

УДК 621.3.049.77:535.65: 621.794.61

## ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ ФОРМИРОВАНИЯ Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> МИКРОСТРУКТУР ДЛЯ МОЩНЫХ ЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИХ СИСТЕМ

В.А. СОКОЛ, Д.Л. ШИМАНОВИЧ, Г.В. ЛИТВИНОВИЧ

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники  
П.Бровки, 6, Минск, 220013, Беларусь

Поступила в редакцию 28 июня 2012

В результате проделанной работы получены алюмооксидные структуры Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, особенностью которых является значительная высота алюминиевых контактных площадок и проводящих элементов (300...450 мкм); большая толщина анодного оксида алюминия (150...600 мкм) с высокими пробивными напряжениями между контактными площадками (~8 кВ), которые могут быть использованы в мощных электромеханических системах. Исследованы методы высокоскоростного анодирования, локального глубокого анодирования и химического травления, позволяющие добиться получения практически вертикального профиля стенок в системе Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

**Ключевые слова:** алюминий, анодирование, алюмооксидная технология, анодный оксид алюминия, микроструктура Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, проводящие контактные площадки и дорожки, межэлементная изоляция, грунтовка, пробивные напряжения.

### Введение

В реализации ряда технологий разработчикам часто приходится осуществлять поиск новых материалов с присущими только им уникальными свойствами. Одним из таких материалов является анодный оксид алюминия (АОА), который обладает чрезвычайно развитой пористой структурой. Формируется он на поверхности образцов алюминия и его сплавов путем электрохимического окисления (анодирования), получившим в последующем свое развитие название алюмооксидной технологии (ЭЛАТ) [1,2]. АОА обладает достаточно однородной упорядоченной ячеистой структурой большой плотности. В центре шестиугольных ячеек располагаются цилиндрические наноразмерные поры, пронизывающие всю толщину анодного оксида алюминия. Ему присущи высокие электрофизические характеристики и физико-механические свойства. Важен тот факт, что процессом формирования АОА можно целенаправленно управлять, достигая, тем самым, необходимых в получаемых структурах эксплуатационных характеристик. Отмеченное выше и позволяет считать анодный оксид алюминия (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) уникальным материалом, находящим все более широкое применение в различных областях техники [3–9].

В данной работе ставилась задача сформировать, используя алюмооксидную технологию, микроструктуру Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, содержащую межэлементные изолирующие области на основе Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> шириной менее миллиметра и высотой несколько сотен микрометров и проводящие элементы из алюминиевого материала (дорожки, площадки) толщиной сотни микрометров – для электромеханических систем с высоким значением пробивных напряжений.

### Экспериментальная часть и результаты

В разрабатываемой структуре при формировании межэлементной изоляции Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с минимальной шириной ~0,5 мм, высотой 150...600 мкм и алюминиевых (Al) коммутационных проводников толщиной 300...450 мкм нами использовались два технологических способа. В обоих из них рисунок создавался стандартным фотолитографическим методом (нанесение фо-

торезиста, сушка, экспонирование, проявление и задубливание). В первом из способов, осуществлялось анодирование в открытых от фоторезиста местах алюминия, а во втором – основной процесс анодирования на заключительном этапе был заменен химическим травлением. Отличительной особенностью в конструкции и способе изготовления предлагаемых структур Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> является то, что коммутационные элементы и контактные площадки формировались на основе толстого анодного слоя Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, который выполнял роль несущей диэлектрической подложки и одновременно межэлементной диэлектрической среды. В первом из них такую алюмооксидную микроструктуру с четкой без бокового ухода границей удалось получить только на подложках алюминия высокой чистоты, а во втором – после ряда предварительных операций, положительный результат достигнут и для его сплавов.

Ниже изложены более подробно технологические приемы изготовления полученных нами образцов. Так, после предварительных исследований и отбора, исходными подложками в первом случае были Al пластины (99,99 %) с качеством обработки поверхности 12 класса чистоты, размером 55 × 55 × 0,4 мм. На их лицевой стороне с помощью операции фотолитографии создавался рисунок формируемой микроструктуры, а обратная сторона полностью маскировалась. Анодирование подложек осуществлялось в электрохимической ванне из нержавеющей стали (корпус ванны служил катодом) с объемом электролита до 50 литров. В качестве электролита использовался 5%-ный водный раствор щавелевой кислоты (H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>). Образец крепился в титановом (Ti) держателе на карусели, которая вращалась с заданной скоростью, создавая на нем нужные условия для отбора тепла и устранения температурного градиента. Система охлаждения поддерживала температуру электролита 15...18 °C. При анодировании использовался гальваностатический режим: плотность тока соответствовала 20 mA/cm<sup>2</sup>. Длительностью процесса анодирования задавалась толщина Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (в изолирующих областях 450 мкм). Завершив формирование анодного Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на лицевой стороне образца, процесс электрохимического окисления прерывался. Маскирующее покрытие с обратной стороны образца удалялось и наносилось затем на его лицевую сторону. Дальше анодирование вновь возобновлялось, но уже с обратной стороны образца, до момента сквозного прокисления в изолирующих областях. Толщина Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, сформированного с обратной стороны образца, приблизительно соответствовала 150 мкм.

Выделим здесь некоторые технологические особенности создания таких микроструктур Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Формирование и использование анодного Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> значительной толщины уже может быть выделено в самостоятельное научное направление, в рамках которого требуются дополнительные разработки и теоретические уточнения, например, исследование динамики поставки электролита в таких протяженных наноразмерных порах и т.д.. Из выполненных же исследований можно отметить значительное влияние размерных факторов (ширины изолирующих областей и их высоты) на процесс анодирования, а точнее, на скорость роста и травления Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Наличие примеси в исходном материале образца на определенном этапе роста АОА (в нашем случае при толщине Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> более 100 мкм) блокирует его формирование возможно из-за обильного газовыделения в таких капиллярах или миграции и локализации самой примеси. Основным же результатом излагаемого здесь эксперимента следует считать получение, благодаря используемой алюмооксидной технологии, микроструктур Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с указанными структурно-геометрическими параметрами.

Во втором технологическом способе подобные микроструктуры Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> получены на сплаве алюминия марки АОН 1734. Важно отметить, что в первом способе при создании структур Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> предъявлялись высокие требования к степени шероховатости и методам обработки поверхности исходных образцов алюминия, т.к. в противном случае на границе двух встречных слоев в объеме анодного Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> могут оставаться непроанодированные островки Al, которые обусловлены дефектностью поверхности исходного алюминия (царапинами, углублениями, примесью или разнотолщинностью по площади самого образца), что в конечном итоге приводит к замыканию проводящих элементов в местах, где необходима межэлементная изоляция. В связи с вышесказанным для образцов сплава алюминия встал вопрос замены заключительного сквозного этапа анодирования на травление в определенный момент формирования Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и введение в технологию либо еще одного этапа анодирования (метод ступенчатого анодирования), либо операции избирательного химического травления остаточного Al до нижнего слоя оксида алюминия (несущей части системы Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Реализация этого способа стала воз-

можной в результате применения технологического приема создания дополнительной (страхующей) маски из анодного оксида алюминия небольшой толщины при последующем избирательном травлении Al на заключительной стадии.

В проведенных исследованиях осуществлена попытка максимально сократить время толстослойного анодного оксидирования, т.е. мы использовали так называемое высокоскоростное анодирование за счет значительного повышения плотности электрического тока, концентрации и температуры электролита. Использование таких режимов и условий анодирования для алюминия высокой чистоты часто приводит к явлению пригорания, т.е. разрушению анодной пленки в отдельных местах, где происходит концентрация электрического тока и, вследствие этого, значительное выделение джоулева тепла. Выражается это в резком снижении напряжения анодирования с изменением цвета анодного оксида алюминия и ухудшении его диэлектрических, физико-механических свойств. Для образцов же сплава алюминия марки АОН 1734 такое технологическое решение по высокоскоростному анодированию оказалось более выполнимым. Кроме того, предварительные исследования кинетики анодирования сплава алюминия АОН 1734 показали, что использование при длительном толстослойном оксидировании Al только гальваностатического режима затруднительно из-за значительного увеличения, с течением времени, напряжения анодирования, которое приходится ограничивать во избежание искрений и пригораний. Это вынуждает переходить на потенциостатический режим при значениях ограничивающего напряжения величиной 200...220 В (традиционное ~150 В) без появления указанных выше нежелательных явлений.

Размер используемых в работе исходных пластин сплава алюминия АОН 1734 составлял  $50 \times 50 \times 0,55$  мм. Они были подвергнуты обезжириванию, терморихтовке и травлению в 10%-ном водном растворе NaOH, что обеспечило снятие напряжений и более равномерное перераспределение легирующей примеси в объеме образца, плоскость его сторон и удаление поверхностного дефектного слоя, соответственно. Далее осуществлялось маскирование одной из сторон пластины по предварительно сформированному барьерному слою  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (с целью обеспечения удовлетворительной адгезии этого защитного слоя к поверхности образца при дальнейшем толстослойном анодировании). Электролитом, в данном случае, служил водный раствор щавелевой кислоты повышенной концентрации (10%  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ). Процесс скоростного анодирования немаскированной стороны образца проводился в комбинированном режиме: вначале в гальваностатическом – при плотности тока  $j=70 \text{ mA/cm}^2$ , а затем в потенциостатическом – при ограничивающем напряжении  $U_a(\text{огр.})=220$  В. Это позволило сформировать анодный  $\text{Al}_2\text{O}_3$  толщиной 150 мкм за 2,5 ч, т.е. более чем в два раза быстрее традиционного анодирования в 5%-ном  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  при  $j=30 \text{ mA/cm}^2$  и  $U_a(\text{огр.})=150$  В. Этот сформированный анодный  $\text{Al}_2\text{O}_3$  выполняет функцию несущей диэлектрической подложки в создаваемой нами алюмооксидной системе.

На последующем этапе защитная маска удаляется и проводится анодирование лицевой стороны образца при следующих умеренных условиях: в 5%-ном щавелевокислом электролите при  $j=30 \text{ mA/cm}^2$ , в результате чего сформирован анодный  $\text{Al}_2\text{O}_3$  толщиной ~5 мкм. Сформированный на этом этапе тонкий слой оксида алюминия с меньшим диаметром пор выполняет роль дополнительной маски при глубоком локальном травлении Al на заключительной стадии разработанной технологии. Далее следует операция фотолитографии, для создания рисунка будущих коммутационных элементов и контактных площадок, сверху тонкого слоя  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

После фотолитографии вновь осуществляется процесс анодирования, но уже в 10%-ном водном растворе  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  при плотности тока  $j=70 \text{ mA/cm}^2$  (гальваностатический режим). В местах, свободных от фоторезиста (на будущих межэлементных изоляционных участках), формируется оксид алюминия толщиной ~50 мкм с последующим травлением его на всю глубину до Al в растворе  $\text{Cr}_2\text{O}_3 : \text{H}_3\text{PO}_4 : \text{H}_2\text{O}$  (20 г/л : 35 мл/л : 1 л) при температуре  $T=85^\circ\text{C}$ . Была замечена нецелесообразность выращивания более толстого оксидного слоя из-за существующего коэффициента объемного роста при превращении Al в  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , когда начинает сказываться связанный с ним краевой эффект на границе фоторезистивных масок. На рис. 1 представлены поперечные шлифы формируемой Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> системы на данном этапе.

Необходимо учесть, что при создании системы межсоединений важным является вопрос вертикальности стенок дорожек металлизации и контактных площадок. Из сравнительно-

го анализа вертикальности стенок при анодировании и травлении (исследованы шлифы поперечных срезов системы Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при этих процессах) были оптимизированы технологические приемы и сочетание операций анодирования и травления. Исходя из этого, далее осуществляли травление вскрытого Al на всю его глубину до нижнего несущего слоя Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с образованием межэлементных диэлектрических областей в избирательном травителе HCl : CuCl<sub>2</sub> : H<sub>2</sub>O при  $T=18\text{ }^{\circ}\text{C}$  с обязательной фиксацией образца в горизонтальном положении. Наличие под фоторезистивной маской пористого оксида Al толщиной 5 мкм позволило проводить глубокое травление Al в нужных участках, даже в случае ухудшения адгезии самой фоторезистивной маски. То Еще раз отметим значимость этого тонкого слоя Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, который выполняет важную роль дополнительной (страхующей) маски с качественным ее сохранением при глубоком химическом травлении Al в избирательном травителе и не допускает бокового растрата с уходом от заданных размеров разрабатываемой структуры. В работе получены практически вертикальные стенки контактных площадок и проводящих алюминиевых дорожек с высотой профиля ~450 мкм.

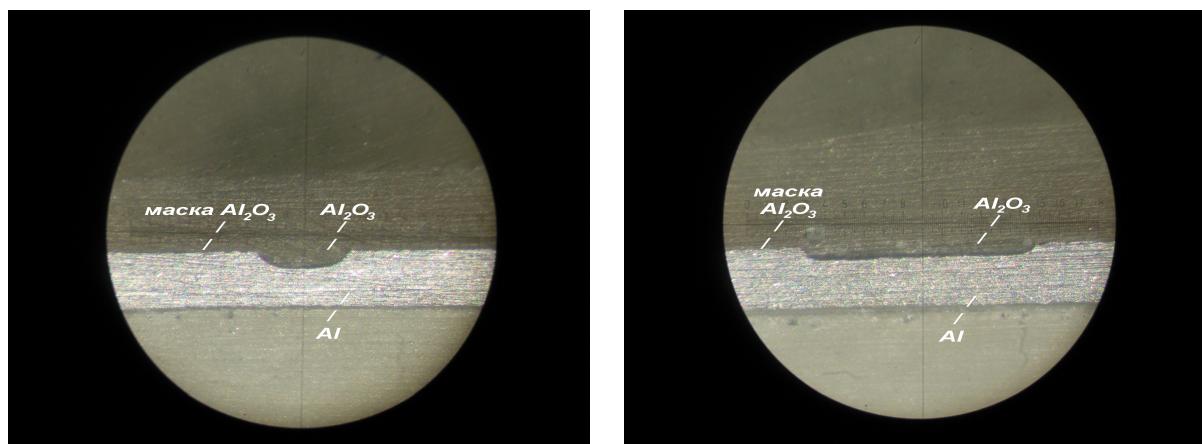


Рис.1. Поперечные шлифы Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> микроструктуры до стадии травления Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Al в межэлементных зонах.

На заключительном этапе разработанной технологии осуществлялось снятие фоторезистивных масок и вскрытие окон в верхнем тонком слое анодного оксида алюминия до Al под монтаж навесных элементов с предварительным использованием еще операции химического никелирования.

На рис. 2, а, б представлены последовательность технологических операций и фотографии сформированных микроструктур Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с использованием двух рассмотренных здесь технологических способов.

Кроме того, дополнительно были проведены исследования по грунтовке, т.е. уплотнению пористого оксида алюминия на обратной (несущей) стороне системы Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> органическим наполнителем. Грунтовочный состав находился только в порах оксида алюминия и отсутствовал на его поверхности. Используемая операция уплотнения позволила увеличить пробивные напряжения в системе до ~8 кВ.

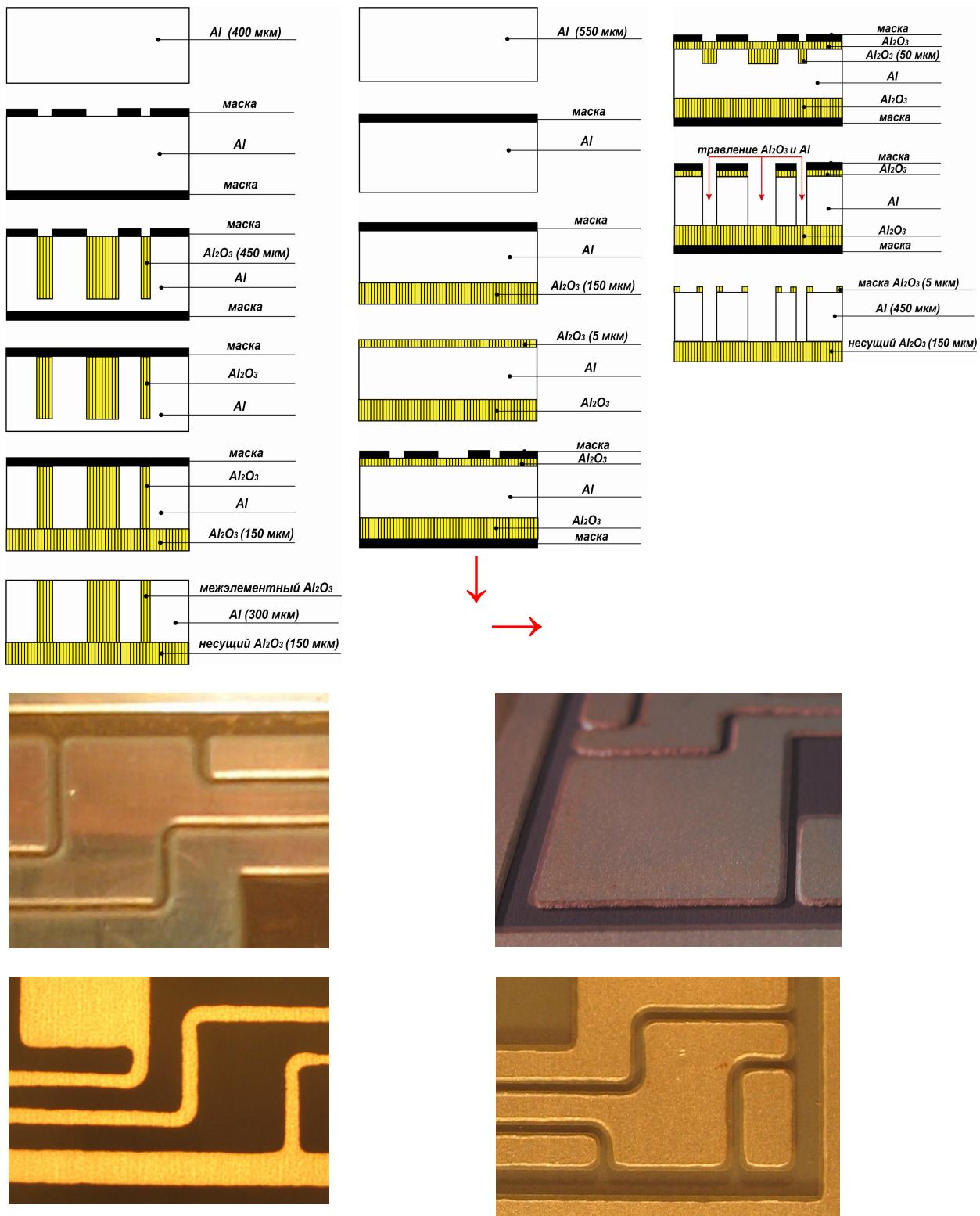


Рис.2. Последовательность технологических операций и фотографии Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> микроструктуры:  
*а* – первый технологический способ; *б* – второй технологический способ  
(верхние снимки – при отражении, нижние – на просвет)

## **Заключение**

Таким образом, путем использования алюмооксидной технологии и ряда технологических приемов сформирована Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> микроструктура, содержащая межэлементные изолирующие области на основе анодного оксида алюминия шириной менее миллиметра и высотой несколько сотен микрометров и проводящие элементы из Al толщиной сотни микрометров без бокового растрата и ухода от заданных размеров для электромеханических систем с высоким значением пробивных напряжений.

## **TECHNOLOGICAL TECHNIQUES OF AL-AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MICROSTRUCTURES FORMATION FOR POWERFUL ELECTROMECHANICAL SYSTEMS**

V.A. SOKOL, D.L. SHIMANOVICH, G.V. LITVINOVICH

### **Abstract**

Thus, Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> structures characteristic features of which are the considerable height (300 – 450 μm) of contact pads and conducting lines, the high thickness (150 – 600 μm) of insulating anodic alumina with high breakdown voltages between the contact pads (up to 8 kV) were made in the present work. Such structures may be used in power electromechanical systems. Methods of the high-speed anodization, of the deep anodization and chemical etching were investigated to provide practically vertical walls in the Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system.

### **Список литературы**

1. Сокол В.А. Анодные оксиды алюминия. Минск, 2011.
2. Лынъков Л.М., Мухуров Н.И. Микроструктуры на основе анодной алюмооксидной технологии. Минск, 2002.
3. Сокол В.А. // Печатный монтаж. 2010. № 4. С. 18.
4. Сокол В.А., Шиманович Д.Л., Сякерский В.С. // Докл. БГУИР. 2009. № 6(44). С.36.
5. Sokol V., Litvinovich G., Balucani M., et. al. // 12 th international workshop on new approaches to high-tech «NANO-DESIGN, TECHNOLOGY, COMPUTER SIMULATIONS», Minsk, Belarus. 2008. Р. 128.
6. Сокол В.А. Электрохимическая технология гибридных интегральных микросхем. Минск, 2004.
7. Лабунов В.А., Тимошков Ю.В., Тимошков В.Ю., и др. // Сб. тез. межд. форума по нанотех. «Rusnanotech 08». М., 2008. Т. 2. С. 45.
8. Тимошков Ю.В., Тимошков В.Ю., Курмашев В.И., и др. // Матер. 19-го межд. симпозиума «Перспективные технологии дисплеев и полупроводниковой техники». Минск, 2011. С. 114.
9. Мухуров Н.И., Ефремов Г.И., Мусский А.С. // Докл. БГУИР. 2007. № 1(17). С. 79.