

УДК 531.768

А.М. Минкин

ПАО «Пермская научно-производственная приборостроительная компания»,
Пермь, Россия

ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ЭЛЕМЕНТА КВАРЦЕВОГО АКСЕЛЕРОМЕТРА МЕТОДОМ ОБЪЕМНОЙ МИКРООБРАБОТКИ

Представлен обзор технологий изготовления чувствительного элемента акселерометра из кварцевого стекла. Среди всех доступных на сегодняшний день процессов травления именно жидкостное химическое травление остается одним из недорогих и эффективных решений микрообработки кварцевого стекла. Процесс обеспечивает формирование симметричных упругих перемычек с гладкой поверхностью.

В ходе работы получены рекомендации по выбору материала металлической маски, обеспечивающей длительное бездефектное травление стекла в растворе плавиковой кислоты. Основными дефектами, ограничивающими процесс глубокого жидкостного травления, являются точечные дефекты или пинхолы, а также дефекты в виде надрезов, которые появляются на краях вытравленных структур. Показано, что пленка молибдена является основным материалом для использования в качестве защитного покрытия в процессах изготовления деталей из стекла.

Экспериментально исследовано наличие внутренних напряжений в маятнике из кварцевого стекла, изготовленного по традиционной и групповой технологии. Сжимающие напряжения, возникающие в стекле при лазерной резке заготовок по традиционной технологии, не удается полностью удалить даже в процессе длительной высокотемпературной обработки. Изготовление маятника методом химического травления по групповой технологии исключает появление внутренних напряжений в стекле, а следовательно, способствует повышению точности акселерометров.

Ключевые слова: кварцевый акселерометр, кварцевое стекло, маятник, пиццин, групповая технология, химическое травление, плавиковая кислота, внутренние напряжения, защитное покрытие, молибден.

A.M. Minkin

PJSC Perm Scientific-Industrial Instrument Making Company,
Perm, Russian Federation

FABRICATION TECHNOLOGY OF A SENSITIVE ELEMENT OF Q-FLEX ACCELEROMETER BY VOLUME MICROMACHINING

The article is devoted to a review of manufacturing method of a sensitive element of Q-Flex accelerometer. Of all the etching processes available today, it is wet chemical etching that remains one of the low-cost and effective solutions for the micromachining of fused silica. The process provides the formation of symmetrical elastic jumpers with a smooth surface.

In the course of the work, recommendations were obtained on the choice of the metal mask material that ensures long defect-free etching of the glass in a hydrofluoric acid solution. The main defects limiting the process of deep etching are pinholes, as well as defects notching defects on the edges. It is shown that the molybdenum film is the main material for use as a protective coating in the manufacturing processes of glass detail.

The presence of internal stresses in a fused silica pendulum made by traditional and batch technology was experimentally investigated. The compressive stresses arising in the glass during laser cutting of workpieces using traditional technology cannot be completely removed even during prolonged high-temperature processing. The manufacture of a pendulum by wet etching using batch technology eliminates the appearance of internal stresses in the glass and, therefore, improves the accuracy of accelerometers.

Keywords: Q-flex accelerometer, fused silica, pendulum, picein, batch technology, wet etching, hydrofluoric acid, mechanical stresses, protective film, molybdenum.

Введение

В настоящее время компенсационные кварцевые акселерометры широко применяют в бесплатформенных инерциальных навигационных системах в качестве датчиков линейных ускорений. Однако потребность в высокоточных и надежных датчиках удовлетворяется частично. У акселерометров наблюдаются невоспроизводимость параметра смещения нулевого сигнала при воздействии предельных температур и ускорений, а также нелинейности и дрейфа чувствительности. Данные факты указывают на возможность дополнительного улучшения характеристик датчиков. Можно предположить следующие пути совершенствования датчиков [1]:

- разработка датчиков, работа которых основана на новых физических принципах и эффектах;
- улучшение и повышение сложности конструкции датчиков;
- совершенствование и создание новых технологий производства;
- создание и применение новых конструкционных, функциональных и интеллектуальных материалов.

Наиболее ответственным элементом акселерометра является маятниковый узел прибора, выполненный из кварцевого стекла (рис. 1). Опорная рамка закрепляется на трех установочных платиках в корпус магнитной системы. Пластики обеспечивают воздушный зазор 25 мкм между лопастью подвеса и поверхностью магнитных систем. Под действием ускорения подвижная лопасть, закрепленная на двух упругих перемычках, толщиной 20 мкм, смещается относительно неподвижной опорной рамки. При этом смещение регистрируется дифференциальным емкостным датчиком угла [2].

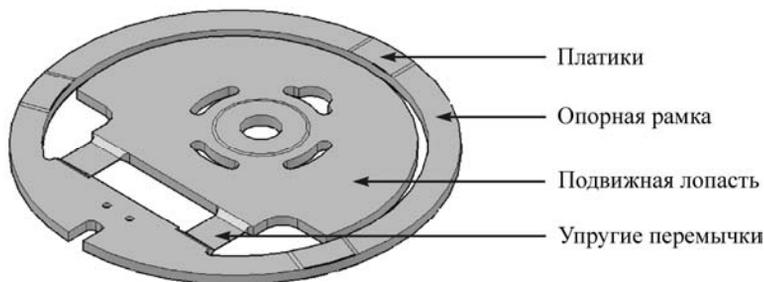


Рис. 1. Изображение кварцевого маятника

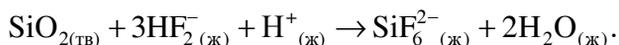
Использование современных методов объемной микрообработки для изготовления кварцевого маятника дает возможность улучшить параметры акселерометра.

Цель данной работы – обзор используемых технологий для изготовления кварцевого маятника и их влияние на параметры компенсационного акселерометра типа Q-flex.

Технологии изготовления чувствительного элемента

В настоящее время существует несколько технологий микрообработки стекла, которые можно разбить на три группы: струйно-абразивная обработка, ионное и химическое травление [3]. При изготовлении чувствительного элемента акселерометра необходимо обеспечить низкую шероховатость поверхности формируемых упругих перемычек, а также отсутствие повреждений данной поверхности, которые могут быть вызваны бомбардирующими ионами и абразивными частицами. Таким образом, метод жидкостного травления остается одним из недорогих и эффективных решений для получения микроразмерных структур на стеклянной подложке.

Плавиковая кислота (HF) является одним из немногих химических веществ, которая может растворить кварцевое стекло. Поэтому, несмотря на высокую токсичность, ее широко используют в микроэлектронике. Растворение кварцевого стекла (SiO_2) в плавиковой кислоте можно представить следующим образом [4]:



Стекло является аморфным материалом, поэтому процесс химического травления носит изотропный характер ($\Delta U/\Delta D = 1/1$), а профиль структур травления имеет форму дуги окружности (рис. 2).

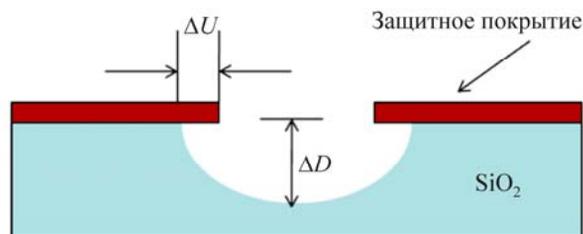


Рис. 2. Формирование бокового подтравы при изотропном травлении стекла [5]

Кроме того, кварцевое стекло имеет низкую скорость травления (~1,0 мкм/мин) даже в концентрированной плавиковой кислоте (47–49 мас.%). Следовательно, чтобы сформировать полость глубиной 300 мкм потребуется около 5 ч травления. Скорость травления кварцевого стекла может быть увеличена в 3 раза при повышении температуры раствора до 40–50 °С. Таким образом, время травления можно уменьшить до 1,6 ч.

Традиционная технология.

В России для получения кварцевых маятников используют жидкостное травление в плавиковой кислоте индивидуальных заготовок через пицеиновое маскирующее покрытие (рис. 3), которое наносится на поверхность стекла вручную по заданному трафарету [6, 7]. Пицеин представляет собой смесь церезина и сосновой канифоли. Покрытие имеет низкую температуру размягчения (менее 50 °С) и невысокую адгезию к кварцевому стеклу.



а



б

Рис. 3. Изображение заготовки маятника с маской на этапах формирования платиков (а) и упругих перемычек (б)

Из-за низкой прочности сцепления пидцеина с поверхностью стекла при формировании перемычек появляется большой боковой подтрав. Чтобы уменьшить величину подтрав, требуется повторно нанести топологию перемычек. Операцию «выравнивания» границ перемычек осуществляют после травления стекла на глубину 50 мкм. Таким образом, у изготавливаемых маятников длина перемычек может варьироваться от 10 до 30 %.

Индивидуальные заготовки маятников получают лазерной резкой при помощи CO₂-лазера, что приводит к структурным изменениям стекла [8]. Технологический маршрут изготовления маятника представлен на рис. 4.

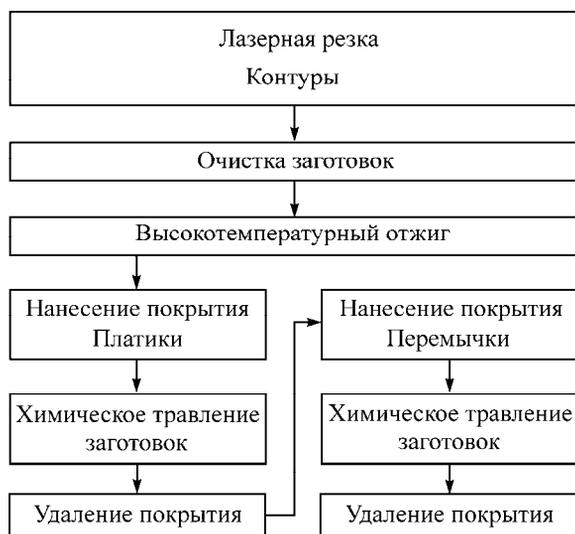


Рис. 4. Схема традиционного технологического маршрута изготовления маятников из кварцевого стекла

Групповая технология.

В настоящее время проводятся исследования по созданию групповой технологии формирования структур на поверхности пластин из кварцевого стекла через тонкопленочную маску с помощью глубокого травления во фторсодержащих средах [9]. Схема технологии изготовления маятника показана на рис. 5, которая включает стандартные процессы микроэлектроники. Использование методов фотолитографии позволяет получить топологию маятника на поверхности подложки с точностью до 1 мкм.



Рис. 5. Схема группового технологического маршрута изготовления маятников из кварцевого стекла

Маскирующее покрытие при изотропном травлении стекла является одним из определяющих параметров при формировании структур. К данным покрытиям предъявляется ряд требований:

- химическая устойчивость к реагентам, растворяющим материал подложки;

- высокая адгезия к поверхности подложки;
- высокое качество покрытия, т.е. отсутствие трещин и точечных проколов;
- возможность удаления покрытия без повреждения поверхности подложки.

При травлении в качестве маскирующего покрытия используют фоторезист, металлы, кремний и его соединения [10].

Область применения фоторезиста ограничена, так как наблюдается относительно большое боковое подтравливание (10:1) в результате проникновения HF по границе раздела «фоторезист–подложка».

Наиболее распространённым покрытием в процессах микрообработки стекла является многослойная пленочная система, состоящая из адгезионного подслоя хрома (толщиной 10–50 нм) и кислотостойкого слоя золота или меди. Одним из недостатков, присущих пленкам, является наличие точечных дефектов, которые образуются на поверхности стекла в результате проникновения молекул HF по межзеренным границам и микродефектам пленки [11]. Поэтому целесообразно рассмотреть в качестве подслоя ряд металлов, кроме хрома.

В работе [12] проведено исследование химической стойкости различных однослойных металлических покрытий (Cr, Mo, W, Cu, Ag, Al, Ni, Ta, Pt) в конц. HF. Сравнительные характеристики покрытий приведены в таблице. Авторы доказали, что именно пленка молибдена является основным материалом для использования в качестве защитного покрытия в процессах формирования деталей из стекла. Молибден имеет низкую скорость растворения в плавиковой кислоте – около 19 Å/мин, а также высокую адгезию к стеклянной подложке.

Параметры однослойных металлических покрытий

Материалы	Скорость растворения пленок в конц. HF, Å/мин [12]	Адгезия к стеклу, g [13]
Mo	19	>500
Cr	528	>500
Ti	120000	>500
Ni	2632	300

Следует отметить, что в отличие от гидрофильной природы поверхности золота (величина равновесного краевого угла смачива-

ния $\theta_{\text{H}_2\text{O}} \sim 0^\circ$ [14]), поверхность молибдена является гидрофобной ($\theta_{\text{H}_2\text{O}} \sim 42\text{--}65^\circ$ [15]), что затрудняет проникновение раствора травления через микродефекты в покрытии.

Таким образом, использование однослойных и многослойных покрытий с подслоем молибдена позволит увеличить глубину бездефектного травления плавленого стекла.

Травление стекла является изотропным процессом, поэтому при одновременном травлении подложки с двух сторон формируется V-образный профиль боковой поверхности детали, который представлен на рис. 6. Подобная форма боковой поверхности маятника затрудняет процесс сборки и использование деталей в акселерометрах. В связи с этим выполняется алмазно-абразивная обработка кромки стекла в сочетании с химическим травлением для удаления нарушенного слоя. Таким образом, удастся обеспечить высокую точность латеральных размеров кварцевого маятника.

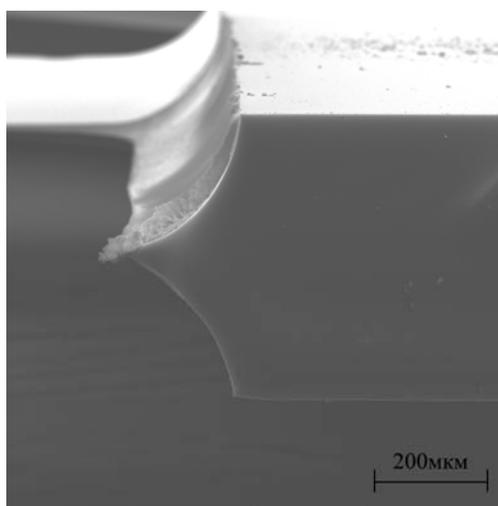


Рис. 6. Микрофотография боковой поверхности кварцевого маятника, изготовленного по групповой технологии

Рассмотренный технологический процесс позволяет сократить длительность операций по сравнению с традиционным подходом за счет исключения продолжительного отжига заготовок и применения группового метода обработки деталей. На одной подложке $\varnothing 100$ мм можно разместить до 9 маятников (до $\varnothing 20$ мм).

Влияние технологии изготовления на характеристики маятника

При изготовлении маятников по традиционной технологии формирование контуров маятника осуществляется при помощи лазерной резки. Известно, что в процессе лазерного воздействия в стекле возникают сжимающие напряжения величиной около 20 МПа на расстоянии 80–100 мкм [16]. Для релаксации внутренних напряжений проводят термическую обработку в течение 10 ч при 1000 °С.

При помощи метода оптической поляриметрии на микроскопе Olympus MX61 получено изображение поля напряжений элементов маятника. На рис. 7, а видно, что образовавшиеся в процессе лазерной резки напряжения не удается полностью устранить даже после термической обработки. Наличие внутренних напряжений в материале маятника приводит к изменению начального выходного сигнала, появлению погрешности измерений.

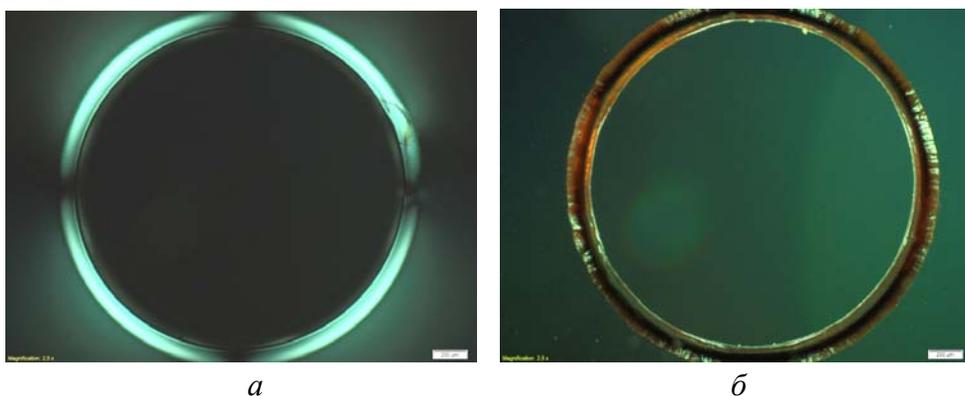


Рис. 7. Изображение отверстия кварцевого маятника в поляризованном свете, полученное методом лазерной резки (а) и химического травления (б)

Таким образом, важнейшим достоинством групповой технологии является отсутствие операций, которые приводят к появлению внутренних напряжений в кварцевом стекле (рис.7, б), что будет способствовать увеличению точности приборов.

Заключение

1. Рассмотрены технологические маршруты химической микрообработки стекла. Групповой процесс по сравнению с традиционной

технологией позволяет не только снизить трудоемкость микрообработки стеклянных пластин за счет автоматизации процесса формирования маски, но и сохранить структуру и свойства заготовки кварцевого стекла.

2. Определено, что пленка молибдена является наилучшим материалом для использования в качестве защитного покрытия в процессах формирования деталей из кварцевого стекла. Молибден имеет низкую скорость растворения в плавиковой кислоте около $19 \text{ \AA} / \text{мин}$, а также высокую адгезию к стеклянной подложке.

3. Исследовано влияние технологических особенностей изготовления кварцевых маятников на наличие внутренних напряжений в материале. Изготовление маятника методом химического травления по групповой технологии исключает появление внутренних напряжений в стекле, а следовательно, способствует повышению точности акселерометров.

Список литературы

1. Заломов С.В., Вавилов В.Д. Перспективы развития микромеханической техники // Приволжский научный вестник. – 2014. – № 12–3(40). – С. 34–37.

2. Гибридные микроэлектромеханические гироскопы и акселерометры / С.Ф. Коновалов, Ю.А. Пономарев, Д.В. Майоров, В.П. Подчезерцев, А.Г. Сидоров // Наука и образование: электрон. журн. МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2011. – № 10. – С. 1–21. – URL: <http://technomag.edu.ru/doc/219257.html> (дата обращения: 02.11.19).

3. Toan N.V., Toda M., Ono T. An Investigation of Processes for Glass Micromachining // *Micromachines*. – 2016. – No. 7. – 12 p. DOI: 10.3390/mi7030051

4. Osseo-Asare K. Etching Kinetics of Silicon Dioxide in Aqueous Fluoride Solutions: A Surface Complexation Model // *Journal of The Electrochemical Society*. – 1996. – No. 143. – P. 1339–1347. DOI: 10.1149/1.1836640

5. Characterization of deep wet etching of fused silica glass for single cell and optical sensor deposition / H. Zhu, M. Holl, T. Ray, S. Bhushan, D. Meldrum // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. – 2009. – No. 19. – 8 p. DOI: 10.1088/0960-1317/19/6/065013

6. Шишлов А. В.. Технологическое обеспечение равномерности покрытий для деталей гироскопических приборов на установках магнетронного распыления: дис. ... канд. техн. наук. – М., 2016. – 208 с.

7. Бугорков К.Н., Сагателян Г. Р. Возможности плазмохимического травления стекла по диодной схеме // *Машиностроение и компьютерные технологии*. – 2017. – № 11. – С. 44–63.

8. Structural modification of silica glass by laser scanning / J. Zhao, J. Sullivan, J. Zayas, T. D. Bennett // *Journal of Applied Physics*. – 2004. – No. 95. – P. 5475–5482. DOI:10.1063/1.1703832

9. Особенности создания чувствительных элементов кремниевых и кварцевых маятниковых акселерометров / Е.В. Ветрова, И.П. Смирнов, Д.В. Козлов, В.М. Запетляев // *Ракетно-космическое приборостроение и информационные системы*. – 2017. – Т. 4. – Вып. 2. – С. 95–102. DOI: 10.17238/issn2409-0239.2017.2.95

10. Piescu C., Tay F.E.H. Wet etching of glass // *Semiconductor Conference*. – 2005. – P. 35–44. DOI: 10.1109/SMICND.2005.1558704

11. Deep wet etching of borosilicate glass and fused silica with dehydrated AZ4330 and a Cr/Au mask / J.Y. Jin, S. Yoo, J.S. Bae, Y.K. Kim // *Journal of Micromechanics and Microengineering*. – 2014. – No. 24. – 16 p.

12. McKenzie T.G. Thin Film Resistance to Hydrofluoric Acid Etch with Applications in Monolithic Microelectronic / *MEMS Integration – Atlanta: Georgia Institute of Technology*, 2003. – 70 p.

13. Benjamin P., Weaver C. The adhesion of evaporated metal films on glass // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*. – 1961. – No. 261. – P. 516–531. DOI: 10.1098/rspa.1961.0093

14. Smith T. The hydrophilic nature of a clean gold surface // *Journal of Colloid and Interface Science*. – 1980. – No. 75. – P. 51–55.

15. The preparation of a strawberry-like super-hydrophilic surface on the molybdenum substrate / Y.B. Liu, B. Wang, E. Li, X. Song, H. Yan, X. Zhang // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. – 2012. – No. 404. – P. 52–55.

16. Gallais L., Cormont P., Rullier J.L. Investigation of stress induced by CO₂ laser processing of fused silica optics for laser damage growth mitigation // *Optics express*. – 2009. – No. 17. – P. 23488–23501.

References

1. Zalomov S.V., Vavilov V.D. *Perspektivy razvitiia mikromekhanicheskoi tekhniki* [Prospects development of micromechanical technology]. *Privolzhskii nauchnyi vestnik*, 2014, no. 12-3(40), pp. 34-37.

2. Konovalov S.F., Ponomarev Iu.A., Maiorov D.V., Podchezertsev V.P., Sidorov A.G. *Gibridnye mikroelektromekhanicheskie giroskopy i akselerometry* [Hybrid microelectromechanical gyroscopes and acceleration gages]. *Nauka i obrazovanie MGTU im. N.E. Baumana*, 2011, no. 10, pp. 1-21, available at: <http://technomag.edu.ru/doc/219257.html> (accessed 02 November 2019).

3. Toan N.V., Toda M., Ono T. An investigation of processes for glass micromachining. *Micromachines*, 2016, no. 7, 12 p. DOI: 10.3390/mi7030051

4. Osseo-Asare K. Etching kinetics of silicon dioxide in aqueous fluoride solutions: a surface complexation model // *Journal of The Electrochemical Society*, 1996, no. 143, pp. 1339-1347. DOI: 10.1149/1.1836640

5. Zhu H., Holl M., Ray T., Bhushan S., Meldrum D. Characterization of deep wet etching of fused silica glass for single cell and optical sensor deposition. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2009, no. 19, 8 p. DOI: 10.1088/0960-1317/19/6/065013

6. Shishlov A.V. *Tekhnologicheskoe obespechenie ravnomernosti pokrytii dlia detalei giroskopicheskikh priborov na ustanovkakh magnetronnogo raspyleniia* [Technological support for uniformity of coatings for parts of gyroscopic devices at magnetron sputtering facilities]. Ph. D. thesis. Moscow, 2016, 208 p.

7. Bugorkov K.N., Sagatelian G.R. *Vozmozhnosti plazmokhimicheskogo travleniia stekla po diodnoi skheme* [Diode Circuit-based Glass Plasma-Chemical Etching Capabilities]. *Mechanical Engineering and Computer Science*, 2017, no. 11, pp. 44-63.

8. Zhao J., Sullivan J., Zayac J., Bennett T.D. Structural modification of silica glass by laser scanning. *Journal of Applied Physics*, 2004, no. 95, pp. 5475-5482. DOI:10.1063/1.1703832

9. Vetrova E.V., Smirnov I.P., Kozlov D.V., Zapetliaev V.M. *Osobennosti sozdaniia chuvstvitel'nykh elementov kremnievykh i kvartsevykh maiatnikovyykh akselerometrov* [Design Features of Sensitive Elements for Quartz and Silicon Pendulum Accelerometers]. *Raketno-*

kosmicheskoe priborostroenie i informatsionnye sistemy, 2017, vol. 4, iss. 2, pp. 95-102. DOI: 10.17238/issn2409-0239.2017.2.95

10. Iliescu C., Tay F.E.H. Wet etching of glass. *Semiconductor Conference*, 2005, pp. 35-44. DOI: 10.1109/SMICND.2005.1558704

11. Jin J.Y., Yoo S., Bae J.S., Kim Y.K. Deep wet etching of borosilicate glass and fused silica with dehydrated AZ4330 and a Cr/Au mask. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2014, no. 24, 16 p.

12. McKenzie T.G. Thin film resistance to hydrofluoric acid etch with applications in monolithic microelectronic. MEMS Integration. Atlanta: Georgia Institute of Technology, 2003, 70 p.

13. Benjamin P., Weaver C. The adhesion of evaporated metal films on glass. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 1961, no. 261, pp. 516-531. DOI: 10.1098/rspa.1961.0093

14. Smith T. The hydrophilic nature of a clean gold surface. *Journal of Colloid and Interface Science*, 1980, no. 75. pp. 51-55.

15. Liu Y.B., Wang B., Li E., Song X., Yan H., Zhang X. The preparation of a strawberry-like super-hydrophilic surface on the molybdenum substrate. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2012, no. 404, pp. 52-55.

16. Gallais L., Cormont P., Rullier J.L. Investigation of stress induced by CO₂ laser processing of fused silica optics for laser damage growth mitigation. *Optics Express*, 2009, no. 17, pp. 23488-23501.

Получено 18.11.19