

AKBARI, Masoud:

22 September 2023 at 15h30 (France time)
 University of Waterloo, Engineering Building 3, Room 3006.
 Waterloo, Ontario, Canada



Titre Thèse (en français) : Fabrication à ciel ouvert de capteurs de gaz en porte-à-faux à base d'oxydes

And/or Thesis Title (in english) : *Open air fabrication of oxide-based cantilever gas sensors*

Mots-clés: capteur de gaz,cantilever,dépôt de couche atomique spatiale,MEMS

and/or keywords : *spatial atomic layer deposition, cantilever, gas sensor, MEMS*

Jury members (see example in 1st line)

Precise : *Professor of university(Prof) *Doctor (Dr)	Initial First name, Last name,	Short address : Lab (or Univ / Research Center/...), Affiliation, City (COUNTRY)	Function in the jury <i>Examiner, Rapporteur, Thesis Director, or Thesis co-director</i>
<i>Dr.</i>	<i>D. Muñoz-Rojas</i>	LMGP, CNRS, Grenoble INP, Grenoble (France)	<i>Thesis Director</i>
<i>Prof.</i>	<i>K. Musselman</i>	Dept. of Mechanical and Mechatronics Eng., Univ. of Waterloo, Waterloo (Canada)	<i>Thesis co-director</i>
<i>Prof.</i>	<i>S. Basrour</i>	<i>Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, TIMA (France)</i>	<i>Thesis co-director</i>
<i>Dr.</i>	L. Santinacci	<i>Aix Marseille University, CNRS, CINAM, AMUTECH, Marseille, (France)</i>	Rapporteurs
Dr	B. Legrand	LAAS, Université de Toulouse, CNRS, Toulouse (France)	Rapporteurs
Dr.	C. Marichy	Univ. Lyon, Université Claude Bernard Lyon 1, CNRS, Villeurbanne (France)	<i>Examiner</i>
Prof.	C. Ternon	Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LMGP, Grenoble (France)	<i>Examiner</i>
Prof.	C. Devaud	Dept. of Mechanical and Mechatronics Eng., Univ. of Waterloo, Waterloo (Canada)	<i>Examiner</i>
Prof.	H. Debeda	IMS Laboratory, University of Bordeaux, Talence (FRANCE)	Invited

Résumé

La préoccupation croissante pour la qualité et la sécurité de l'air a entraîné une demande accrue de technologies de détection de gaz dans diverses industries. Les progrès technologiques et l'utilisation de la technologie de micro-usinage et des systèmes micro-électromécaniques (MEMS) permettent la fabrication de dispositifs offrant de nombreux avantages, notamment la miniaturisation, une faible consommation d'énergie, une sensibilité élevée et des temps de réponse rapides. Les porte-à-faux sont un type de capteur MEMS gravimétrique connu pour sa sensibilité élevée et sa capacité à effectuer des estimations indirectes de changement de masse dans la gamme atto à zepto gramme. Un capteur de gaz en porte-à-faux typique se compose généralement d'une couche structurale qui est fonctionnalisée avec une couche de détection. D'autres couches sont souvent nécessaires pour l'actionnement et la lecture. La taille à l'échelle du micron du porte-à-faux et le besoin de couches structurales et réceptrices ont des implications négatives sur la limite de sensibilité du porte-à-faux, en raison de la taille et de la masse relativement importantes du capteur. Cette recherche vise à fabriquer des capteurs de gaz en porte-à-faux dynamiques à haute sensibilité/sélectivité en développant des porte-à-faux à base d'oxyde autonomes à l'échelle nanométrique, où un seul oxyde (ZnO ou SnO₂) agit à la fois comme composant structurel et comme matériau de détection. Les oxydes ont été déposés par la technique de dépôt de couche atomique spatiale à pression atmosphérique (AP-SALD), qui offre l'avantage de produire des films de haute qualité dans des conditions atmosphériques ouvertes et beaucoup moins de temps que les autres méthodes de fabrication. Tout d'abord, je présente une étude approfondie sur le dépôt de couches minces de SnO₂ en utilisant AP-SALD avec [Sn(acac)₂] comme précurseur. Une analyse détaillée des propriétés structurales, optiques, chimiques et électriques des couches minces de SnO₂ obtenues est présentée. Par la suite, la réponse en fréquence des couches de détection de ZnO et SnO₂ revêtues sur des porte-à-faux de silicium commerciaux pour analyser leur sensibilité à divers analytes est présentée. En parallèle, des simulations ont été réalisées avec COMSOL pour évaluer l'effet du revêtement. De plus, je présente un processus de microfabrication précis pour la fabrication de porte-à-faux autoportants et l'optimisation du flux de processus. L'influence de la conception, des dimensions et de l'épaisseur de l'électrode de l'ancre en porte-à-faux a été étudiée en profondeur. La fabrication réussie de porte-à-faux autoportants composés de ZnO, Al-ZnO et SnO₂ est présentée. Les porte-à-faux sont auto-actionnés, ce qui signifie qu'ils sont entraînés par le bruit thermique et qu'aucun actionnement externe n'est nécessaire. Les mesures de réponse en fréquence sur les porte-à-faux à l'aide de différents analytes sont présentées. Notamment, le porte-à-faux ZnO démontre une sensibilité remarquable à l'humidité et aux composés organiques volatils (COV), tandis que le capteur Al-ZnO présente une sélectivité envers les COV et une sensibilité plus faible à l'humidité. Enfin, la conversion en phase gazeuse de ZnO en Metal-organic Frameworks (MOF) via l'approche MOF-CVD a été explorée. Les porte-à-faux en silicium revêtus de MOF résultants présentent une limite de détection impressionnante atteignant le niveau ppb.

Abstract

The growing concern for air quality and safety has resulted in a heightened demand for gas-sensing technologies in various industries. Technological progress and the use of micromachining and micro-electromechanical systems (MEMS) technology allow for the manufacture of devices that offer numerous advantages, including miniaturization, low power consumption, high sensitivity, and fast response times. Cantilevers are a type of gravimetric MEMS sensor known for its high sensitivity and capability to make indirect mass change estimations in the atto to zepto gram range. A typical cantilever gas sensor usually consists of a structural layer that is functionalized with a sensing layer. Other layers are often necessary for actuation and readout. The micron-scale size of the cantilever and the need for both structural and receptor layers have adverse implications on the cantilever sensitivity limit, due to the relatively large size and mass of the sensor. This research aims to fabricate high-sensitivity/selectivity dynamic cantilever gas sensors by developing nano-scale freestanding oxide-based cantilevers, where a single oxide (ZnO or SnO₂) acts as both the structural component and the sensing material. The oxides have been deposited by the atmospheric-pressure spatial atomic layer deposition (AP-SALD) technique, which offers the advantage of producing high-quality films in open atmospheric conditions and significantly less time than other fabrication methods. First, I present a comprehensive study on the deposition of SnO₂ thin films using AP-SALD with [Sn(acac)₂] as the precursor. A detailed analysis of the structural, optical, chemical, and electrical properties of the obtained SnO₂ thin films is presented. Subsequently, the frequency response of ZnO and SnO₂ sensing layers coated on commercial silicon cantilevers to analyze their sensitivity to various analytes is presented. In parallel, simulations have been performed using COMSOL to evaluate the effect of the coating. Furthermore, I present a precise microfabrication process for the fabrication of freestanding cantilevers and the optimization of the process flow. The influence of cantilever anchor design, dimensions, and electrode thickness has been thoroughly investigated. The successful fabrication of freestanding cantilevers composed of ZnO, Al-ZnO (AZO), and SnO₂ is presented. The cantilevers are self-actuated, meaning that they are driven by thermal noise and no external actuation is necessary. Frequency response measurements on the cantilevers using different analytes are presented. Notably, the ZnO cantilever demonstrates remarkable sensitivity to humidity and volatile organic compounds (VOCs), while the Al-ZnO sensor exhibits selectivity towards VOCs and lower sensitivity to humidity. Lastly, the gas-phase conversion of ZnO to metal-organic frameworks (MOFs) via the MOF-CVD approach has been explored. The resulting MOF-coated silicon cantilevers exhibit an impressive limit of detection reaching the ppb level.