



ГЛУБОКОЕ ТРАВЛЕНИЕ ТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

HARD MATERIALS DEEP ETCH

УДК 533.92, ВАК 05.27.06

Э.Бернар-Мулен*, А.Уваров*, Э.Дезре*
E.Bernard-Moulin*, A.Uvarov*, H.Desrê*

Глубокое травление кремния с применением Bosch-процесса или криогенных микротехнологий успешно исследуется и совершенствуется в течение уже нескольких десятилетий. Гораздо хуже изучено высокоскоростное направленное травление твердых материалов, применяющихся, например, в производстве МЭМС. В настоящей статье рассматриваются области применения твердых материалов в полупроводниковой промышленности, а также оборудование и процессы для их плазменного травления.

Deep etching of silicon, achieved via Bosch or cryogenic microfabrication technologies, has been well studied and developed over the last decades. Opposite from silicon, high rate directional etching of hard materials for applications such as MEMS is much less investigated. This paper highlights possible applications of hard materials in semiconductor industry, and appropriate equipment and etch processes for hard material treatment by plasma.

Структуры с большой глубиной рельефа, вертикальными боковыми стенками, хорошей однородностью и высоким аспектным отношением требуются для многих приложений, включая производство MEMS, новые технологии сборки, а также изготовление интегральной оптики. Глубокое реактивное ионное травление DRIE (Deep Reactive Ion Etching) оптимально подходит для получения таких структур, и в настоящее время широко используется в кремниевых технологиях. Глубокий рельеф формируется путем бомбардировки подложки ионами. Профиль травления можно изменять, управляя составом газовой среды, давлением и другими параметрами процесса.

В настоящее время, в производстве МЭМС, 3D-сборке и других областях резко повысился интерес к применению таких активных и пассивных твердых материалов, как стекло, кварц, карбид кремния, кварцевое стекло, ниобат лития и танталат лития. Структуры с глубоким рельефом на этих материалах, как правило, создаются методами механической обработки, а применение DRIE пока слабо изучено. Действительно, DRIE сложно использовать для таких материалов, поскольку особенности их химического состава обычно накладывают ограничения на аспектное отношение, гладкость поверхности, селективность и глубину травления. Поэтому, чтобы сделать возможным и экономически целесообразным глубо-

кое травление твердых материалов с формированием высококачественных структур, необходима разработка новых методов и технологий.

ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ DRIE ДЛЯ ТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

Разработка инновационных решений для глубокого травления твердых материалов велась компанией CORIAL в кооперации с промышленными предприятиями и научно-исследовательскими центрами. Основной целью этого сотрудничества было создание промышленных систем травления, технологий, литографических масок и микроструктур, необходимых для производства нового поколения устройств для телекоммуникаций (SAW), МЭМС и часовой промышленности.

За последние месяцы подразделение исследований и разработок компании CORIAL выполнило несколько НИОКР в области оборудования и процессов для обработки твердых материалов по технологии DRIE. В результате этой работы создано и уже доступно для коммерческого использования новое поколение систем реактивного ионного травления в индуктивно-связанной плазме (ICP-RIE) для пластин диаметром 200 мм.

Разработаны и протестированы процессы травления стекла, кварцевого стекла, кварца, сапфира, карбида кремния, ниобата лития и танталата лития

* CORIAL

с применением различных рабочих газов и разных режимов обработки. Оптимизированы глубина, профиль, скорость и селективность травления, а также гладкость поверхности, продемонстрировано применение DRIE для получения рельефа глубиной более 100 мкм.

Накопленный опыт глубокого травления твердых материалов позволяет использовать его в рамках различных производственных технологий.

ГЛУБОКОЕ ТРАВЛЕНИЕ СТЕКЛА

Стекло широко используется в МЭМС, как правило, для изготовления оптических микросистем, линз, волноводов или биочипов. Преимущества его применения обусловлены сочетанием уникальных свойств (оптическая прозрачность, механическая прочность, биологическая совместимость, высокое электрическое сопротивление) с меньшей чем у кремния стоимостью. Также в развивающихся направлениях МЭМС, таких как сенсорные пластины, стекло может быть хорошей альтернативой кремниевым подложкам.

В настоящее время на рынке предлагается большое число разных видов стекла на основе диоксида кремния, которые различаются составом композиции. Однако в производстве МЭМС в основном применя-

ются Ругех 7740, чистый диоксид кремния и силикатное стекло.

Если высокое аспектное отношение не требуется, то предпочтительной технологией для глубокой микрообработки стекла является жидкостное ("мокрое") травление. Лишь в немногих исследованиях была продемонстрирована возможность анизотропного глубокого "сухого" травления стекла.

Скорость травления стекла в большой степени зависит от состава материала. Чистый диоксид кремния травить легче, чем стекло, содержащее оксиды металлов (лития, натрия, алюминия и др.). Формирование нелетучих фтористых соединений, как правило, замедляет сухое травление стекла (<0,5 мкм/мин.). Дополнительными проблемами могут быть высокая шероховатость поверхности и низкая селективность при применении неоптимальных маскирующих материалов.

ГЛУБОКОЕ ТРАВЛЕНИЕ КВАРЦА

Травление пластин при 3D-сборке обычно требует обработки кварца с применением DRIE. Травление кварца также применяется в производстве радиочастотных МЭМС и систем микрофлюидики, используемых в биомедицинских приложениях.

Structures with high depth, vertical sidewalls, good uniformity, high aspect ratios, and with fast rate, are often required for many applications including MEMS, advanced packaging and integrated optics. Deep Reactive Ion Etching or DRIE is ideally suited to these requirements and is now routinely used for the fabrication of silicon based micro-structures. Deep structures are created by the bombardment of a substrate with ions. The etch profile can be controlled by various process parameters such as gas mixture, pressure, etc.

Nowadays, a number of active and passive hard materials, typically glass, quartz, silicon carbide, fused silica, lithium niobate and lithium tantalate gain interest, specifically in the MEMS, and packaging industries. Mechanical machining techniques are generally preferred to create deep structures in these hard

materials, and only few studies deal with hard materials DRIE. Indeed, DRIE remains challenging for these materials as their chemical composition generally limit aspect ratio, surface smoothness, mask selectivity and etch depth. In consequence, new etching techniques and processes need to be developed to make possible the deep etching of hard materials with vertical structures and at commercially competitive etch rates.

PROCESS CAPABILITIES FOR DRIE OF HARD MATERIALS

To be able to develop innovative solutions for deep etch of hard materials, CORIAL is deeply involved in a cooperative project with industry and research centers. The main objective of this cooperation is to design and industrialize etch systems, processes, lithography masks and microstructures required for

next-gen devices in the telecommunication (SAW devices), MEMS and watch industries.

In the past months, CORIAL R&D Team has conducted R&D projects to develop appropriate processes and equipment for hard materials DRIE. As a result of this team work, a new generation of 200 mm ICP-RIE system is now available in our product catalogue.

DRIE processes of glass, fused silica, quartz, sapphire, silicon carbide, lithium niobate, and lithium tantalite have been developed and tested with different gas chemistries and processing parameters. Etched depth, etch profile, etch rate, surface smoothness and selectivity have been optimized and DRIE >100 μm has been demonstrated.

Based on our experience in hard materials deep etch, we can support a variety of production technologies.



Области применения твердых материалов

Fields of application of hard materials

Материал Material	Оптические МЭМС Optical MEMS	Биомедицинские МЭМС BioMed MEMS	МЭМС MEMS	Сборка Packaging	Силовая электроника Power devices
Стекло Glass		Микрофлюидика Лаборатории на чипе Микроиглы Microfluidics Lab-on-chips Microneedles	Сенсоры Проставки в мембранах Sensors Membrane spacers		
Карбид кремния Silicon carbide	Линзы Lenses		Датчики давления Микрорезонаторы Микрошестерни (Микроприводы?) Pressure sensors Microresonators Microgears	Межслойные коннекторы Through wafer vias	Щелевая изоляция Травление переходных отверстий Trench isolation Vias etch
Кварц Quartz		Микрофлюидика Microfluidics	Резонаторы Сенсоры Resonators Sensors	Межслойные коннекторы Through wafer vias	
Сапфир Sapphire			Двигатели Engines		
Ниобат лития Lithium niobate	Волноводы Актуаторы Waveguides Actuators		Актуаторы Резонаторы Сенсоры Actuators Resonators Sensors	Межслойные коннекторы Through wafer vias	
Танталат лития Lithium tantalate	Волноводы Актуаторы Waveguides Actuators		Актуаторы Резонаторы Сенсоры Actuators Resonators Sensors	Межслойные коннекторы Through wafer vias	

GLASS DRIE

Glass is an attractive material for MEMS devices, and it is typically used for fabrication of optical microsystems, lenses, waveguides, or biochips. Its unique properties (optical transparency, mechanical robustness, biological compatibility, electrical resistivity) and its lower cost compared to silicon are welcomed advantages for these applications. For emerging MEMS applications such as haptic function on glass plates, glass can also be used as an alternative to silicon substrates.

A large variety of silica-based oxide glass materials, with different compositions is available

on the market. However, Pyrex 7740, pure silica, and silica glasses are generally used for MEMS applications.

Wet etch is the preferred technology for deep glass micromachining when a high aspect ratio is not required. Only a few studies have demonstrated anisotropic deep dry etching of glass.

Indeed, glass etch rate is highly dependent on the composition of the material. Pure silica is easier to etch than glass materials composed of metal oxides (lithium, sodium, aluminum oxides, etc.). Formation of nonvolatile fluoride compounds generally makes dry

etching of glass a slow process ($< 0.5 \mu\text{m}/\text{min}$). Some other issues of glass DRIE can be surface roughness and low selectivity depending on the masking material.

SILICA DRIE

Through the wafer etching for advanced packaging generally requires silica DRIE. Silica DRIE is also needed in applications such as RF MEMS, or microfluidics systems used in biomedical applications.

It is significantly more difficult to etch silica comparing to silicon. Indeed, silica requires high energy positive ions bombardment to get a

Параметры травления твердых материалов
Parameters of etching of hard materials

Материал Material	Скорость травления, мкм/мин. Etch rate, $\mu\text{m}/\text{min}$	Глубина травления, мкм Etch depth, μm	Маска Mask	Селективность Selectivity
Стекло Glass	0,5 to 1	> 100	Ni	> 20
Карбид кремния Silicon carbide	1,5 to 2	> 100	Ni	> 25
Кремний Silica	0,6 to 1,2	> 200	PR	> 3
Сапфир Sapphire	> 0,4	> 300	Ni	> 15
Ниобат лития Lithium niobate	> 0,3	> 100	Ni	> 5
Танталат лития Lithium tantalate	> 0,3	> 100	Ni	> 5

Кварц значительно сложнее для травления по сравнению с кремнием. Требуется очень высокая энергия бомбардировки положительными ионами для инициации химической реакции между генерируемыми в плазме активными частицами и подложкой, чтобы разорвать связи Si-O с образованием летучих побочных соединений.

Серьезным вызовом является определение режима, при котором использование высокой мощности сочеталось бы с хорошей селективностью по отношению к

маскирующему материалу. Еще одна сложность связана с выбором газовой смеси, чтобы избежать образования полимерного покрытия на пластине и в камере реактора.

ГЛУБОКОЕ ТРАВЛЕНИЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ

Спрос на компоненты силовой электроники обусловлен ростом использования экологически чистых источников энергии в промышленности и быту (энергия ветра, солнечные батареи, электрический

chemical reaction between active species generated in plasma and the substrate in order to break the Si-O bonds and form the volatile by-products.

A challenge with silica DRIE is to find a way to apply high bias power, while maintaining good selectivity versus masking material. Another tricky point is the selection of the gas mixture to avoid polymer coating of wafer substrate and reactor chamber.

SILICON CARBIDE DRIE

The demand for power semiconductor components is principally driven by the increasing adoption

of green energy sources in industrial and domestic environments (wind power, solar cell, electric vehicles...). Silicon carbide is a material of choice for manufacturing of such power devices due to its wide band-gap nature, high thermal conductivity, and high breakdown voltage. This material can also be used in harsh environment sensors applications because of its resistance to high temperature and its chemical inertness. For MEMS applications, SiC is also an excellent material for manufacturing of micro-resonators, micro-gears, or pressure sensors.

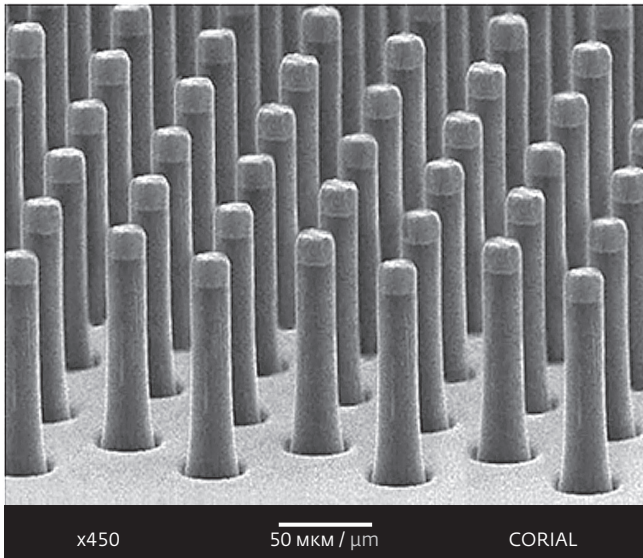
To address these different markets, SiC via etch processes with

depths from 10 μm to more than 100 μm are needed.

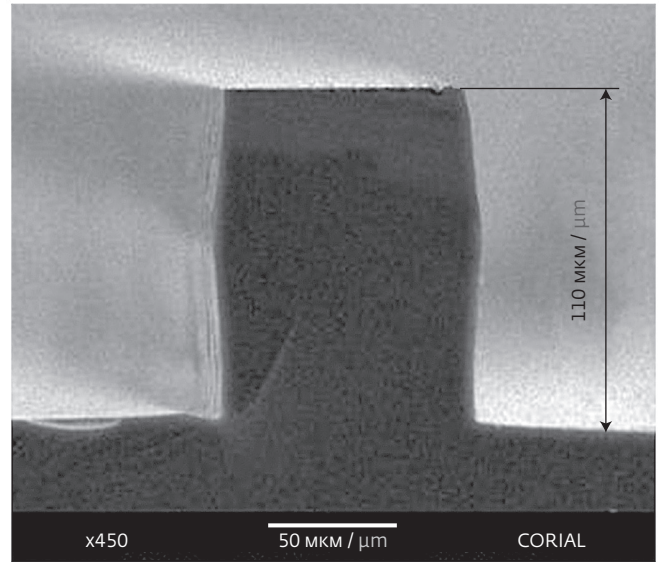
SiC is a material hard to etch. A high power ICP source together with high power RF biasing are necessary to get acceptable SiC etch rate. To get appropriate selectivity, a nickel mask is required.

Another challenge with SiC deep etch is control of substrate temperature. This can be achieved with efficient helium distribution and clamping strategies.

For the via etch experiment, CORIAL used a 5 μm Ni mask giving rise to a good selectivity (>25:1) and fast etch rate (> 1.5 $\mu\text{m}/\text{min}$).



DRIE-травление 4-дюймовой пластины Borofloat (оптическое стекло) с использованием гальванической никелевой маски
DRIE of 4" Borofloat wafer patterned with electroplated Ni mask



СЭМ-изображение кварцевой микроструктуры, полученной травлением по технологии ICP-RIE. Глубина рельефа – 110 мкм
SEM images of silica microstructure etched with ICP-RIE 110 μm deep structure

транспорт и др.). Карбид кремния (SiC) оптимален для изготовления подобных компонентов благодаря таким своим свойствам, как широкая запрещенная зона, высокая теплопроводность и высокое напряжение пробоя. Стойкость к воздействию высоких температур и химическая инертность обуславливают использование этого материала в датчиках для жестких условий эксплуатации. Также карбид кремния отлично подходит для производства МЭМС, в частности, микрорезонаторов,

микроприводов и датчиков давления. При применении SiC в перечисленных областях требуется выполнять травление с глубиной от 10 мкм до более чем 100 мкм.

SiC – сложный для травления материал. Чтобы достичь приемлемой скорости травления, необходимо применение мощных источников индуктивно-связанной плазмы и высокочастотного подмагничивания. Для обеспечения хорошей селективности требуется никелевая маска.

SAPPHIRE DRIE

The anisotropic etch profile of this sapphire DRIE process is caused by the high bonding energy of the Al-O bonds. Sapphire requires high energy positive ions to get a chemical reaction between the radicals and the film to etch and break the Al-O bonds. Then, atoms can react with Al to form the volatile by-products.

LITHIUM NIOBATE DRIE

Lithium niobate is a crystalline material widely used for the fabrication of integrated and guided wave optical devices due to its favorable electro-optical,

non-linear optical and acousto-optical properties. With superior electromechanical coupling coefficient, lithium niobate is also exploited for the fabrication of next-generation RF components (filters) required in telecommunication systems for mobile phones or aerospace.

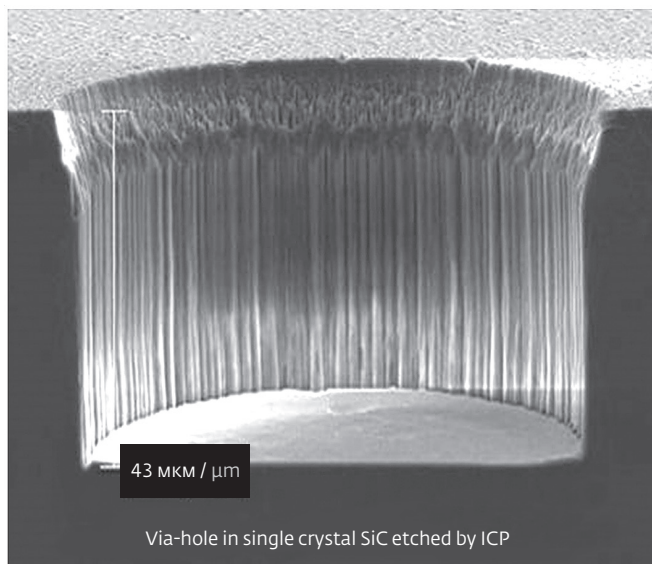
Deep etch capability could be a major step towards miniaturization and performance improvement for these applications.

Significant efforts have been made to etch this material using ion milling, focused ion beam etching, or plasma etching. If dry etch is generally preferred, it

remains difficult to obtain very deep or high aspect ratio structures as nonvolatile compounds (LiF) are formed and redeposit during the etch process leading to lower etch rate and non-vertical profile.

OTHER HARD MATERIALS

A large range of hard materials can be deep etched with CORIAL technology. We provide process support and advices to all customers to develop and optimize their own recipes during the lifetime of the tool. CORIAL also offers demos and trials to run at your site or in our R&D lab. ■



СЭМ-изображение переходных отверстий в SiC, полученных по технологии ICP. Глубина рельефа – более 100 мкм, отклонения формы – менее $\pm 3\%$, скорость травления – более 1,5 мкм/мин. SEM images of SiC via-hole with ICP. Structure depth is $>100\mu\text{m}$, etch uniformity is $<\pm 3\%$ and etch rate $> 1.5 \mu\text{m}/\text{min}$

Еще одной проблемой при глубоком травлении карбида кремния является стабилизация температуры подложки, требующая эффективного распределения гелия и применения особых способов фиксации.

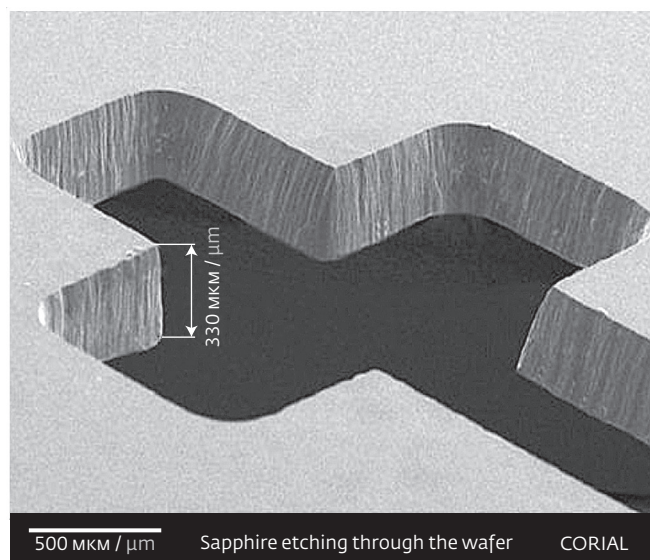
Для экспериментального травления переходных отверстий сотрудники CORIAL успешно использовали никелевую маску, получив хороший уровень селективности ($>25:1$) при скорости более 1,5 мкм/мин.

ГЛУБОКОЕ ТРАВЛЕНИЕ САПФИРА

Анизотропный профиль травления сапфира при применении DRIE обусловлен прочностью связей Al-O. Для разрушения этих связей положительные ионы должны обладать высокой энергией. Затем атомы могут вступать в реакцию с алюминием с образованием летучих побочных продуктов.

ГЛУБОКОЕ ТРАВЛЕНИЕ НИОБАТА ЛИТИЯ

Ниобат лития – кристаллический материал, который широко используется в производстве оптических устройств благодаря хорошему сочетанию электрооптических, нелинейных оптических и акустооптических свойств. Превосходное значение коэффициента электромеханической связи открывает перспективы применения ниобата лития для изготовления ВЧ-компонентов (фильтров) нового поколения, востребованных



СЭМ-изображение структуры на сапфире, полученной по технологии ICP. Глубина рельефа – более 300 мкм, скорость травления – около 0,4 мкм/мин. SEM images of sapphire etch with ICP technology. Structure depth is $>300\mu\text{m}$, and etch rate $\geq 0.4 \mu\text{m}/\text{min}$.

в телекоммуникационных системах и аэрокосмической промышленности. Реализация глубокого травления ниобата лития может стать серьезным шагом на пути к миниатюризации и повышению производительности компонентов для перечисленных областей применения.

Были предприняты значительные усилия, чтобы разработать технологию обработки этого материала с помощью ионного травления, травления сфокусированным ионным пучком, а также плазменного травления. При использовании "сухого" травления по-прежнему трудно получать структуры с очень большой глубиной рельефа или высоким аспектным отношением, так как образующиеся нелетучие соединения LiF снижают скорость травления и негативно влияют на форму профиля структуры.

ГЛУБОКОЕ ТРАВЛЕНИЕ ДРУГИХ ТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

Технологические разработки компании CORIAL позволяют выполнять глубокое травление широкой номенклатуры твердых материалов. Технологическая поддержка и консультации обеспечивают клиентам компании возможность создавать и оптимизировать свои собственные решения в течение всего срока службы оборудования. При необходимости могут быть проведены демонстрационные и пробные испытания на предприятии заказчика, а также в исследовательской лаборатории CORIAL. ■