

УДК 66.085.3, 66.087.7

Наноструктурированные композиционные материалы для формирования 3D-элементов микроэлектромеханических систем

В работе приведены особенности электрохимического осаждения нанокomпозиционных материалов в интеграции с УФ-фотолитографией для применения в микроэлектромеханических системах (МЭМС). Для повышения надежности МЭМС предлагается применение технологии электрохимического осаждения совместно с УФ-литографией толсто пленочного фоторезиста. Описана технология электрохимического соосаждения композиционных материалов на основе Ni, Cu, Co-P с ультрадисперсными наночастицами.

А. В. ХАНЬКО,
аспирант кафедры математики и физики
Белорусской государственной академии связи

Ю. В. ТИМОШКОВ,
ведущий научный сотрудник, к. т. н.

А. А. САКОВА,
научный сотрудник

Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники

В. И. КУРМАСHEВ,
д. т. н., профессор, ведущий научный сотрудник
Белорусской государственной академии связи

Ключевые слова:

электрохимическое осаждение, нанокomпозиционные материалы, МЭМС, LIGA-технология, 3D-структуры.

Введение. В настоящее время одним из наиболее интенсивно и быстро развивающихся направлений в мировой промышленности является МЭМС. Однако для изготовления МЭМС одна из основных проблем – обеспечение высокой производительности производства высокоточных микрокомпонентов (таких как HARMS-микроструктуры с высоким соотношением сторон). Для этого необходимы принципиально новые как конструкционные, так и функциональные материалы, технологические решения [1]. Для решения этих задач предлагается технология совместного электрохимического осаждения, формирование конфигурации осуществляется с использованием уникального фоторезиста SU-8 и UV-фотолитографии.

Применение фоторезиста SU-8 обусловлено его превосходными свойствами. Толщина достигает 1000 мкм, соотношение сторон – до 40:1, а оптическое пропускание в видимом свете составляет около 95–98 %. Он позволяет получать микроформы сложных 3D-структур элементов МЭМС.

UV-LIGA – это интеграция процессов UV-фотолитографии, гальванического осаждения и формования. Различие между технологиями

LIGA и UV-LIGA заключается в источнике излучения в процессе литографии. В LIGA используются рентгеновские лучи, а в UV-LIGA применяется ультрафиолетовое излучение. Одним из наиболее распространенных применений фоторезиста SU-8 является формование. Микроформа требуемой конфигурации изготавливается методом UV-литографии фоторезиста SU-8 через соответствующий фотошаблон. Следующим шагом является гальваническое нанесение металла или сплава в микроформу с высоким аспектным отношением. После этого фоторезист удаляется. Таким образом, мы получаем микроструктуру металла с требуемой конфигурацией.

Гальваническое нанесение нанокomпозитных материалов вместо однородных металлов позволяет получать микроструктуры с повышенными эксплуатационными свойствами. Нанокomпозитные материалы представляют собой металлы и сплавы с внедренными и равномерно распределенными в них инертными твердыми наночастицами. Такие структуры формируются в процессе совместного электрохимического или химического осаждения металлов и инертных частиц. Их применение в конечных изделиях позволяет решить проблему износа и трения

механически движущихся и несущих нагрузки элементов МЭМС. Композиционные материалы обладают уникальными свойствами, которые не характерны для каждой фазы отдельно. Варьируя типы металлических матриц и второй дисперсной фазы, можно улучшить следующие свойства композиционных покрытий: твердость, износостойкость, коэффициент трения, коррозионную стойкость и стойкость к воздействию агрессивных сред. Синтез композиционных покрытий методом электролитического осаждения является перспективным с точки зрения его низкой стоимости, простоты и адаптируемости к различным промышленным процессам [2].

УФ-литография фоторезиста SU-8. Для изготовления микроформ в УФ-технологии используются фоторезисты SU-8 2150 и SU-8 3050 на различных подложках (стекло, керамика, металл и др.). Для удаления всех органических загрязнений с подложек применяется химическая очистка и УФ-обработка. Химическая очистка проводилась в перекисисульфокислоте. Более целесообразным способом является УФ-обработка с использованием фотоперехватного процессора PL16-110D. Процесс очищения состоит из трех этапов. Первый – это генерация озона из атмосферного кислорода на длине волны 184,9 нм. Вторая стадия – озонлиз, когда атомарный кислород генерируется на длине волны 253,7 нм. Заключительным этапом является разложение органических загрязнителей. Атомарный кислород обладает сильной окислительной активностью, которая помогает ему вступать в реакцию с загрязнителями и образовывать продукты реакции. Эти продукты, такие как вода, углекислый газ и т. д., затем просто испаряются.

Тонкий подслои Omnicoat наносился для улучшения адгезии, значительная толщина фоторезиста SU-8 достигалась путем двухстадийного нанесения на центрифуге VTC-100. Определена зависимость толщины покрытия от скорости вращения, времени и температуры. Одним из наиболее важных процессов при изготовлении толстых микроформ является мягкая сушка на плитке. Это обеспечивает мягкий подогрев подложки только снизу и испарение растворителя из толстого фоторезиста. Операция проводилась на плите WiseStir MSH-D.

Экспонирование фоторезиста SU-8 осуществлялось методом контактной литографии с длиной волны 365 нм через требуемый фотосаблон. В качестве источника света использовался УФ-светодиодный модуль Hamamatsu Lightningcure LC-L. Для экспонирования слоев фоторезиста

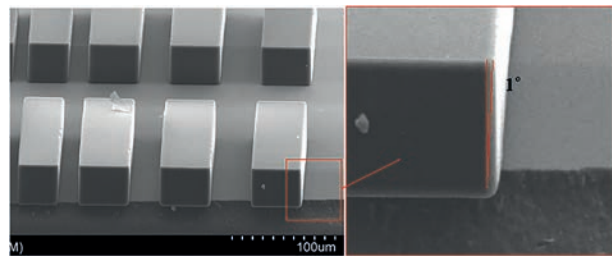


Рисунок 1 – Микрополоски SU-8 толщиной 50 мкм с углом наклона боковых стенок 1°

толщиной 100-250 мкм энергия экспонирования составляла 250-300 МДж/см². Это приводит к локальным фотохимическим реакциям, обеспечивающим сшивание полимера. Для удаления неполимеризованных частей фоторезиста использовался органический проявитель SU-8. После дальнейшего задубливания при температуре 150 °С микроформы становятся химически и механически стойкими. В результате были получены микроформы толщиной от 30 до 250 мкм и минимальным размером элемента 10 мкм (рис.1).

Структуры анализировали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с использованием полевого эмиссионного сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-4800. Они характеризуются высоким соотношением сторон, вертикальными боковыми стенками с низкой шероховатостью. Угол наклона боковых стенок составляет ± 1–3°.

Гальваническое покрытие нанокompозитных материалов. Для получения МЭМС-структур высокой надежности было проведено гальваническое нанесение нанокompозитных покрытий из электролита-суспензии в микроформы.

Нанокompозитные покрытия, содержащие ультратонкие частицы, осаждались из сульфатных, глициновых и уксусных ванн в ячейке проточного типа.

Концентрацию ультрадисперсных частиц варьировали от 0 до 10 г/дм³ (сухое вещество). Использовались ультратонкие частицы алмаза, оксида алюминия и моногидрата алюминия, а также микрочастицы твердой смазки BN. Средний размер частиц наноалмаза составил 7 нм, оксида алюминия – 47 нм, моногидрата алюминия – 20 нм и нитрида бора – 1 мкм.

Никелевые покрытия осаждают из ванны: вода сульфаминовой кислоты никеля – 400–420 г/л, борная кислота – 35–40 г/л, натриевая соль сахараина – 0,5–1 г/л, поверхностно-активное вещество – 0,2–2 г/л, ультрадисперсные частицы – 2–10 г/л, температура – 38–42 °С, плотность тока – 2,2–2,5 А/дм², pH – 4,0–4,2. Скорость осаждения составляла 30 мкм/ч. Экспериментально

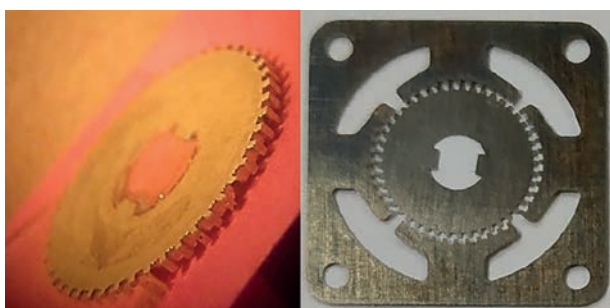


Рисунок 2 – Ротор и статор, изготовленные по технологиям УФ-излучения и гальванопокрытия

определена оптимальная концентрация ультрадисперсных частиц: Al_2O_3 – 4,0 г/л; УДД – 2,0 г/л, $AlO(OH)$ – 5,0 г/л.

Количество внедренных во время совместного осаждения частиц определяли методом как интегрального кулонометрического анализа на экспресс-анализаторе АН-7529, так и локальной Оже-спектроскопии. Микротвердость покрытий по Виккерсу измеряли при нагрузке 0,5 Н с помощью микрометра-II. Коэффициент трения и износ оценивались на испытательной машине FRETTING II. Объемы износа оценивали методом лазерной профилометрии RM600 после 100 000 циклов истирания.

Одной из основных характеристик никелевых покрытий являются внутренние напряжения. Большие напряжения могут быть причиной образования трещин в процессе осаждения или эксплуатации. Деформация и напряжение сжатия характерны для никелевых отложений. Напряжения сжатия определяются наличием примесей в электролите. Их значения зависят также от природы электролита. Покрытия, образующиеся из сульфатного электролита, имеют высокие внутренние напряжения, в то время как из сульфатного электролита – небольшое напряжение [3]. Установлено, что в сульфатном электролите при изменении концентрации соли никеля от 100 до 800 г/л наблюдается тенденция к снижению внутренних напряжений до нуля с последующим переходом на сжимающие напряжения. Значительное изменение произошло в диапазоне концентраций 350–650 г/л. Борная кислота практически не влияет на свойства никелевых пленок. Изменение рН-раствора оказывает большое влияние на величину внутреннего напряжения. Минимум напряжения смещается в область более высокого рН при снижении концентрации амидосульфата никеля. Внутренние напряжения пленок уменьшаются с повышением температуры электролита. Существует небольшое напряжение при температуре осаждения 60 °С. Это можно

объяснить увеличением размеров зерен при высокой температуре.

Твердость никелевых пленок незначительно зависит от концентрации амидосульфата никеля. Но она заметно меняется с увеличением плотности тока и рН-электролита. Это можно объяснить структурными изменениями покрытий. При повышении рН наблюдается измельчение структуры. Это приводит к увеличению твердости. Твердость резко снижается при высокой плотности тока. Она незначительно возрастает при плотности тока 1–5 А/дм². Твердость никелевых покрытий снижается на 15–20 % с повышением температуры электролита от 20 до 60 °С в результате увеличения размеров зерен. Твердость увеличивается при добавлении в электролит органических добавок, которые способствуют измельчению структуры. Этими добавками являются сахарин, бензолсульфид, пропаргиловый спирт. Твердость может быть увеличена до 600 – 700 кг/мм² путем дисперсионного упрочнения никелевой матрицы ультрадисперсными частицами.

Высокое аспектное отношение 3D-структур, вертикальные стенки металлических элементов и качественное заполнение форм металлом было получено в два этапа. Сначала был сформирован слой с высокой проводимостью толщиной от 50 до 300 Å. На втором этапе электрохимическое осаждение проводили с использованием двух технологических режимов: потенциостатического и гальваностатического.

Среди испытанных покрытий композитные никелевые покрытия, содержащие ультрадисперсные алмазные частицы, демонстрируют более низкий коэффициент трения. Количество частиц в покрытиях влияет на скорость износа.

Трение, износ и коррозия являются ключевыми проблемами для МЭМС с реальными механически подвижными элементами. Процессы кодирования позволяют получать нанокompозитные элементы с высокой эксплуатационной надежностью: износостойкость повышена в 2–2,5 раза, микротвердость – в 2 раза, коэффициент трения и ток коррозии снижены в 1,5 и

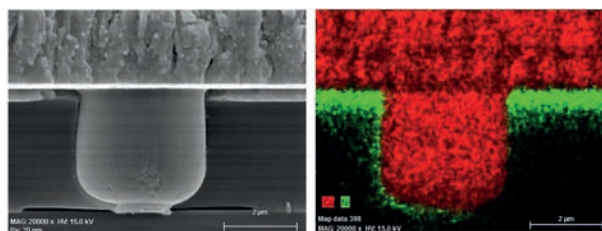


Рисунок 3 – СЭМ и АСМ 3D-структуры на основе Си диаметром 2 мкм и толщиной 2 мкм



1,6 раза соответственно. На рис. 2 показаны ротор и статор, изготовленные по технологиям УФ-излучения и гальванопокрытия, размер зуба – 220 мкм.

Также выполнялось осаждение в матрицы-формы изолированных глухих отверстий в оксиде кремния толщиной 2 мкм. Диаметр отверстий составляет 0,35–3,5 мкм, шаг – 0,5–7 мкм, матрица содержит от 20 000 до 750 000 контактов, например проводящие контакты между слоями металлизации, МЭМС-элементы биочипов (рис. 3).

Отверстия были заполнены медью и никелем с помощью вакуумных технологий, гальванических покрытий и комплексных процессов. Исследовано влияние гидродинамических условий на заполнение конструкций. Было установлено, что качество заполнения значительно улучшается

при переходе от статического к ламинарному и далее к турбулентному режиму.

Образцы были изучены с помощью оптической и СЭМ-микроскопии. Для установления химического состава был проведен анализ EDX. Показано качественное заполнение таких структур.

Выводы. В работе описана технология УФ-излучения для изготовления МЭМС. Использование уникального фоторезиста SU-8 позволяет получать узорчатые микромолекулы МЭМС-элементов толщиной от 30 до 250 мкм и минимальным размером элемента 10 мкм. Путем варьирования параметров процесса литографии был изготовлен HARMS с углом наклона боковых стенок, равным 1°. Для получения микроструктур с высокой эксплуатационной надежностью были нанесены и испытаны наноккомпозитные материалы с инертными микро- и наночастицами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Wenbin Wei, Shuangyue Hou, Zhao Wu, Yue Hu, Yi Wang, Lijuan Chen, Ying Xiong, Yangchao Tian and Gang Liu. Optical Detection Method for High Aspect Ratio Microstructures/ *Micromachines* 2020, 11, 296; doi:10.3390/mi11030296.
2. Гуртов, В. А. Микроэлектромеханические системы / В. А. Гуртов, М. А. Беляев, А. Г. Бакшеева. – Петрозаводск: Из-во ПетрГУ, 2016. – 171 с.
3. Фомин, Т. С. Влияние состава электролита и режима электролиза на выход по току никеля / Т. С. Фомин, Д. С. Ивчин. – Текст: непосредственный // *Молодой ученый*. – 2021. – № 4 (346). – С. 89–91. – Режим доступа: <https://moluch.ru/archive/346/77977/>. – Дата доступа: 13.05.2021.

The paper presents the features of electrochemical deposition of nanocomposite materials in integration with UV-photolithography for in microelectromechanical systems (MEMS). To increase the reliability of MEMS, to use of electrochemical deposition technology in conjunction with UV-lithography of a thick-film photoresist is proposed. The technology of electrochemical co-deposition of composite materials based on Ni, Cu, and Co-P with ultrafine nanoparticles is described.

Keywords: electroplating, nanocomposite materials, MEMS, UV-LIGA, 3D components.

Получено 29.06.2021.