海洋温盐深高精度测量集成微纳传感器制备及测试

王振宇^{1,2}, 管轶华¹, 尹加文¹, 车啸婷¹, 邵晚蕾¹, 金庆辉^{1,2*}

1. 宁波大学信息科学与工程学院, 宁波 315211

2. 中国科学院上海微系统与信息技术研究所微系统技术国防重点实验室, 上海 200050

* 通信作者. E-mail: jinqinghui@nbu.edu.cn

收稿日期: 2021-07-25; 修回日期: 2021-08-26; 接受日期: 2021-09-14; 网络出版日期: 2022-03-04

微系统技术国防重点实验室开放基金(批准号: 6142804190105)、宁波大学“海洋生物技术与海洋工程”学科群基金和宁波大学王宽诚基金资助

摘要 海洋传感器技术在海洋军事作战领域发挥着重要的作用, 随着人类探索海洋的未知领域, 海洋传感器技术逐渐发展, 但现阶段发展不完全, 主要依赖进口, 国产化率低. 海水的温度、盐度、深度(温盐深)是海洋环境测量的基本参数, 目前国内温盐深三参数传感器体积大、设备复杂、集成度低, 难以满足实时在线检测的需求. 本文基于微机电系统(MEMS)技术, 制备了一批用于海洋温度、电导率和压力检测的温盐深集成微纳传感器, 其中温度测量采用PT8000铂电阻传感器, 盐度测量采用四电极法电导率传感器, 深度测量采用压阻式压力传感器, 通过离子注入工艺控制掺杂浓度形成压力敏感电阻, 硅片下表面经过湿法腐蚀工艺形成压力形变所需的空间, 最后键合硅片和玻璃制备出压力传感器, 三参数传感器的制备工艺全兼容, 具有较高的批量一致性. 对于压力传感器, 利用COMSOL仿真软件确定合适的传感器参数, 得到0~10 MPa下的宽范围量程, 以满足1000 m水深检测的需求. 利用嵌入式系统原理开发了针对制备的温盐深传感器的采样和读出电路, 其中温度传感器的电阻为 $8231 \pm 100 \Omega$, 灵敏度为 $32.101 \Omega/^{\circ}\text{C}$, 测量准确度达到 $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$; 电导率传感器的电导池参数为 2.594 cm^{-1} , 测量准确度为 $\pm 0.05 \text{ mS/cm}$, 与温度传感器联合测量消除了温度对电导率的影响; 压力传感器的压敏区域构成了惠斯通(Wheatstone)电桥模型, 消除了温度对压敏电阻的影响, 采用矩形形变膜片, 提高了压力线性度, 传感器的测量准确度达到0.01 MPa, 非线性误差为0.366%, 重复性误差为0.376%, 迟滞性误差为0.188%. 结果表明, 本文制备的温盐深传感器精度高、尺寸小、集成度高、可批量制造, 适用于海洋温盐深参数精确定点测量的需求.

关键词 海洋传感器, 温盐深, 微纳集成制造, 高精度测量

引用格式: 王振宇, 管轶华, 尹加文, 等. 海洋温盐深高精度测量集成微纳传感器制备及测试. 中国科学: 信息科学, 2022, 52: 553–566, doi: 10.1360/SSI-2021-0248

Wang Z Y, Guan Y H, Yin J W, et al. Fabrication and test of integrated micro-nano sensors for high precision measurement of ocean temperature-salinity-depth (in Chinese). Sci Sin Inform, 2022, 52: 553–566, doi: 10.1360/SSI-2021-0248

1 引言

海水温度、盐度、深度是海洋基本水文信息的 3 个重要参数^[1], 海洋中的各种现象或过程几乎都与海水的温度、盐度、深度的时空分布直接或间接相关, 其重要性在海洋军事作战中不可忽视. 因此, 迫切需要研制一种可靠的传感装置对海洋同一水域精确位点的温度、盐度、深度参数, 进行实时检测.

在海洋气象检测中, 需要实现在线检测多水域中温、盐、深参数的变化, 这些传感装置不仅要具有可靠的性能, 而且要满足体积小、方便回收、且功耗低, 可以在较长时间内工作, 而绝大多数的 CTD (conductivity temperature depth) 传感器多是基于电缆式、船体固定式、拖曳式, 其设备复杂、体积巨大, 集成度低. 另外, 在天然海水中, 生物污垢或微生物容易附着在传感器表面, 导致传感器漂移, 所以需要传感器有一定的耐腐蚀能力, 许多 CTD 传感装置很难满足此类要求. Kaidarova 等^[2]报道了一种柔性 CTD 传感器制造技术, 在柔性聚酰亚胺材料上激光印刷制造温、盐、深传感器, 但是该材料不能长时间暴露在海水中, 且不易封装集成. MEMS (micro-electro-mechanical system) 传感器具有体积小、批量一致性高等优点, 是海洋温盐深在线检测的一种可靠传感装置. Pascal 等^[3]报道了一种微纳制造工艺的温、盐传感器, 该传感器通过在玻璃基底上溅射铂材料形成, 测量结果表明电导率和温度的测量精度分别为 0.03 mS/cm, 0.005°C. Sujit 等^[4]提出了一种基于硅晶体压阻效应的 MEMS 压力传感器, 其使用惠斯通电桥 (Wheatstone bridge) 提高传感器的电压灵敏度和降低温度灵敏度, 但是其测量压力的量程仅在 200 kPa 以下. Broadbent 等^[5]提出了一种低成本的 CTD 传感器, 使用印刷电路板技术, 将 MEMS 制造的温度、盐度、压力传感器集成在 PCB (printed circuit board) 上, 电导率、温度、压力传感器的精度分别为 1.47%, 0.546°C 和 0.02 bar, 然而其仅是将制作好的各个传感器部件焊接在 PCB 板上, 没有做到工艺上的高度集成性. 为了满足长期在线检测海洋中温盐深参数的需求, 有必要解决上述问题.

本文报道了一种高度集成的海洋 CTD 传感器, 其通过微机电系统 (MEMS) 技术加工, 可以工作在 1000 m 水深的环境中, 其中温度测量选用铂电阻材料, 具有易于制作、性能稳定、线性度好等优点. 由于四电极电导池能有效地避免极化阻抗, 且具有超微结构、导流空间大、距离短、抗污染能力强等特点, 十分适合长期在线式测量, 所以电导率传感器采用四电极式电导池, 通过外加电场感生电流, 电流的大小取决于溶液中离子的数量, 检测的输出电压与被测介质的电导率成正比. 而压力测量基于 P 型硅掺杂的压阻式惠斯通电桥传感方案^[6], 其压力线性度优于电容式压力传感器^[7], 且通过 COMSOL 仿真确定膜片厚度以满足深海压力测量环境, 因此, 本文将系统地研究所设计的传感器在不同温度、电导率、压力的水环境中的传感行为, 以验证基于 MEMS 技术制备传感器的有效性和可行性. 此外, 本研究将重点讨论压阻膜片厚度和结构对传感器输出特性的影响原理.

2 芯片设计

本文利用 MEMS 技术, 研制了一种适用于深海环境测量的硅玻璃结构温盐深三参数集成微纳传感器. 如图 1(a) 所示, 传感器由 4 英寸 (100) 晶向晶圆制成, 由于金属铂的电阻率随温度具有优异的线性关系, 因此选择铂作为测温电极和电导率四电极, 其位于压力传感区域左右两端, 测温电极为蛇形排列的金属铂, 而四电极电导率传感器为右侧圆环状结构区域. 压力测量选用离子注入工艺掺杂的 P 型硅电阻作为压力敏感元件. 此外, 采用硅-玻璃双层结构, 如图 1(b) 芯片横截面图所示, 内部硅片挖空和玻璃键合形成的微型结构提供了压力膜片受外力挤压时的形变区域^[8], 且在传感器表面制备了氮化硅薄膜, 提升传感器的耐腐蚀能力. 如图 1(d) 所示, 为了将电阻改变量转换为敏感的电压输出

图 1 (网络版彩图) 芯片结构及工作环境. (a) CTD 传感器示意图; (b) 芯片剖面图; (c) 工作环境; (d) 压力膜片及掺杂区域图

Figure 1 (Color online) Chip structure and working environment. (a) Schematic of the CTD sensor; (b) chip profile; (c) working environment; (d) pressure diaphragm and doping area diagram

量, 并且降低温度对电阻的影响, 压力传感器设计成上下左右对称分布的 4 条蛇形排列的压阻条, 其位于膜片受压力形变的最大应力区域, 形成惠斯通四桥臂压力电阻, 而压力敏感膜片设计成矩形膜片, 从而改善压力线性度. 如图 1(c) 所示, 测量时将芯片直接放置于水体中, 温度电极与水体直接接触, 温度电极两端的电阻与水体温度呈线性关系, 而电导率传感器通过外侧两端电流电极在水体中形成交变电场, 其中心两端电压电极测量水体的电场电势, 得到水体电导率, 中心区域的压力电极能将不同深度的水体压力转换成电压信号供外界读出.

3 理论分析

在接触式测量温度中, 常用电阻温度传感器的电阻属性作为温度敏感元件^[9], 其温度系数一般为正值, 在一定温度范围内, 阻值与温度近似呈线性关系, 由于铂电阻测温范围宽、精度高、结构简单易于集成, 所以将其应用于海水温度测量中, 在电阻-温度模型中, 其电阻可表示为

$$R = \frac{U}{I} = \rho \frac{l}{s} = KT + b, \quad (1)$$

其中, U 和 I 分别为施加在铂电阻两端的电压和电流, ρ 为金属铂的电阻率, l 和 s 是设计的 PT 电阻丝的长度和横截面积, T 为接触海水的温度, K 和 b 为 PT 电阻与接触海水的线性方程的斜率和截距, 通过蛇形排列电阻丝, 能够增加其长度, 从而得到较大阻值的 PT 电阻, 理论上, 更大的阻值基数在小范围的温度变化中能产生阻值的巨大变化.

由于海水的盐度与电导率呈一定的线性关系, 通常通过测量海水的电导率来标定其盐度, 在电导率测量中, 有两电极、四电极、七电极体系, 其中四电极体系因为其将电流电极和电压电极分开, 有效地避免了极化阻抗的影响^[10], 常应用于海水电导率的测量, 如图 2(b) 所示, 当电导池浸泡于海水溶液

图 2 (网络版彩图) 传感器测量原理

Figure 2 (Color online) Schematic of sensor measurement. (a) Principle of the pressure sensor and Wheatstone bridge model; (b) conductivity measurement by the four-electrode method

时, 通过对第 1 电极和第 4 电极之间施加一定频率范围的交流电流信号, 在电极间会产生稳定的电场, 通过测量第 2 电极和第 3 电极的电势差即可得到如下公式:

$$G = \frac{1}{R} = \frac{1}{\rho} \times \frac{A}{L} = \sigma \times \frac{1}{K} = \frac{I}{U}, \quad (2)$$

其中 G 为海水电导, R 和 ρ 分别为海水阻抗和电阻率, A , L , K 分别为电导池面积、长度和电导池常数, σ 为海水电导率, I 和 U 分别为激励电流和电极间差分输出电压, 通过合理布置 4 个电极间距和长宽比, 所测海水电导率的灵敏度与范围也会越大。

单位水柱的液体, 其压强不同, 可以通过检测水体的压力得到水深, 而硅晶体具有各项异性的特点, 沿着晶体的不同方向施加拉力或压力^[11, 12], 晶体的晶格产生形变, 引起载流子的迁移率发生变化, 所以其电阻率各不相同, 因此对硅进行不同浓度离子的掺杂, 可以制作出对压力敏感的电阻器, 如图 2(a) 所示, 将其在硅片上按照力学规律组合排列, 形成压力传感器, 若将硅晶体的应力轴沿着电阻轴线, 可得简化的压阻效应公式:

$$\frac{\Delta R}{R} = \pi_l \sigma_l + \pi_t \sigma_t, \quad (3)$$

其中 R 是电阻器的电阻, 下标 l 和 t 是电阻轴的纵向与横向应力方向, σ 是应力, π 是压阻率方向张量。通过将 π_l 和 π_t 变化到原始全空间坐标系中, 可以得到

$$\pi_l = \pi_{11} - 2(\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})(l_1^2 m_1^2 + l_1^2 n_1^2 + m_1^2 n_1^2), \quad (4)$$

$$\pi_t = \pi_{12} + (\pi_{11} - \pi_{12} - \pi_{44})(l_1^2 l_2^2 + m_1^2 m_2^2 + n_1^2 n_2^2), \quad (5)$$

其中 (l_1, m_1, n_1) 和 (l_2, m_2, n_2) 是纵向电阻器方向与晶轴以及横向电阻器方向与晶轴之间的方向余弦集合。若电阻器沿 (100) 晶向硅片中的 $[110]$ 方向, 则

$$\pi_{l,110} = \frac{1}{2}(\pi_{11} + \pi_{12} + \pi_{44}), \quad (6)$$

$$\pi_{t,110} = \frac{1}{2}(\pi_{11} + \pi_{12} - \pi_{44}). \quad (7)$$

表 1 COMSOL 仿真中压阻式压力传感器的材料特性

Table 1 COMSOL simulation of material characteristics of piezoresistive pressure sensors

Material	Parameter	Default value
P-type silicon	Density	2330 kg·m ⁻³
	Dielectric constant	4.5
	Resistivity	7.8 Ω·cm
N-type silicon	Density	2330 kg·m ⁻³
	Dielectric constant	4.5
	Resistivity	11.7 Ω·cm

将 P 型掺杂系数与 N 型掺杂系数带入其中可以得到,

$$\text{n-type: } \pi_l = -31.2, \pi_t = -17.6;$$

$$\text{p-type: } \pi_l = 71.8, \pi_t = -66.3.$$

可以看出, 对于 P 型掺杂的硅电阻器, 纵向与横向压阻系数大小近乎相等, 方向相反, 因此十分适合用于全桥应用中. 但是其系数大小相对于整体应力系数而言, 在所受应力大小相等时, 其固有着 8% 的系数偏差, 在低压测量环境中的小量程范围内可以忽略, 但是在深海压力的大量程范围下, 其影响不可忽视, 因此考虑矩形应变膜片代替方形应变膜片, 其具有固定长宽比例 l/w 系数下, 电阻轴长方向与宽方向应力大小 σ_l/σ_t 也成比例关系的优势, 因此下面结合仿真进行压阻式压力传感器的原理分析与设计.

4 仿真分析

因为传感器需要工作在严苛的深海环境中, 过大的压力与较小的应变薄膜厚度会导致芯片破裂, 若要获得较大的量程范围, 膜片的厚度需增加, 然而, 较厚的膜片又会引起应力的衰减, 从而单位应力引起的阻值增加与衰减量减小, 导致压力 - 电阻线性曲线斜率减小, 这是个系统问题, 因此, 在本文中采用有限元方法 (finite element method, FEM), 即 COMSOL 仿真软件来验证压力传感器的基本参数和特定量程范围内的最佳设计. 建立的模型使用了固体力学电流单层壳、压阻效应、边界电流. 压阻式压力传感器的材料特性和设计参数见于表 1 和 2 中. 其中边界条件如下.

图 3(a) 和 (d) 显示了在 10 MPa 压力下的方形隔膜与矩形隔膜的位移量, 可以看出, 最大位移发生在隔膜中心位置. 如图 3(b) 和 (e) 所示, 施加一定的压力, 在膜片边缘处会产生内部切向的最大纵向和横向应力, 其力的大小相等方向相反, 随着边界载荷压力的增加, 隔膜位移与内部应力逐渐增加, 若隔膜为方形膜片时, 长方向的横向应力大于宽方向的纵向应力. 当施加的压力为 10 MPa 时, 方形隔膜与矩形隔膜的最大位移分别达到了 0.6 和 0.7 μm , 而其内部应力最大分别为 1.2×10^8 和 1.5×10^8 N·m, 相较于硅晶体的杨氏模量 130 GPa, 其在正常形变范围内, 不会破损, 且隔膜内部应力与施加压力呈现良好的线性关系. 如图 3(c) 和 (f) 所示, 对于压力 - 电阻分析, 施加压力于隔膜上时, 掺杂区域阻值会随之改变, 由于内置了惠斯通电桥, 将电阻变化量转变成电压输出量, 从而获得压力与输出差分电压的关系. 图 4 展示了基于惠斯通电桥法的压力与输出电压的线性关系, 当电桥输入正端设置电势 4 V, 负端设置电势 0 V 时, 随着压力载荷的增加, 电桥输出的正负两端的电势差逐渐增加. 由于 P 型掺杂硅的泊松比与横纵向压阻系数的先天性差异, 且横纵向的压力电阻区域不一定位于应力中心点, 所以

图 3 (网络版彩图) 压力传感器 COMSOL 仿真结果

Figure 3 (Color online) COMSOL simulation result of the pressure sensor. (a) Displacement of the square diaphragm; (b) internal stress of the square diaphragm; (c) square diaphragm potential; (d) displacement of the rectangular diaphragm; (e) internal stress of the rectangular diaphragm; (f) rectangular diaphragm potential

引入了非线性误差, 约为 0.675%, 当采用矩形膜片时, 控制膜片的长宽比例为 1.08:1 时, 横向应力区域与纵向应力区域大小比例约为 1.08:1, 这补偿了部分泊松比与横纵向压阻系数的差异, 所以矩形膜片有效地减小了非线性误差, 约为 0.4%.

通过 MEMS 制造的微纳传感器的细节如下:

首先, 取 4 英寸厚度为 400 μm 的硅片, 将硅片置于清洗溶液中清洗. 将清洗好的硅片进行氧化处理, 制备一层 2 μm 厚的氧化层, 如图 5(a) 所示. 将氧化好的硅片背面涂上一层光刻胶并进行曝光, 把曝光后的硅片放入 FHD-320 溶液中, 从而掩模版的图形转印到硅片背面, 在硅片的正面涂胶, 对硅片正面涂胶保护后浸没到含有 BOE 溶液中, 将硅片背面的部分氧化层去掉, 效果图如图 5(b) 所示.

去除硅片上所有的光刻胶, 再将硅片置于含有 30% KOH 溶液中约 20h 异向腐蚀没有氧化层保护的部分的硅, 控制好 KOH 腐蚀时间, 腐蚀硅片深度约为 300 μm , 效果如图 5(c) 所示. 将硅片放置在 BOE 溶液中约 25 min, 去除所有氧化层, 便在硅片上制作了压力形变所需的腔体结构, 效果如图 5(d) 所示.

如图 5(e) 所示, 在湿法腐蚀后的硅片表面采用等离子体增强化学气相沉积 (plasma enhanced chemical vapor deposition, PECVD) 方法制备厚度为 60 nm 的 SiO_2 膜, 作为离子注入工艺的缓冲层. 再将硼离子作为离子源对轻掺杂区域进行离子注入, 控制掺杂浓度为 $1.32 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, 结深为 400 nm, 重

表 2 COMSOL 仿真中压阻式压力传感器的设计参数
Table 2 COMSOL simulation of design parameters of piezoresistive pressure sensors

Parameter	Description	Default value
H	Diaphragm thickness	50 μm
L	Diaphragm length	600 μm
W	Diaphragm width	600 μm
N_{d0}	Light doping concentration	$1.32\text{E}^{19} \text{ cm}^{-3}$
N_{d1}	Heavy doping concentration	$1.45\text{E}^{19} \text{ cm}^{-3}$
L_0	Length of square resistance on one side of the lightly doped region	65 μm
W_0	Width of square resistance on one side of the lightly doped region	5 μm
L_1	Length of square resistance on one side of the heavily doped region	20 μm
W_1	Width of square resistance on one side of the heavily doped region	20 μm
N_0	Number of square resistors on one side of the lightly doped region	6
N_1	Number of square resistors on one side of the heavily doped region	4
D_s	Knot deep	0.4 nm

图 4 (网络版彩图) 方形与矩形膜片压力输出仿真结果

Figure 4 (Color online) Simulation results of the pressure output of the square diaphragm and rectangular diaphragm

复对硅片进行重掺杂, 其中掺杂浓度为 $1.32 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, 然后进行高温退火, 以形成轻、重掺杂区域, 在需要引线引出区域做欧姆接触孔, 最后干法刻蚀去除 SiO_2 离子注入缓冲层, 最终效果如图 5(h).

用磁控溅射工艺在硅片正面生长一层 $100 \mu\text{m}$ 厚的金属铝, 然后进行高温退火, 连接金属铝与欧姆接触孔, 如图 5(i). PECVD 厚度为 100 nm 的 SiO_2 膜, 作为后续金属铂与硅片的绝缘层, 再用 lift-off 工艺制备金属铂 (200 nm) 与金属钛 (250 nm), 其为温度电极和电导率四电极, 如图 5(j) 和 (k).

因为传感器需要长期暴露于海水环境中, 氮化硅的物理特性十分稳定, 所以在硅片表面采用 PECVD 技术制备一层厚度为 500 nm 的 Si_3N_4 层, 其可以将温度电极及压力传感区域与海水接触部分绝缘, 不影响温度与压力测量机理, 然后兆声清洗表面的杂质, 最后将硅片与玻璃放置在键合机中键合 35 min , 形成 CTD 传感器芯片, 如图 5(l).

图 5 (网络版彩图) 芯片制备工艺流程

Figure 5 (Color online) Chip preparation process. (a) Silicon wafer oxidation; (b) etching silica; (c) etching silicon; (d) removing silica; (e) depositing silica as a masking layer; (f) lightly doping; (g) heavily doping; (h) removing the silica layer; (i) sputtering aluminum; (j) depositing silica as an insulating layer; (k) sputtering chromium and platinum; (l) anodic bonding

图 6 (网络版彩图) 温盐深传感器实物图

Figure 6 (Color online) Physical drawing of temperature salt and depth sensor. (a) Chip wafer; (b) chip dicing and package

5 结果和分析

基于上述工艺, 制备了一批温盐深传感器, 如图 6(a) 所示, 单片晶圆上可以一次性批量制备 42 个温盐深传感器, 保证了生产的一致性, 划片并贴片打线后的芯片如图 6(b) 所示, 为了证明传感器设计的可行性, 基于 ADUCM361 微控制器设计开发了温盐深三参数检测电路^[13], 如图 7(c) 所示. ADUCM361 内置了高精度双 24 位 Σ - Δ 型 ADC, 每个 ADC 均采用可编程增益放大器, 用于面向专用传感器检测,

图 7 (网络版彩图) 温盐深三参数传感器检测电路原理及实物

Figure 7 (Color online) Detection circuit principle and real object of the temperature-salt-depth three parameter sensor. (a) Schematic diagram of the four electrode conductivity measurement circuit; (b) schematic diagram of the conductivity measurement circuit; (c) temperature-salt-depth three parameter measuring circuit

其简化了外围电路, 且内核功耗仅 $290 \mu\text{A}/\text{MHz}$, 外围电路中温度检测选用单臂惠斯通电桥, 输出电压对应温度的变化, 对于压力检测, 传感器内部的全桥式惠斯通输出端电压直接对应了压力的大小, 进一步缩小了电路面积, 电导率检测采用创新性的同步采样技术, 如图 7(a) 和 (b) 所示, 将激励电压和电流的峰峰值幅度转化为直流值, 不仅提升了精度, 同时简化了 ADC 对于信号的处理, 最后微控制器计算输出数字信号, 通过 RS485 通信接口输出至上位机。

温盐深检测的测量系统主要包括以下两个装置, 压力校准装置 (压力控制精度和范围分别为 $\pm 0.001 \text{ MPa}$ 和 $0 \sim 60 \text{ MPa}$) 作为压力控制系统, 恒温水箱 (温度控制精度和范围分别为 0.01°C 和 $30^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$) 作为温度控制系统, 可配制的 KCl 溶液模拟不同盐度的海水。测试的细节步骤如下。

将 CTD 传感器放置在压力校准装置中, 通过旋转力臂施加压力于 CTD 传感器表面, 范围为 $0 \sim 10 \text{ MPa}$, 研究压力与输出电压的线性关系, 通过计算机读出电路输出数据。

如图 8 所示, 为了考察该压力传感器的批量一致性, 在相同实验环境下, 随机选择同一批次中 3 组压力传感器样本, 按照 0.5 MPa 的压力间隔均匀施加压力于压力传感器表面, 范围为 0 增加到 10 MPa , 连续进行 3 组实验, 取传感器芯片在每个压力测试点的平均值并依次计算出压力测量的偏差, 其输出电压随压力变化情况如图 8 所示, 不同样本中的曲线斜率高低主要原因是, 湿法腐蚀工艺导致压力膜片厚度不均, 且由于扩散工艺, 其难以保证四桥臂电阻分布均匀。截距的不相等主要原因是高温退火引入的内部预应力不等, 测量的不同样本同一压力下的输出电压最大绝对偏差达到了 32 mV , 误差

图 8 (网络版彩图) 压力传感器重复性及批量一致性
Figure 8 (Color online) Repeatability and batch consistency of pressure sensor

图 9 (网络版彩图) 压力测量滞回特性
Figure 9 (Color online) Hysteresis characteristics of pressure measurement

图 10 (网络版彩图) 压力传感器温漂效应
Figure 10 (Color online) Temperature drift effect of pressure sensor

为 9.3%, 保持了一定的批量一致性. 矩形膜片的压力传感器的非线性误差为 0.366%, 重复性误差为 0.376%. 如图 9 所示, 按照 0.5 MPa 的压力间隔从 0 施加到 10 MPa, 维持环境不变, 再减小至 0 MPa, 得到矩形膜片的滞回性误差为 0.188%. 与前述仿真结果相比, 由于离子注入工艺的高温退火条件引起了膜片内部的预应力, 所以真实压力输出的曲线斜率相较于模拟值下跌.

但是需要引起注意的是, 温度对于扩散电阻有着较大的影响, 一是零点温漂, 其与四桥臂电阻阻值精度有关; 二是温度带来的灵敏度温漂, 其中影响最大的是压阻系数随温度变化, 温度升高时, 压阻系数减小; 温度降低时, 压阻系数增大. 在对传感器进行了 3 组 20°C~30°C 温度梯度环境下的压力标定后, 如图 10 所示, 其影响效果显著, 输出值最大绝对误差为 9.8 mV, 相应的相对误差为 3%. 选取输出电压为 285 mV 时, 不同的温度影响条件下的压力进行拟合后得到温度 - 压力拟合公式为 $y = 0.036x + 7.3b$. 对于温度补偿, 可以选择的方案是, 根据查找表的方法, 通过后端电路 ADC 采样输出电压值, 而温度 - 压力拟合公式已知, 且传感器上内置的高精度温度传感器可以准确得到温度值, 代入查找表即可得到精确的压力数值.

图 11 (网络版彩图) 温度 - 电阻波动性

Figure 11 (Color online) Temperature-resistance fluctuation

图 12 (网络版彩图) 温度 - 输出电压线性关系

Figure 12 (Color online) Temperature-output voltage linear relationship

对于温度和电导率的测量, 首先配制 100 mL 的不同浓度 KCl 溶液, 其电导率范围为 0~60 mS/cm, 再将传感器置于装有 KCl 溶液的烧杯中, 其浸泡于恒温水箱, 温度为 30°C~40°C, 通过电路施加激励, 并输出响应值, 研究温度与电导率的耦合关系。

由前述分析可知, 设计的 PT 电阻丝长 400 mm, 宽 50 μm , 厚度为 100 nm, 室温 20°C 下的电阻率为 106 n Ω /m, 经过计算可以得到理论电阻值为 8000 Ω , 实际工艺上的偏差带来电阻丝物理尺寸上的不均匀, 所以其实际电阻值在 8000 Ω 上下波动。随机选择了 5 个温度传感器样本, 测量其阻值大小, 阻值分别为 8231, 8164, 7938, 8086, 8247 Ω , 样本间最大偏差为 3.7%, 保持了较高的批量一致性。温度传感器的测量采用了惠斯通单臂电桥, 恒定电压 5 V 输入条件下, 其将不同温度下的阻值改变量转化成电压量, 输出电压正比于温度值, 图 11 展示了温度传感器在冰水混合物 (0°C) 中, 温度测量的波动性, 输出电压在 462.17~462.19 mV 之间波动, 最大为 20 μV , 而理论上 8000 Ω 的电阻温度每上升 0.01°C, 阻值改变 0.32 Ω , 由此带来的输出电压变化为 45.1 μV , 是测量输出波动范围的 2 倍, 所以其灵敏度理论值可以达到 32.101 Ω /°C, 即可视为测量精度为 0.01°C。由图 12 可知, 温度电极具有良好的精度, 线性度为 0.99992。

对于电导率的测量, 由于电极的极化效应以及双电层的影响, 在电导率传感器的外电流电极施加不同频率的电流激励, 其输出电势差不同, 所以需要确定合适的工作频率, 如图 13 所示, 选择 0 mS/cm 的超纯水, 对其扫频 1~105 Hz 的频率, 可以看出, 在 100 Hz 频率以下, 由于交流电流频率过低, 交流电流近似直流, 在电流电极表面形成双电层, 而在过高的交流频率 (大于 2×10^4 Hz) 下, 电极受极化效应影响。采用固定频率 10 kHz 的激励方波, 随机选择 5 个不同的电导率传感器样本进行测量, 溶液电导率浓度范围为 5~45 mS/cm, 如图 14 所示, 同一浓度下的不同样本测量出的结果最大偏差绝对值为 2.6 mS/cm, 误差为 4.6%, 其主要原因在于金属溅射工艺中, 电导率四电极的厚度、间距无法保证绝对的一致性, 可能会导致不同的电流电极激发出的电磁场大小不同, 从而引起误差。

但是不可忽视的是, 不同温度下溶液的阻抗表现各不相同, 温度越高, 溶液中的离子电离度越大, 其电导率也随之增加, 为了测量电导率传感器的温漂效应, 选择样本 3 对 25°C~40°C 条件下的不同浓度电导率溶液进行标定, 如图 15 所示可以看出其温漂效应显著, 最大偏差达到了满量程 37% 的偏差, 而传感器内置的高精度温度传感器可以做到温度补偿作用从而提高精度, 如选择电导为 40 mS 条件下的电导率 - 温度曲线做拟合, 得到电导率温度曲线为 $y = -0.79x + 52.3$, 将多种样本的拟合曲线写入后端电路中的主控芯片中, 且温度数值由内置高精度温度传感器得出, 将计算后得到的电导值代入拟合曲线查找表, 可以得到不同温度下的准确的电导率数值, 从而起到消除温漂影响。

图 13 输出阻抗与频率特性

Figure 13 Output impedance and frequency characteristics

图 14 (网络版彩图) 电导率传感器重复性及批量一致性

Figure 14 (Color online) Repeatability and batch consistency of conductivity sensors

图 15 (网络版彩图) 电导率传感器温漂效应

Figure 15 (Color online) Temperature drift effect of conductivity sensors

6 结论

本文基于 MEMS 工艺制备了一种高精度深海温盐深三参数集成微纳传感器, 针对芯片数据读出, 设计了专用嵌入式数据采集电路。对于温度测量, 铂热传感器的线性度良好 ($R^2 = 0.99992$), 温度分辨率小于 0.01°C 。在电导率的测量中, 设计的四电极电导池参数为 2.594 cm^{-1} , 测量时准确度为 $\pm 0.05\text{ mS/cm}$, 在海水电导率 ($20\sim 50\text{ mS/cm}$) 的量程范围内具有优异的线性度。面对海洋压力的测量要求, 通过 COMSOL 仿真确定了压敏膜的厚度为 $150\text{ }\mu\text{m}$, 且通过矩形膜片提高压敏线性度, 其非线性误差为 0.366% , 在量程 $0\sim 10\text{ MPa}$ 的范围内, 分辨力达到 $\pm 0.01\text{ MPa}$ 。不可忽视的是, 温度对电导率以及压力的测量造成一定的影响, 设计的集成传感器可以精确采集同一位点的温盐深数据, 从而消除温度对其他参数的耦合特性。温盐深传感器芯片方案以及采集电路处理流程为后续研究奠定了基础, 是目前海洋环境探索与战略布局所亟需的。然而目前并没有设计一种片上集成的传感器-数模混

合电路 IC, 今后应进行更深入的研究.

参考文献

- 1 Nugroho D, Koch-Larrouy A, Gaspar P, et al. Modelling explicit tides in the Indonesian seas: an important process for surface sea water properties. *Mar Pollut Bull*, 2018, 131: 7–18
- 2 Kaidarova A, Marengo M, Geraldi N R, et al. Flexible conductivity, temperature, and depth sensor for marine environment monitoring. In: *Proceedings of IEEE Conference on Sensors*, 2019. 1–4
- 3 Huang X, Pascal R W, Chamberlain K, et al. A miniature, high precision conductivity and temperature sensor system for ocean monitoring. *IEEE Sens J*, 2011, 11: 3246–3252
- 4 Sujit E S, Kusuma N, Hemalatha B, et al. Polysilicon piezoresistive MEMS pressure sensor: study of analytical solutions for diaphragm and design & simulation. In: *Proceedings of International Conference on Communication and Signal Processing*, 2017. 1606–1610
- 5 Broadbent H A, Ivanov S Z, Fries D P. A miniature, low cost CTD system for coastal salinity measurements. *Meas Sci Technol*, 2007, 18: 3295–3302
- 6 Gnerlich M, Perry S F, Tatic-Lucic S. A submersible piezoresistive MEMS lateral force sensor for a diagnostic biomechanics platform. *Sens Actuat A-Phys*, 2012, 188: 111–119
- 7 Liu Z Y, Pan Y C, Wu P, et al. A novel capacitive pressure sensor based on non-coplanar comb electrodes. *Sens Actuat A-Phys*, 2019, 297: 111525
- 8 Hyldgård A, Mortensen D, Birkelund K, et al. Autonomous multi-sensor micro-system for measurement of ocean water salinity. *Sens Actuat A-Phys*, 2008, 147: 474–484
- 9 Zhao X F, Gao W L, Yin J W, et al. A high-precision thermometry microfluidic chip for real-time monitoring of the physiological process of live tumour cells. *Talanta*, 2021, 226: 122101
- 10 Wu C N, Gao W L, Zou J, et al. Design and batch microfabrication of a high precision conductivity and temperature sensor for marine measurement. *IEEE Sens J*, 2020, 20: 10179–10186
- 11 Perraud E. Theoretical model of performance of a silicon piezoresistive pressure sensor. *Sens Actuat A-Phys*, 1996, 57: 245–252
- 12 Smith C S. Macroscopic symmetry and properties of crystals. *Solid State Phys*, 1958, 6: 175–249
- 13 Zhang T, Li H Z, Lan F, et al. Research on temperature characteristics and compensation algorithm of high precision pressure sensor for ocean. *J Mar Technol*, 2016, 6: 36–40 [张挺, 李红志, 兰卉, 等. 海洋专用高精度压力传感器温度特性及补偿算法研究. *海洋技术学报*, 2016, 6: 36–40]

Fabrication and test of integrated micro-nano sensors for high precision measurement of ocean temperature-salinity-depth

Zhenyu WANG^{1,2}, Yihua GUAN¹, Jiawen YIN¹, Xiaoting CHE¹, Wanlei GAO¹ & Qinghui JIN^{1,2*}

1. *School of Information Science and Engineering, Ningbo University, Ningbo 315211, China;*

2. *National Defense Key Laboratory of Microsystem Technology, Shanghai Institute of Microsystem and Information Technology, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China*

* Corresponding author. E-mail: jinqinghui@nbu.edu.cn

Abstract Ocean sensor technologies play important roles in the analysis of seawater properties. They have been used in the exploration of unknown ocean areas; ocean temperature-salinity-depth are basic parameters in marine environment measurements. Presently, Chinese researchers mainly rely on imported ocean sensors; the locally available three-parameter sensors for ocean temperature-salinity-depth are bulky, complex, and difficult to use; therefore, they do not meet the needs of realtime and online analysis. In this paper, a number of integrated nano- and microsensors for temperature-salinity-depth were prepared using micro-electromechanical systems (MEMS) technology for the determination of ocean temperature, conductivity, and pressure. The developed PT8000 platinum resistance, four-electrode conductivity, and piezoresistive pressure sensors were used for the determination of temperature, salinity, and depth. The doping concentration was controlled by an ion implantation process to form a pressure-sensitive resistant sensor. The space required for pressure deformation was formed on the lower surface of a silicon wafer by a wet etching process. Finally, the pressure sensor was fabricated by bonding a silicon wafer and glass. The preparation process of the proposed three-parameter sensor was fully compatible with highly acceptable batch consistency. For the pressure sensor, COMSOL simulation software was used to determine the appropriate sensor parameters, which are applicable for a wide range of pressures (i.e., 0–10 MPa) and water depth of 1000 m during measurements. Based on the principle of an integrated system, the sampling and read-out circuit for both the temperature-salinity-depth sensors were developed. The resistance of the temperature sensor was $8231 \pm 100 \Omega$ with sensitivity and measurement accuracy of $32.101 \Omega/^{\circ}\text{C}$ and $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$, respectively. The conductivity cell parameter and measurement accuracy of the conductivity sensor were 2.594 cm^{-1} and $\pm 0.05 \text{ mS/cm}$, respectively. Meanwhile, the pressure-sensitive area of the pressure sensor utilized a Wheatstone bridge model, which eliminated the influence of temperature on the varistor. Additionally, the rectangular deformation diaphragm was used to improve the pressure linearity. The measurement accuracy of the sensor reached 0.01 MPa with nonlinear, repeatability, and hysteresis errors of 0.366%, 0.376%, and 0.188%, respectively. The proposed small-sized and integrated sensor showed high precision and can be easily manufactured in batches. Furthermore, the proposed sensor meets the requirements for realtime measurements of ocean temperature-salinity-depth.

Keywords ocean sensor, temperature-salt-depth, micro-nano integrated manufacturing, high precision measurement