Fabrication, Packaging and Characterization of ISFET's

Joel Molina R., Wilfrido Calleja A*., Mauro Landa V., Pablo Alarcón P. y A. Díaz S.

Instituto Nacional de Astrofísica, Optica y Electrónica. INAOE, Puebla.

Luis Enrique Erro #1 Apartado Postal 51 y 216. Tonantzintla Puebla, México.

ABSTRACT

In this work, electrochemical measurements on ISFET's fabricated with $SiO_2-Si_3N_4$ as gate dielectrics, are presented. This has been done by means of the Ids-Vds curves obtained as a function of the solutions' pH. A silicon chip including ISFET's was fabricated with a conventional aluminum-gate MOS technology. The chip was designed with the following devices: ISFET's, Aluminum gate MIS transistors with W/L dimensions equal to the ISFET structures, MIS capacitors, resistors, and diodes; this has been done in order to characterize the fabrication process. The chip layout was designed considering the use of a practical mounting and capping technique. Finally, we also describe a very practical encapsulating approach: In order to get a proper capping of the sensors against the corrsive chemical environment, we have utilized organic resins typically used for the fabrication process of IC's.

Key Words: ISFET, SiO₂-Si₃N₄, MOS Technology.

* wcalleja@inaoep.mx

RESUMEN

En este trabajo se reportan mediciones electroquímicas obtenidas en sensores químicos ISFET's fabricados con $SiO_2-Si_3N_4$ como dieléctricos de compuerta. Las mediciones se realizan mediante las curvas Ids-Vds en función del pH. El proceso de fabricación de los sensores se realizó con una tecnología MOS con compuerta de aluminio. El chip fabricado incluye los siguientes dispositivos: ISFET's, transistores MIS compuerta de aluminio cuyas W/L son iguales a las de los ISFET's, capacitores MIS con compuerta de aluminio, resistores y diodos; con el propósito de caracterizar el proceso de fabricación. El diseño del chip se realizó considerando una técnica de montaje y sellado de los sensores, la técnica de montaje y pruebas resultó funcional. Se presenta también una técnica de sellado del chip, para la protección de los sensores, utilizando una resina orgánica de uso común en Microelectrónica.

Palabras clave: ISFET, SiO₂-Si₃N₄, Tecnología MOS.

* wcalleja@ inaoep.mx

Fabricación, Montaje y Caracterización de ISFET's

Joel Molina R^{*}., Wilfrido Calleja A., Mauro Landa V., Pablo Alarcón P. y A. Díaz S.

Instituto Nacional de Astrofísica, Optica y Electrónica. INAOE, Puebla.

Luis Enrique Erro #1 Apartado Postal 51 y 216. Tonantzintla Puebla, México.

En este trabajo se reportan mediciones electroquímicas obtenidas en sensores químicos ISFET's fabricados con $SiO_2-Si_3N_4$ como dieléctricos de compuerta. Las mediciones se realizan mediante las curvas Ids-Vds en función del pH. El proceso de fabricación de los sensores se realizó con una tecnología MOS con compuerta de aluminio. El chip fabricado incluye los siguientes dispositivos: ISFET's, transistores MIS compuerta de aluminio cuyas W/L son iguales a las de los ISFET's, capacitores MIS con compuerta de aluminio, resistores y diodos; con el propósito de caracterizar el proceso de fabricación. El diseño del chip se realizó considerando una técnica de montaje y sellado de los sensores, la técnica de montaje y pruebas resultó funcional. Se presenta también una técnica de sellado del chip, para la protección de los sensores, utilizando una resina orgánica de uso común en Microelectrónica.

Palabras clave: ISFET, SiO₂-Si₃N₄, Tecnología MOS.

* wcalleja@inaoep.mx

I.- INTRODUCCIÓN

En 1970, Piet Bergveld [1] desarrolló un dispositivo de estado sólido capaz de medir la actividad iónica de medios ambientes biológicos y electroquímicos tal como el registro del nivel de pH de alguna solución. Este dispositivo fue denominado por Bergveld como ISFET y su principio de operación es similar al de un transistor MOS. A diferencia de un transistor MOS, el ISFET no posee el electrodo metálico de compuerta y el dieléctrico de esta misma región se expone directamente a la a medir [2]. Las características solución electroquímicas del ISFET son afectadas por la actividad iónica del electrolito, generándose un electrolito-dieléctrico interfacial potencial dependiente de pH: $\boldsymbol{\varphi}_o = f(pH)$ [3].

Las características operacionales básicas a cumplir para estos dispositivos son 2 principalmente: que el dieléctrico superficial en la región de compuerta del ISFET tenga la mayor *sensibilidad* posible con el fin de detectar rápida y de manera reproducible, los valores mínimos de pH de las soluciones a analizar, y que el material dieléctrico seleccionado desarrolle la mínima cantidad posible de *deriva e histéresis* durante las mediciones, lo cual es importante si se desea utilizar ISFET's para mediciones de pH a largo plazo. Esta última condición los hace viables en el campo biomédico [4].

Actualmente los sensores químicos se utilizan en amplios sectores de la industria y la medicina, por lo que este campo de investigación se encuentra en constante desarrollo, para optimizar su fabricación [5], las pruebas de rendimiento y su integración en sistemas electrónicos [6, 7]

En este trabajo se presenta la fabricación de un chip de pruebas básico para sensores de iones tipo ISFET. De manera particular se describe el arreglo geométrico del chip y las consideraciones para su posterior montaje y protección (encapsulado básico), que permiten realizar las mediciones electroquímicas en soluciones pH. A pesar de su importancia, este tipo de trabajos relacionados con el montaje y protección de los sensores, son poco difundidos.

II.- ESTRUCTURA DEL ISFET

La estructura de los sensores de pH fabricados se muestra en la figura 1. Se observa de esta figura una vista transversal general de los materiales utilizados durante la fabricación del dispositivo, así como la disposición geométrica de las regiones activas de fuente, drenaje y compuerta del transistor, las cuales deben distribuirse de tal forma que se asegure una adecuada protección de la estructura general del ISFET durante las mediciones. Esto es importante ya que las soluciones demasiado ácidas pueden dañar la integridad física del sensor (especialmente en las regiones de los contactos eléctricos).



Figura. 1.- Representación esquemática del ISFET fabricado.

En nuestro diseño, se trazan pistas "largas" para las regiones altamente dopadas n+ de fuente y drenaje, que conectan a la región sensible con la región de contactos eléctricos.

Un diagrama esquemático del ISFET fabricado se muestra en la figura 2, donde se ilustran las principales regiones del chip (CI).



Figura 2.- Esquema simplificado de la distribución geométrica de un ISFET dentro del área del chip.

El patrón geométrico (layout) utilizado para la fabricación del chip se muestra en la figura 3, en éste se muestran los ISFET's así como los otros dispositivos de prueba.



Figura 3.- Patrón geométrico (layout) general.

En ésta figura 3 se presenta la distribución geométrica de cuatro ISFET's en el circuito integrado (CI), en la región opuesta a los dispositivos de prueba. Las estructuras de prueba son: una barra para medir la resistencia de las difusiones "largas" n+, capacitores MIS para la caracterización eléctrica de los materiales dieléctricos, así como transistores MIS con geometrías W/L iguales a las utilizadas en los ISFETs. Los ISFET's fabricados presentan las siguientes dimensiones de compuerta (en μ m): W₁/L₁= 600/30, W₂/L₂= 1000/40, W₃/L₃= 900/30 y W₄/L₄= 800/20. De manera breve se listan a continuación, las etapas principales del proceso de fabricación en base a una tecnología MOS con compuerta de aluminio y ocho etapas de litografia.

El material inicial para la fabricación de los ISFET's consiste en obleas de silicio tipo P de resistividad entre 2.5–5 Ω -cm y orientación cristalina (1 0 0):

 1.- Mascarilla 1: definición de ventanas para la implantación de boro creando el anillo de guarda p+.
 2.- Mascarilla 2: definición de un marco de óxido para la alineación de la mascarilla 3.

3.- *Mascarilla 3*: definición de ventanas para la implantación de fósforo creando las regiones activas de fuente y drenaje n+.

4.- *Mascarilla* 4: definición de ventanas sobre la región de compuerta de los transistores para crecer y depositar SiO₂ y Si₃N₄ respectivamente.

5.- *Mascarilla* 5: grabado de los materiales dieléctricos depositados previamente para definir contactos eléctricos hacia las regiones activas.

6.- *Mascarilla* 6: grabado de aluminio definiendo los pad's de contacto hacia las regiones activas.

7.- *Mascarilla* 7: posterior a un depósito por plasma de SiC, se utiliza esta mascarilla para grabar el SiC y descubrir los pad's de aluminio anteriores.

8.- *Mascarilla 8*: mediante grabado seco se retira la película de SiC que protege las áreas activas del sensor, así se definen las regiones dieléctricas de compuerta de los ISFET's.

Con esta etapa finaliza el proceso de fabricación. El chip está listo para caracterizarse a nivel oblea. Después se realizarán las etapas de corte del chip, montaje y encapsulado. Una de las grandes ventajas que estos dispositivos presentan con respecto a otros sistemas de medición de pH es, aparte de su reducido tamaño, la capacidad de integración de la electrónica de procesamiento y control dentro del mismo chip. Lo anterior es posible porque estos sensores químicos pueden ser diseñados y fabricados con la tecnología convencional de fabricación de circuitos integrados, y en nuestro caso, con la tecnología C-MOS del Laboratorio de Microelectrónica del INAOE [8].

III.- MONTAJE Y ENCAPSULADO DE LOS ISFET's

La figura 4 muestra un chip que ha sido montado y encapsulado en un soporte especialmente diseñado para realizar las mediciones electroquímicas. También se muestran los conectores utilizados para la polarización de las regiones activas de los sensores. A continuación se describe este procedimiento.



Figura 4.- Montaje del ISFET para su caracterización electroquímica.

En esta etapa se tiene el objetivo de lograr un montaje estable de los dispositivos en un circuito impreso, el cual sirve de interconexión y soporte para las mediciones electro-químicas. El circuito impreso así como el montaje del ISFET se muestra en la figura 5.



Figura 5.- Montaje de un chip (4x4 mm) al circuito impreso.

Cada circuito impreso consta de 5 pistas de conexión hacia el chip, por lo que es posible utilizar dos ISFETs de cada uno de los dados. Las conexiones se hacen a fuente y drenaje para dos sensores y el contacto a sustrato es común, siendo éste por la parte superior del dado (ver figura 1). La polarización de compuerta se hace a través de un electrodo de referencia, tal como se muestra en el esquema de la figura 8. El objetivo del electrodo de referencia es el de establecer un potencial estable y reproducible dentro de la solución a analizar, a partir del cual pueda generarse un canal de conducción entre la fuente y el drenaje del ISFET. Esto es, la función del electrodo metálico convencional de compuerta de un transistor MOS, es desempeñada ahora por este electrodo de referencia.

La protección parcial de los ISFETs y de las pistas en la baquelita se realiza mediante la aplicación de fotoresist negativo. Este material es un polímero fotosensible, muy resistente a las soluciones ácidas, y comúnmente se utiliza como enmascarante durante los grabados de los óxidos depositados sobre las obleas de silicio. El fotoresist se aplica sobre toda la superficie de la baquelita con el chip, y mediante un proceso de litografía con luz UV, se descubren las regiones de compuerta, quedando así libres para la detección de pH. Este proceso de encapsulamiento tiene la ventaja de ser muy sencillo y se describe en la figura 6.



Figura 6.- Procedimiento de encapsulado de los ISFET's.

Debido a que la calidad del fotoresist se degrada con las inmersiones en las soluciones iónicas, se recomienda realizar las mediciones de pH lo más rápidamente posible. Lo anterior evita que los alambres de aluminio (los cuales conectan eléctricamente los contactos del chip hacia el soporte) se disuelvan con las soluciones y que las pistas de contacto del circuito impreso se deterioren.

IV.- MEDICIONES ELÉCTRICAS EN LOS TRANSISTORES

Antes de realizar las mediciones de pH con los sensores fabricados, es necesario caracterizar eléctricamente algunos dispositivos de prueba que aseguren el correcto funcionamiento tanto de los materiales como de los dispositivos que forman los ISFET's. Esto se logra mediante la caracterización eléctrica de los transistores con compuerta de aluminio, fabricados en conjunto con los ISFET's. Básicamente, se obtienen las curvas *Ids-Vgs* e *Ids-Vds* de los transistores, las cuales se muestran en la figura 7.



Figura 7.- Curvas I-V obtenidas a nivel oblea para los transistores MIS fabricados en conjunto con los ISFET's.

V.- ESQUEMA DE MEDICIONES DE pH

El régimen usual de operación de un ISFET es el modo de corriente I_{DS} en saturación, para un voltaje de polarización V_{GS} constante, dejando a V_{DS} como la única fuente de polarización variable (curvas *Ids-Vds*). Un esquema general de medición se muestra en las figuras 8 y 9.



Figura 8.- Esquema de mediciones de pH con los ISFET's fabricados.



Figura 9.- Curvas I-V ideales de un ISFET para diferentes valores de pH.

VI.- MEDICIONES PRELIMINARES DE pH

Las mediciones *Ids-Vds* se obtuvieron bajo condiciones de oscuridad a temperatura ambiente para soluciones buffer de pH = 4, 7 y 10. Los resultados de esta primera caracterización electroquímica se muestran en las figuras 10 y 11.

De la figura anterior, se encuentra que los niveles de corriente Ids en saturación del ISFET, resultan proporcionales y reproducibles en función de los niveles de pH de cada solución analizada bajo las mismas condiciones de polarización.

En estos experimentos realizados durante períodos de al menos tres horas, la protección con la resina resulta efectiva, ya que las mediciones son controlables y sistemáticamente reproducibles. No se observa corrosión en las pistas de cobre o bién en los alambres que interconectan a los pads con dichas pistas. Es importante mencionar que este estudio, con nuestra técnica de distribución de pads y su protección con resina negativa, es a nivel piloto y para estudios de laboratorio, con bajo costo. Pruebas electroquímicas a largo plazo se desarrollarán utilizando como capa de protección resinas epóxicas comerciales.



Figura 10.- Curvas *Ids-Vds* para ISFET's con diferentes dimensiones de compuerta W/L.



Figura 11.- Curvas *Ids-Vds* obtenidas para un mismo ISFET sumergido en soluciones buffer con niveles de pH=4, 7, 10.

REFERENCIAS

 P. Bergveld, "Developments of an ion-sensitive solidstate device for neuro-physiological measurements", *IEEE Trans. Biomed. Eng.*, vol. BME-17., pp. 70-71, Jan. 1970.
 R. G. Kelly, et. Al., "Microelectronic ion sensors: A

[2] R. G. Kelly, et. Al., "Microelectronic ion sensors: A critical survey", IEE Proc., vol. 132, No. 5, pp.428, Oct. 1985.
 [3] M. J. Madou and S. R. Morrison, "Chemical sensing

[5] With solid state devices", Academic Press, 1988.
 [4] A. Errachid, et. al., "New technology for multi-sensor

[4] A. Errachid, et. al., "New technology for multi-sensor silicon needles for biomedical applications", Sensors and Actuators B78, pp. 279, 2001.

[5] M. Grattarola, et. al., "Modeling H+ sensitive FET's with SPICE", IEEE Trans. El. Dev., Vol. 39, No. 4, pp. 813, 1992.
[6] J. C. Chou, et. al., "Study on the temperature effects of Al2O3 gate pH-ISFET", Sensors and Actuators B81, pp. 152, 2002.

[7] A. Baldi, et. al., "Electrostatic discharge sensitivity tests for ISFET sensors", Sensors and Actuators B80, pp. 255, 2001.

[8] S. Fuentes, et. al., "Fabricación de circuitos integrados en México", Ciencia, México, Vol. 45, pp. 127, 1992.