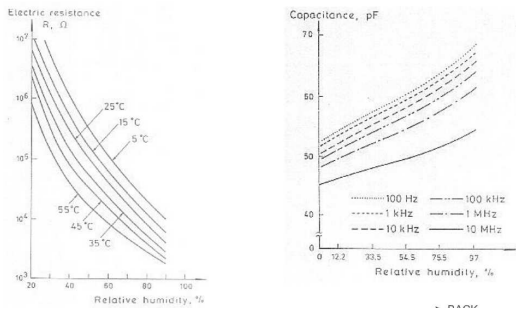


→ See characteristi

Dew-point (°C)	Relative humidity (%)	Absolute humidity concentration (ppm)
-75	0.002	~1
-45	0.3	70
-20	4.5	10 <sup>3</sup>
0	25	4.1 · 10 <sup>3</sup>
10	50	1.25 · 10 <sup>4</sup>
20	100	2.34 · 10 <sup>4</sup>

→ Dew-point sens 30

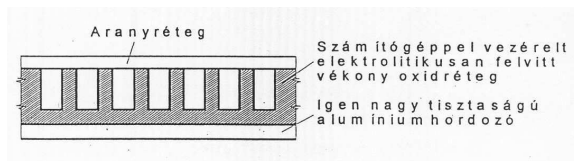
## RELATIVE HUMIDITY SENSORS



31

31

## KAPCITÍV NEDVESSÉGÉRZÉKELŐ



Alumínium-oxid szenzor aktív rétegének felépítése

32

32

**Porous Silicon Based Humidity Sensor with Interdigital Electrodes and Internal Heaters**  
 P. Fürjes<sup>1</sup>, A. Kovács<sup>1</sup>, Cs. Dúcsó<sup>1</sup>, M. Ádám<sup>1</sup>, B. Müller<sup>1</sup> and U. Mescheder<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Research Institute for Technical Physics and Materials Science, MFA, Hungary  
 H-1025 Budapest PO.Box. 49, Hungary, furjes@inf.elte.hu

<sup>2</sup>FH Pforzweiler, Univ. Of Applied Sciences, D-78120 Pforzweiler, Robert-Gerwig-Platz 1

**Abstract**  
 A novel design of a one-side processed porous silicon based humidity sensor operating with capacitive transduction principle with interdigital electrodes and internal heater is presented.

**Realisation**

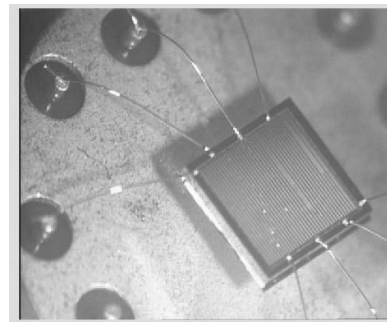
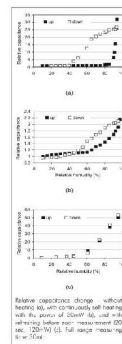
- one-side micromachining process
- porous silicon sensor on layer (stable layer)
- electrical contact to porous silicon via microcrystalline n-doped Si islands
- interdigital electrodes with embedded heater directly on porous Si surface (B)
- Al or Cu/Au interconnects

**Influence of refresh heating**  
 without heating: extremely negligible hysteresis

Fabricated chips show heaters outside of the active area (A) and embedded in the interdigital electrode structure (B).

SEM cross-sections of covered sensors. Both electrodes (a), or one of them (b) is underetched.

## HUMIDITY SENSOR

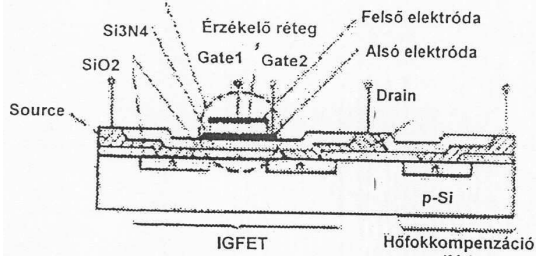


34

34

## PÁRATARTALOM ÉRZÉKELŐ IGFET

Kettős gate elektróda

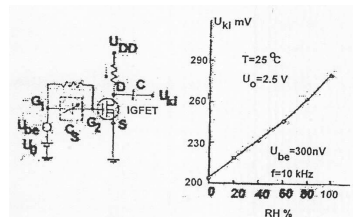


Páratartalom érzékelő IGFET szerkezete. A felső elektróda porózus Au réteg.

35

35

## PÁRATARTALOM ÉRZÉKELŐ IGFET



Páratartalom-érzékelő IGFET áramkörti modellje és karakterisztikája.

$$U_{ki} = \frac{U_{be} R_L g_m}{1 + C_i / C_s}$$

$C_i$  – gate szigetelés kapacitása,  $C_s$  – nedvességre érzékeny kapacitás

36

36

## NEDVESSÉGÉRZÉKELÉS: OPTIKA

Optikai spektroszkópia.

Az infravörös tartományban a vízmolekulák elnyelési sávokkal (pl. 1870 nm a közeli infravörös tartományban) rendelkeznek.

Egyszerű mérés/érzékelés valósítható meg megfelelő hullámhosszúságú fényt kibocsátó fénydióddal (LED) vagy lézerdióddal (LD).

A módszer más gázok illetve gőzök kimutatására is alkalmas, a megfelelő elnyelési sávoknál elvégzett méréssel.

37

37

## NEDVESSÉGÉRZÉKELÉS: OPTIKA

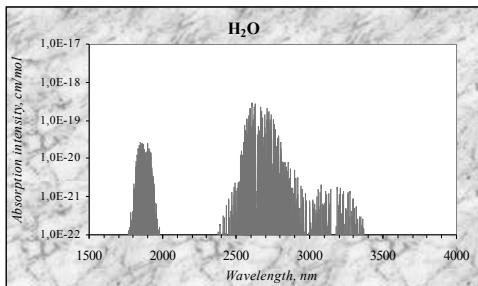
Optikai spektroszkópia.

Az infravörös tartományban a vízmolekulák elnyelési sávokkal (pl. 1870 nm a közeli infravörös tartományban) rendelkeznek. Egyszerű mérés/érzékelés valósítható meg megfelelő hullámhosszúságú fényt kibocsátó fénydióddal (LED) vagy lézerdióddal (LD). A módszer más gázok illetve gőzök kimutatására is alkalmas, a megfelelő elnyelési sávoknál elvégzett méréssel.

38

38

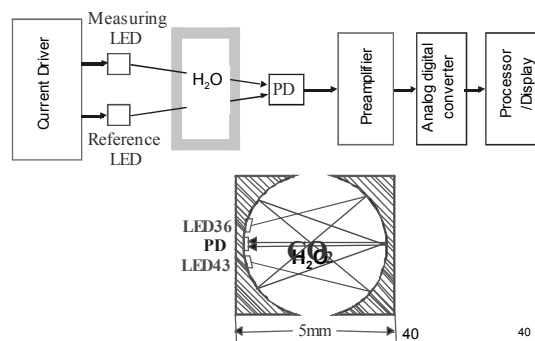
## VÍZ ELNYELÉSI SPEKTRUMA



A víz elnyelési spektruma a közeli (NIR) és közepes (MIR) infravörös sugárzás tartományában. 39

39

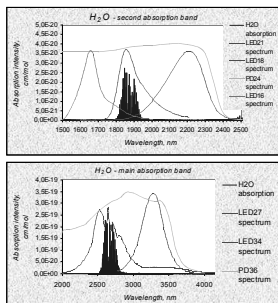
## IR ABSZORPCIÓS MÉRÉS



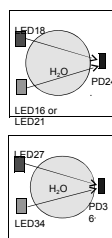
40

## Light Emitting Diodes and Detectors for H<sub>2</sub>O Sensors

Water has very strong absorption band in the range 2550-2750 nm and second strong enough absorption band in the range 1830-1900 nm.



41



## NEDVESSÉGÉRZÉKELÉS: MIKROHULLÁM

Mikrohullámú mérés.

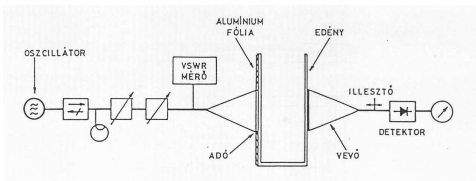
A cm-es hullámhosszak tartományában (S-sáv 2,60-3,95 GHz, G-sáv 3,95-5,85 GHz, J-sáv 5,30-8,20 GHz és X-sáv 8,20-12,40 GHz) erős a víz elnyelése ( $\alpha = 1-50 \text{ cm}^{-1}$ ).

Igen elterjedt a mikrohullámú abszorpciómérés alkalmazása különféle szilárd anyagok (nyersanyagok, félkész- és késztermékek) nedvességtartalmának érzékelésére és mérésére, akár folyamatos on-line üzemmódban.

42

42

## ANYAGOK NEDVESSÉGTARTALMÁNAK MÉRÉSE MIKROHULLÁMÚ MÓDSZERREL

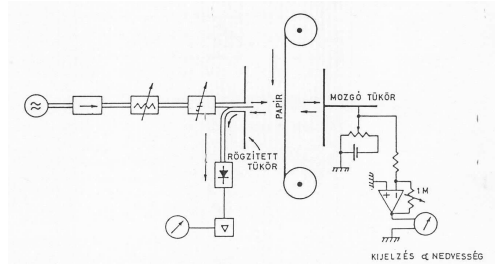


Mérési elrendezés szemes/granulált anyagok nedvességtartalmának folyamatos mérésére (transzmisszió/fázistolás).

43

43

## ANYAGOK NEDVESSÉGTARTALMÁNAK MÉRÉSE MIKROHULLÁMÚ MÓDSZERREL

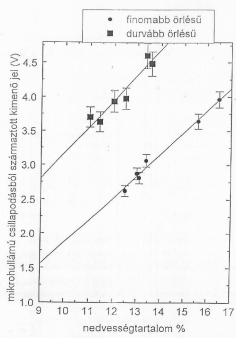


Mérési elrendezés papír, textil, fa, farostlemez, stb. nedvességtartalmának folyamatos mérésére (reflexiós-módszer).

44

44

## NEDVESSÉGMÉRÉS MIKROHULLÁMÚ ABSZORBCIÓVAL



Üveggyári homok nedvességtartalmának folyamatos (*on-line*) méréséhez szolgáló kalibrációs görbe (9,8 és 11,3 GHz).

45

45

VÉGE

46

46