

DISS. ETH No. 14511

**CMOS SINGLE-CHIP GAS
DETECTION SYSTEM
COMPRISING CAPACITIVE,
CALORIMETRIC AND
MASS-SENSITIVE MICROSENSORS**

A thesis submitted to the
SWISS FEDERAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY ZURICH

for the degree of
DOCTOR OF TECHNICAL SCIENCES

presented by
CHRISTOPH HAGLEITNER
DIPL.-ING. ETH ZURICH
BORN MAY 1, 1973
CITIZEN OF AUSTRIA

accepted on the recommendation of
Prof. Dr. H. Baltes, examiner
Prof. Dr. J. H. Huijsing, co-examiner
Dr. A. Hierlemann, co-examiner

2002

ABSTRACT

Research activity in chemical gas sensing is currently directed towards the search for highly selective (bio)chemical layer materials and towards the design of arrays with different partially selective sensors that provide input for subsequent pattern recognition and multi-component analysis [1, 2, 3]. The array-approach was realized in this work by combining sufficiently diverse transducers with commercially available sensitive layers for gas detection and quantification. Simultaneous use of various macroscopic transduction platforms has been previously demonstrated [4]. The rapid development of integrated circuit (IC) technology has facilitated the fabrication of planar chemical sensors, and has enabled sensor miniaturization by providing the tools to fabricate three-dimensional mechanical structures realized in microelectromechanical system (MEMS) technology.

This thesis reports on the design, fabrication and test of the first single-chip chemical microsensor system that incorporates three different micromachined transducers (mass-sensitive, capacitive and calorimetric) to detect airborne volatile organic compounds (e.g. alcohols or organic solvents). The sensors rely on polymeric layers to measure mass changes, changes in the dielectric properties, and enthalpy changes all of which are caused by analyte absorption. The system is fabricated in industrial CMOS technology followed by post-CMOS micromachining. The chip communicates only via a serial two-wire bus-interface (I²C-bus [16]¹) without transmitting or receiving analog signals. The design and optimization of the transducers has been treated in detail elsewhere [36, 48, 80]. The focus of this thesis is on the overall system and the circuitry needed to bias the sensors, to acquire the sensor responses, to convert them into digital signals, and to send them to a signal processing system.

After an introduction in Chapter 1, Chapter 2 describes the system aspects of the gas sensor. The chip/system interface between on-chip and off-chip components and the principles of gas detection based on polymeric layers are detailed. Some general considerations for the design-flow of single-chip sensor systems are pre-

1. References are ordered by topic and not by occurrence in the text

sented. This is followed by the description of the fabrication-process and the methods for system testing. Chapters 3 to 5 describe the working principles of the single sensors and the circuitry that was developed for monolithic integration of biasing, amplification, A/D-conversion and digital preprocessing of the sensor signals.

The resonant cantilever employed for mass-detection is used as the frequency-determining element in an oscillator circuit. This way, the high Q-factor of the cantilever is enhanced and allows for a detection limit of, e.g., 0.1 ppm for octane. Limiting the oscillator signal leads to a digital signal that can be decimated by comparing its period to the period of the external clock signal using a counter.

The dielectric properties of the analyte are measured by monitoring the capacitance change of a polymer-coated interdigitated capacitor upon analyte absorption. The capacitance change is recorded by incorporating the sensor into a switched capacitor $\Sigma\Delta$ -modulator. The output signal is a bit-stream that can be decimated using a counter. The modified modulator developed in this thesis leads to a monolithic implementation with a detection limit of, e.g., 3 ppm for ethanol.

The heat of absorption is measured by monitoring the temperature difference of a polymer-coated membrane and the silicon substrate. The small voltage generated by polysilicon/aluminum thermocouples with their hot contact located on the membrane and the cold contacts placed on the substrate is first amplified by a low-noise chopper amplifier and then A/D-converted using a second-order $\Sigma\Delta$ -modulator with a digital decimation filter to achieve an overall resolution of 12 bits. The detection limit of the calorimetric sensor is, e.g., 40 ppm for toluene.

Chapter 6 describes the voltage and current references that were developed in order to bias the sensors and provide the A/D-converters. All references are based on the bandgap voltage of monocrystalline silicon. The bandgap voltage is generated by compensating the temperature dependent base-emitter voltage of a diode-connected bipolar transistor. A temperature sensor, which is also integrated on the chip is presented. The temperature sensor offers a temperature resolution of 0.1 degrees and is needed since the absorption behavior of polymers is highly temperature dependent. Finally, Chapter 7 is dedicated to application examples of the multisensor chip, which include laboratory experiments for ppm-level detection of organic volatiles are shown and a handheld system that incorporates up to six identical chips coated with different sensitive layers.

ZUSAMMENFASSUNG

Die aktuelle Forschung an polymerbasierten Gassensoren versucht einerseits, neue hochselektive biochemische Materialien zu entwickeln und andererseits, Sensorarrays mit verschiedenen, aber nur teilweise selektiven Sensoren und anschliessender Mustererkennung oder Multikomponentenanalyse einzusetzen [1, 2, 3]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Array-Ansatz gewählt, um mit Hilfe verschiedener Sensoren und mit handelsüblichen Polymerschichten ein System zur qualitativen und quantitativen Analyse von Gasgemischen zu entwickeln. Die gleichzeitige Anwendung von verschiedenen Sensortypen wurde bereits früher gezeigt [4], aber erst der schnelle Fortschritt bei den modernen Halbleiterprozessen ermöglichte die Entwicklung von 3-dimensionalen mechanischen Strukturen auf der Basis der Mikrosystemtechnik (MEMS) und damit die Miniaturisierung der Sensorarrays.

Die vorliegende Arbeit beschreibt das Design, die Herstellung und die Charakterisierung des ersten monolithisch integrierten Mikrosensorsystems mit drei verschiedenen Typen von mikromechanisch hergestellten Gassensoren (massensensitiv, kapazitiv, kalorimetrisch) zur Detektion von flüchtigen organischen Substanzen in der Gasphase. Alle drei Sensortypen basieren auf Analytaborption in einer dünnen Polymerschicht und den entsprechenden Veränderungen der Polymereigenschaften. Der Chip wird mit industrieller CMOS-Technologie hergestellt. Anschliessend werden die Sensorstrukturen mit Hilfe von mikromechanischen Verfahren fertiggestellt. Die erfassten Daten werden digital mit einer seriellen Schnittstelle (I2C-bus, [16]) übertragen. Das Design der einzelnen Sensoren wurde bereits in anderen Arbeiten beschrieben [36, 48, 80]. Diese Arbeit befasst sich mit den Systemaspekten sowie den integrierten Schaltungen, die die Sensoren mit Spannung bzw. Strom zu versorgen, die Sensorsignale verstärken, filtern und digitalisieren und die Resultate schliesslich an ein Datenverarbeitungssystem übermitteln.

Nach einer kurzen Einführung (Kapitel 1), werden im zweiten Kapitel die Systemaspekte beschrieben. Dazu gehören die Definition der Schnittstellen zwischen monolithisch integrierten und externen Schaltungsblöcken, die Prinzipien der polymerbasierten Gassensoren, der Design-Ablauf, die Herstellungstechnologie und die entsprechenden Testverfahren.

Die Kapitel 3 bis 5 beschreiben die drei verschiedenen Sensortypen, die auf dem Chip kombiniert wurden. Zuerst wird jeweils das Funktionsprinzip der drei Sensoren erklärt, dann folgt eine Beschreibung der verschiedenen Schaltungsblöcke, angefangen von der Versorgung der Sensoren, über Verstärker und Analog/Digital-Wandler bis zur digitalen Signalverarbeitung.

Der resonante Biegebalken zur massensensitiven Gasanalyse wird als frequenzbestimmendes Element in eine Oszillatorschaltung eingebunden. Durch die Rückkopplung wird der Q-Faktor erhöht und es konnte eine Auflösungsgrenze von z.B. 0.1 ppm Oktan erreicht werden. Durch die eingebaute Amplitudenbegrenzung erhält man am Ausgang ein digitales Signal, dessen Frequenz sehr einfach mit einem Zähler, dessen Laufzeit vom bekannten Taktsignal des Chips abgeleitet wird, bestimmt werden kann.

Die dielektrischen Eigenschaften der Analytgase werden als zeitliche Veränderung eines mit Polymer beschichteten Fingerkondensators erfasst. Hierzu wird der Sensor in die Eingangsstufe eines $\Sigma\Delta$ -Modulators integriert. Das 1-bit Ausgangssignal kann sehr einfach mit einem Zähler ausgelesen werden. Der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Modulator erreicht eine Auflösung 18 Bit bei einer Bandbreite von 1 Hz. Dies entspricht einer Nachweisgrenze von z.B. 3 ppm Ethanol.

Die Absorptionswärme wird als Temperaturdifferenz zwischen einer thermisch isolierten Membran und dem Siliziumsubstrat gemessen. Die Spannungen liegen im Mikrovolt-Bereich und werden zuerst von einem rauscharmen Chopper-Verstärker um einen Faktor von bis zu 6500 verstärkt und dann mit Hilfe eines $\Sigma\Delta$ -A/D-Wandlers in ein digitales Signal konvertiert. Nach dem Dezimationsfilter erreicht das System eine Auflösung von 12-bit. Die Nachweisgrenze des kalorimetrischen Sensors liegt bei 40 ppm Toluol.

Kapitel 6 dieser Arbeit beschreibt die Spannungs- und Stromquellen, die auf dem Chip integriert wurden, da keine externen Referenzen zur Verfügung stehen. Alle Spannungen und Ströme werden von der temperaturabhängigen Basis-Emitter-Spannung eines Bipolartransistors (Bandgap-Prinzip) abgeleitet. Zusätzlich wurde noch ein Temperatursensor, der nach demselben Prinzip aufgebaut ist, auf dem Chip integriert, da das Absorptionsverhalten von Polymeren stark temperaturabhängig ist. Der Temperatursensor erreicht eine Genauigkeit von 0.1 Grad.

Das letzte Kapitel beschreibt zwei Anwendungsbeispiele: Laborexperimente nahe der Auflösungsgrenze der Sensoren und ein tragbares Analysegerät.