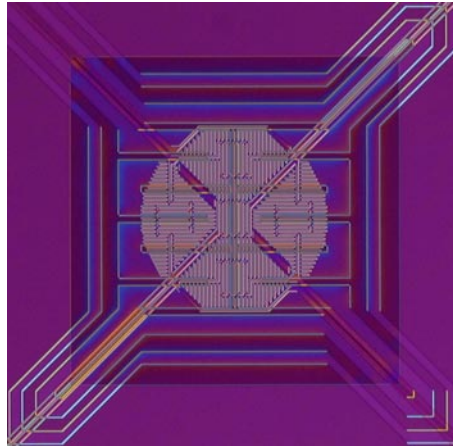


Diploma Thesis

A Micro Differential Scanning Calorimetry System

Markus Herrscher



Abstract

This diploma thesis evaluates the possibility to transform the method of differential scanning calorimetry from the macroscopic version into a microsystem to perform thermal analysis of polymers. Several different test structures to enable these measurements were designed and fabricated at the cleanroom of IMTEK, Freiburg. Additional thermoelectric structures were realized in cooperation with the IPM-FhG, Freiburg. The structures are based on micro hot-plates made of thin dielectric membranes with two integrated heaters. The membranes were released on silicon wafers by anisotropic KOH-etching of silicon. Resistive and thermoelectric thermistors were integrated to measure the temperature on the membranes.

To characterize the thermal behavior of the system the complete wafer was exposed to temperature cycles. Additional structures of the design were applied to determine specific material properties as the sheet resistance R_{sq} of conducting layers, the contact resistance R_c between conducting layers and the thermal conductivity κ of the applied thin film materials. The thermal behavior of the membranes is analyzed, resulting in conclusions on the temperature distribution on the membrane and an optimal ratio P_{out}/P_{in} of the outer and inner heating powers.

Beside a thermistor with five sensitive areas, Wheatstone bridge based thermistors to determine temperature differences between membranes and/or substrate were realized. Further, thermoelectric temperature sensors were implemented to measure temperature differences between membranes and/or substrate. The sensitivity of these different thermistor structures were determined. Under typical measurement conditions the resistive thermistors and the Wheatstone structures show a sensitivity of $S = 49 \mu\text{V/K}$ and $S = 11 \mu\text{V/K}$, respectively. One thermopile made of three thermocouples in series shows a sensitivity of $S = 400 \mu\text{V/K}$. With this, the thermoelectric coefficient is determined to be $\alpha_{te} = 133 \mu\text{V/K}$. Therefore, the thermoelectric structure demonstrates its capability to measure small temperature differences due to its high sensitivity.

To demonstrate the capability of the entire system measurements were performed with wax and benzophenone as specimen. Different heating signals with rectangular, triangular and harmonic heating power were applied to the heaters and the thermal response of the membrane was recorded. For the applied specimens the melting point was successfully detected with this microsystem in the expected temperature range. Thus, a qualitative thermal analysis of polymers can be performed with the device presented in this thesis.

Zusammenfassung

Die vorliegende Diplomarbeit untersucht die Möglichkeit, die Methode der Differential Scanning Calorimetry, ausgehend von der makroskopischen Version, in ein Mikrosystem zu übertragen, um thermische Analysen von Polymeren durchzuführen. Um diese Messungen durchführen zu können, werden mehrere verschiedene Teststrukturen entworfen und im Reinraum von IMTEK, Freiburg hergestellt. Zusätzliche thermoelektrische Strukturen werden in Kooperation mit IPM-FhG, Freiburg realisiert. Die Strukturen basieren auf Mikro-Hotplates aus dünnen dielektrischen Membranen mit zwei integrierten Heizern. Durch anisotropes Ätzen von Silizium mittels KOH wurden die Membranen freigelegt. Zur Messung der Membrantemperatur wurden resistive und thermoelektrische Thermistoren integriert.

Der komplette Wafer wurde Temperaturzyklen unterworfen, um das thermische Verhalten des Systems zu charakterisieren. Zusätzliche Strukturen des Designs wurden verwendet, um bestimmte Materialeigenschaften, wie den Schichtwiderstand R_{sq} leitender Schichten, den Kontaktwiderstand R_c zwischen leitenden Schichten und die thermische Leitfähigkeit κ der verwendeten Dünnschichten zu bestimmen. Das thermische Verhalten der Membranen wurde untersucht und führte zu Aussagen über die Temperaturverteilung auf der Membran und dem optimalen Verhältnis P_{out}/P_{in} der äusseren und inneren Heizleistungen.

Ausser einem Thermistor mit fünf sensitiven Bereichen, wurden Wheatstone-Brücken verwendet, um Temperaturdifferenzen zwischen Membranen und/oder dem Substrat zu messen. Zudem wurden thermoelektrische Temperatursensoren eingesetzt, um Temperaturdifferenzen zwischen Membranen und/oder dem Substrat zu messen. Sämtliche Thermistoren wurden bezüglich ihrer Sensitivität untersucht. Unter üblichen Messbedingungen lieferte der resistive Thermistor eine Sensitivität von $S = 49 \mu\text{V/K}$, die Wheatstone-Strukturen von $S = 11 \mu\text{V/K}$ und eine Thermosäule aus drei Thermoelementen in Reihe von $S = 400 \mu\text{V/K}$. Damit wird der Seebeck Koeffizient zu $\alpha_{te} = 133 \mu\text{V/K}$ bestimmt. Aufgrund ihrer hohen Sensitivität zeigt die thermoelektrische Struktur die Fähigkeit, kleine Temperaturdifferenzen zu messen.

Um die Fähigkeiten des Gesamtsystems zu demonstrieren wurden mehrere Messungen mit Wachs und Benzophenon durchgeführt. Die Heizer wurden mit verschiedenen Heizersignalen - Rechteck, Dreieck und Sinus - beaufschlagt und die thermische Antwort der Membran wurde aufgezeichnet. Für die verwendeten Proben konnten mit diesem Mikrosystem der Schmelzpunkt erfolgreich im erwarteten Temperaturbereich nachgewiesen werden. Demnach kann mit diesem System eine qualitative thermische Analyse von Polymeren durchgeführt werden.

For further information, please contact:

Prof. Dr. Oliver Paul
Institute for Microsystem Technology IMTEK
Microsystem Materials Laboratory MML
Georges-Koehler Allee 103
79110 Freiburg, Germany
phone ++49/761-203-7190
fax ++49/761-203-7192
e-mail paul@imtek.de