



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 01057**

(22) Data de depozit: **17.12.2009**

(41) Data publicării cererii:
30.06.2011 BOPI nr. **6/2011**

(71) Solicitant:
• **OPTOELECTRONICA 2001 S.A.**,
STR. ATOMIȘTILOR NR. 409, MĂGURELE,
IF, RO

(72) Inventatori:
• **NECȘOIU TEODOR**,
ALEEA AV.LT.GHEORGHE STÂLPEANU
NR.1, BL.1, ET.10, SC.1, AP.37, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;

• **IORDACHE MARIAN**, B-DUL CHIŞINĂU
NR.11, BL.A3 BIS, SC.B, AP.72, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;
• **PELTEACU MIHAELA**, STR. BUJORILOR
NR.5, BL.B21, SC.B, AP.13, MĂGURELE, IF,
RO;
• **SOBETKII ARCADIE**, STR. COLENTINA
NR.18, BL.9A, SC.1, ET.9, AP.37,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDEU DE CORODARE A ELEMENTELOR NANOMETRICE ÎN VAPORI COROSIVI

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor elemente nanometrice. Procedeul conform inventiei constă din depunerea de fotorezist pe plăci de borosilicat degresate, prin centrifugare la 1500 rpm, uscarea plăcii acoperite cu fotorezist în cuptor cu radiație IR la 80°C, expunerea cronometrată a plăcii acoperite cu mască la radiație UV, developarea fotorezistului în soluție 0,7% de KOH, uscarea prin centrifugare la 2000 rpm, uscarea măștii cu fotorezist în cuptor cu radiație

UV la 120°C, corodarea în vapori de florură de amoniu cu acid fluorhidric în raport 1:7, urmată de spălare, uscare și înălțurarea măștii de fotorezist în soluție 10% de KOH și din nou spălare și uscare, din care rezultă un element nanometric lipsit de impurități.

Revendicări: 2

Figuri: 6

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



DESCRIEREA INVENTIEI

Titlul inventiei

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENTII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2009 c/058
Data depozit ... 17 -12- 2009

"PROCEDEU DE CORODARE A ELEMENTELOR NANOMETRICE IN VAPORI COROZIVI"

Precizarea domeniului tehnic de aplicare a inventiei

Prezenta inventie se refera la realizarea unui procedeu tehnologic de obtinere a elementelor nanometrice (microlentile, griduri, reticule de dimensiuni intre 400 si 600 nm, prin procedeul de corodare a sticlelor optice, destinata miniaturizarii sistemelor optice, opto-electronice, opto-mecanice, de microdispozitive, microconectoare pentru fibra optica, microsenzori.

Inventia are in vedere obtinerea de elemente nanometrice prin corodare in vaporii corozivi mult mai performanta si de o acuratete cu mult superioara corodarii in baie.

Reusita corodarii in vapori se datoreaza indepartarii eficiente a rezultatului corodarii din cavitatile nanometrice formate si micsorarea efectului de subcorodare, ce duc la obtinerea elementelor nanometrice.

Stadiul cunoscut al tehnicii

Deși cunoscută de multă vreme ca procedeu de prelucrare, corodare chimică a dobândit în ultimii cincizeci de ani o largă aplicabilitate, mai ales în microtehnica, datorită capacitatei sale de a realiza structuri foarte fine pe adâncimi mici sau în straturi subțiri, precum și a insensibilității preciziei obținute față de structura și proprietățile mecanice, magnetice etc. ale materialului prelucrat.

În variantă selectivă, corodarea chimică poate fi aplicată cu scopul configurării în strat superficial (gravare) sau pe întreaga grosime a semifabricatului (decupare).

Selectivitatea atacului chimic este asigurată de un strat de protecție (electronorezist), care împiedică acțiunea substanței de corodare în anumite zone.

In acelasi scop se folosesc si metodele: corodare prin imersie, agitare cu palete și pulverizare.

Indiferent de metoda folosită, mișcările realizate de instalație trebuie să asigure înlăturarea eficientă a produselor de corodare.

Performanțele proceadeului de corodare sunt apreciate după câteva criterii unanim acceptate, și anume: toleranța la dimensiune, atacul lateral, rezoluția și acuratețea marginilor piesei. Parametrii procesului de corodare, de care depind performanțele și reproducibilitatea proceadeului, sunt: compoziția, pH-ul, debitul, temperatura soluției de corodare și timpul de corodare.

Prezentarea problemei tehnice pe care o va rezolva inventia

Problema tehnica pe care o rezolva inventia este de a imbunatati domeniul microopticii prin miniaturizarea tehnologiei pentru productia de masa a matricelor optice bidimensionale.

Ideea care a stat la baza acestui brevet a fost determinata de cerintele pietei, tendintele pe plan mondial din acest domeniu si din tara. In acest sens s-a dezvoltat o tehnologie de realizare a unor elemente microoptice refractive (convexe si concave), din sticla optica, folosind tehnologii cunoscute si anume tehnologii litografice cu expunere in UV. Procesul de corodare in vapori este mai ieftin, dar cu performante tehnice mai mici decat corodarea in plasma (Deep reactive-ion etching - DRIE). Toate inovatiile in aceste domenii pot fi introduse in productia de masa numai in conditiile reducerii costurilor de exploatare de mai multe zeci de ori, in conditiile in care performantele vor fi imbunatatite corespunzator.

Expunerea inventiei, asa cum aceasta este revendicata, astfel incat problema tehnica si solutia acesteia sa poata fi intelese de o persoana de specialitate

Este de preferat folosirea proceadeului de corodare in vapori din punct de vedere economic, financiar si de specificat ca acest procedeu ne permite realizari de microelemente (nano intre 400 si 600 nm), fata de corodarea in baie (figura 3) in care realizarea de microelemente (3 – 5 μm – figura 1) este mai putin elaborata datorita materialului corodat ce nu poate fi eliminat din cavitatea formata.

Indicarea, daca aceasta nu rezulta in mod evident din prezentarea conforma lit. e) sau din natura inventiei, a modului in care inventia poate fi exploataata industrial

Procedeul ce face obiectul prezentei inventii faciliteaza realizarea unor elemente microoptice cu investitii reduse si cu rezultate superioare.

Prezentarea avantajelor inventiei revendicate, in raport cu stadiul tehnicii

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- reducerea costurilor de producție;
- performantele vor fi imbunatatite corespunzator;
- multitudinea de copii.

Prezentarea, pe scurt, a fiecarei figuri din desenele explicative, daca acestea exista

In continuare sunt prezentate figurile 1, 2, 3 si 4 care reprezinta procesul tehnologic si scheme de realizare

- Fig. 1, Realizarea de microelemente (de dimensiuni cuprinse intre 3 – 5 μm);
- Fig. 2, Corodarea suportului in vapori de acid (1-fotorezist, 2-Sticla optica BK7, 3- Vapori solutie de corodat);
- Fig. 3, Corodarea in baie [1-agent corodant (directiile de atac), 2-fotorezist, 3-crom, 4-suport];
- Fig. 4, Corodare multipla nanometrica (1-fotorezist, 2-crom, 3-sticla optica BK7).
- Fig. 5, Centrifuga (1-placa de borosilicat, 2-cuva de protectie, 3-motor electric);
- Fig. 6, Baia de corodare (1-suport, 2-vapori, 3-placa de corodat, 4-incalzitor, 5-apa calda ($T^{\circ}\text{C}$), 6-solutia de corodat, 7-cuva, 8-vas)

Prezentarea detaliata a obiectului inventiei

Dupa mai multe experimentari, incercari, vizualizari si masuratori s-a ajuns la concluzia ca pentru o mai buna executie si realizare a nanoelementelor proiectate, corodarea in vapori este cea care ne poate da excelenta de care avem nevoie.

Pentru aceasta este necesara luarea unor masuri ce trebuie aprioric luate din punct de vedere al calitatii ambientale si a aerului, protectiei muncii cat si a protectiei mediului.

Operatia de corodare se va executa intr-o camera izolata cu perdea de aer, pentru fiecare instalatie va exista cate o hota de flux laminar de aer, dar si cate o gura de aerisire si evacuare atat pentru calitatea operatiei, a produsului dar si pentru sanatatea operatorului.

Corodarea este operatia finala intr-un sir lung de alte operatii de pregatire a materialului de corodat pentru realizarea unor elemente nano, in cazul nostru sticla ce va fi folosita la realizarea unor produse pentru sisteme optice, optoelectronice, miniaturizarii in automatizari, etc.

De aceea s-au folosit placi de borosilicat cu transmisie de 330 - 2100nm, index de refractie de 1.5168, $n_e = 1.51872$, densitate de 2.51 g/cm^3 la 20°C ; dilatare termica liniara 7.1×10^{-6} , rezistenta la aciditate SR 1, rezistenta alcalina AR 2.

Operatorul care va executa operatia (pe flux tehnologic) odata intrat in incinta se va echipa corespunzator cu halat, botosi, masca, manusi pentru fiecare manuire, chiar si cu mesa de tifon pe cap.

Toate aceste masuri trebuie luate pentru protectie atat din punct de vedere a calitatii acuratetei cat si al sanatatii.

Placa de borosilicat realizata conform cerintelor optice se va degresa cu alcool etilic cu ajutorul unei lavete de bumbac 100% apoi se va aseza intr-o carcasa inchisa si curata. Se trece apoi la degresarea instalatiei de acoperire cu fotorezist. Operatia de acoperire se va executa cu ajutorul unei centrifuge cu viteza mare de rotatie. Viteza mare de rotatie trebuie sa ne asigure realizarea unei pelicule de fotorezist cat mai omogene si cat mai uniforma pe toata suprafata placii. Viteza va fi de 1500 – 3000 rot. / min.

Aceasta operatie este foarte importanta in economia procesului deoarece avand in vedere realizarea de elemente de ordin nano acuratetea este primordiala (fig. 5).

Dupa degresarea instalatiei se scoate placa din carcasa de protectie si se aseaza pe suportul centrifugii, se va asigura degresarea de eventualele particule nedorite cu ajutorul unei pensule antistatice si cu un jet de acetona. Manuirea se face cu manusi de protectie.

Se executa apoi depunerea de fotorezist prin centrifugare cu ajutorul unui picurator sau a unei siringi in timp ce placa se va roti cu o viteza de minim 1500 rot./min.

Dupa depunere placa se va introduce intr-un cuptor pentru uscare si in acelasi timp pentru evitarea de depunere a altor particule ce ar putea influenta acuratetea corodarii. Cuptorul va genera o temperatura de $60 - 80^\circ\text{C}$, controlabila.

Pe durata uscarii fotorezistului se pregateste instalatia de expunere si aliniere dupa o masca proiectata. Aceasta se va curata si degresa cu o pensula antistatica si

alcool etilic. Instalatia cat si operatia de expunere se va afla sub o protectie cu o hota cu flux de aer laminar, cat si cu o gura de aerisire si evacuare.

Manipularea placii se va face cu manusi de protectie.

Placa de borosilicat acoperita cu fotorezist se aseaza sub microscop, se elimina particulele, se aliniază dupa masca apoi se expune la lampa cu radiatii ultraviolete. Timpul de expunere va fi cronometrat pentru o eventuala corectie a acestuia. Dupa expunere placa este gata in vederea developarii fotorezistului..

Trebuie subliniat faptul ca expunerea are rolul de a defini elementele ce vor fi corodate.

Developarea fotorezistului se va executa in baie de hidroxid de potasiu (KOH) in solutie cu concentratie de 0,7%.

Se va spala cu apa distilata si apoi se va usca prin centrifugare si nu cu ajutorul unei lavete. Se va face un control vizual la microscop si dupa caz se va relua developarea si uscarea pana ce elementele dorite sunt definite.

Toate aceste operatii de dinaintea corodarii au fiecare rolul lor in obtinerea acuratetii si definirea elementelor dorite, prin inlaturarea tuturor impuritatilor de pe suprafata de corodat.

Operatia de corodare devine din acest moment capital deoarece riscul de esec este foarte mare daca celelalte operatii nu au fost corespunzator executate.

Corodarea se va executa intr-o incinta protejata cat si aerisita prin evacuare.

Se va pregati vasul cu solutia de corodat prin spalare cu apa distilata, apoi se introduce solutia.

Solutia de corodat trebuie sa aibe o putere de corodare adevarata materialului de corodat, sa aibe o virulenta asupra materialului controlata prin concentratie. In acest caz s-a folosit o concentratie de 7:1 de Acid fluorhidric in amestec cu Fluorura de amoniu.

Vasul cu solutia pregetita in concentratia dorita se aseaza intr-o cuva cu apa distilata prevazuta cu incalzitor electric (fig. 6). Incalzitorul are rolul de a incalzi apa la o temperatura pentru a grabi sau influenta virulenta corodarii.

Pe vasul cu solutia de corodat se aseaza suportul pentru placa de borosilicat curatata si degresata. Dupa asezarea placii pe suportul baii de corodare se va incepe cronometrarea timpului de corodarea in vederea unei eventuale corectari a corodarii dupa un nou control vizual sub microscop.

De specificat pentru aceasta operatie sunt masurile de protectie a muncii care tin de lucrul, manipularea si depozitarea materialelor corozive din legislatia si normativele actualizate.

Dupa corodare placa se va spala si usca. Spalarea se va face cu apa curenta apoi placa se va introduce in apa distilata. Usarea se va face prin centrifugarea si nu cu laveta de bumbac.

Controlul piesei corodate se va face sub microscop pentru eventuala interventie a corodarii. Se va verifica acuratetea corodarii, a liniaritatii neintrerupte, a punctelor, a rupturilor.

Daca corodarea a reusit se va trece apoi indepartarea fotorezistului ramas de pe placa prin developare in solutia de hidroxid de potasiu 10% de aceasta data.

Aceasta operatie se va repeta ori de cate ori este nevoie pentru ca placa si elementele realizate prin corodare sa devina din punct de vedere al acuratetei calitativa prin curarea de toate impuritatile. Trebuie avut in vedere si acuratetea optica a placii si elementelor realizate, verificarea executandu-se pe microscop.

Timpul pentru developare variaza. Daca la developarea dinaintea corodarii va fi de 1 – 3 minute la developarea finala timpul va depasi 15 minute.

Timpul de corodare va varia si el in functie de concentratia solutiei, de virulenta acesteia data de caldura indusa solutiei, de adancimea de corodare.

Avantajele corodarii in vapori sunt directe in ceea ce priveste acuratetea elementelor nano, de faptul ca solutia de corodat se impurifica mult mai lent. Controlul acesteia este mai eficient in cazul nostru fata de corodarea in baie in care intervine si manipularea placii in baie. Deci exista mult mai multe avantaje fata de corodarea in baie datorita contactului redus cat si a manipularii cu placa in timpul corodarii.

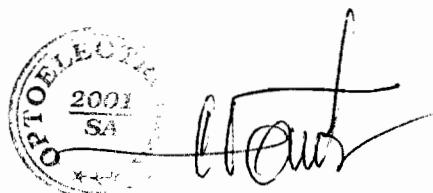
17-12-2009

51

Revendicari

1. Procedeul de corodare a elementelor nanometrice in vapori corozivi este caracterizat prin aceea ca permite obtinerea elementelor nanometrice cat si imbinatatierea procedeului de corodare chimica clasica, la corodarile chimice nu este posibila corodarea uniforma astfel ca marginea cavitatii corodate sa fie perpendiculara pe directia de corodare, datorita dificultatii eliminarii produselor din reactiile de corodare obtinandu-se efectul de corodare unghiulara inchisa si subcorodare unghiulara deschisa, in cazul in care reactivul este foarte activ si se poate usor elmina rezultatele reactiilor, astfel, aceste efecte de subcorodari se accentueaza odata cu micsorarea dimensiunilor cavitatilor corodate si anume la 0.4 – 100 µm, procedeul include urmatorii pasi: depunere de fotorezist prin centrifugare la viteza de 1500 rot/min, uscare fotorezistului in cuptor cu radiatie IR la 80°C, exponare in lumina UV, developare fotorezist in solutie de 0,7% de KOH, uscare prin centrifugare la viteza de 2000 rot/min, uscare masca fotorezist in cuptor cu radiatie IR la 120°C , corodare in vapori de fluorura de amoniu cu acid fluorhidric intr-o concentratie de 7:1, spalare, uscare, inlaturare masca fotorezist in solutie de 10% de KOH, spalare, uscare, control.

2. Procedeu, conform revendicarii 1, care se caracterizeaza prin aceea ca pentru realizarea unui element nanometric concret, din cerintele dimensiunilor minime, se alege numarul pasilor optimi de corodare succesiva, astfel ca neuniformitatile pasilor de corodare sa se incadreze in cerintele de rugozitate a suprafetei corodate, de obicei marirea numarului de pasi tehnologici duce la micsorarea rugozitatii, in general se vor parurge 5 pasi de corodare succesiva, folosirea a unui set de 5 masti cu dimensiuni in crestere si operatiile tehnologice comune fiecarui pas: depunere de fotorezist prin centrifugare la viteza de 1500 rot/min, uscare fotorezistului in cuptor cu radiatie IR la 80°C, exponare in lumina UV, developare fotorezist in solutie de 0,7% de KOH, uscare prin centrifugare la viteza de 2000 rot/min, uscare masca fotorezist in cuptor cu radiatie IR la 120°C , corodare in vapori de fluorura de amoniu cu acid fluorhidric intr-o concentratie de 7:1, spalare, uscare, inlaturare masca fotorezist in solutie de 10% de KOH, spalare, uscare, control.



17-12-2009

26

DESENE EXPLICATIVE

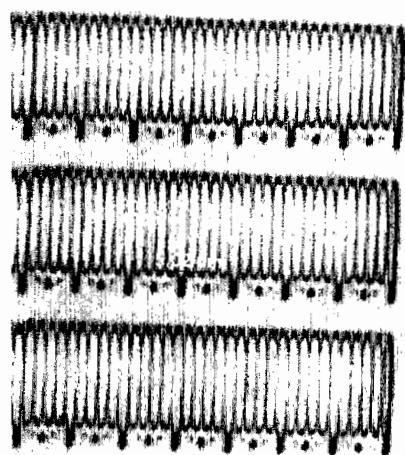


Fig. 1

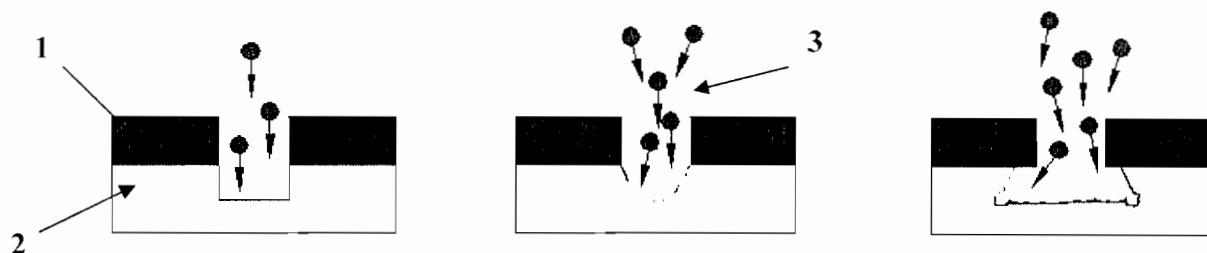


Fig. 2

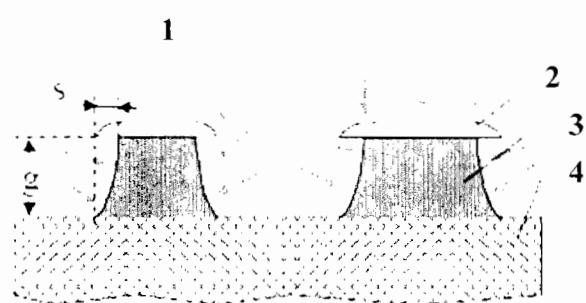


Fig. 3

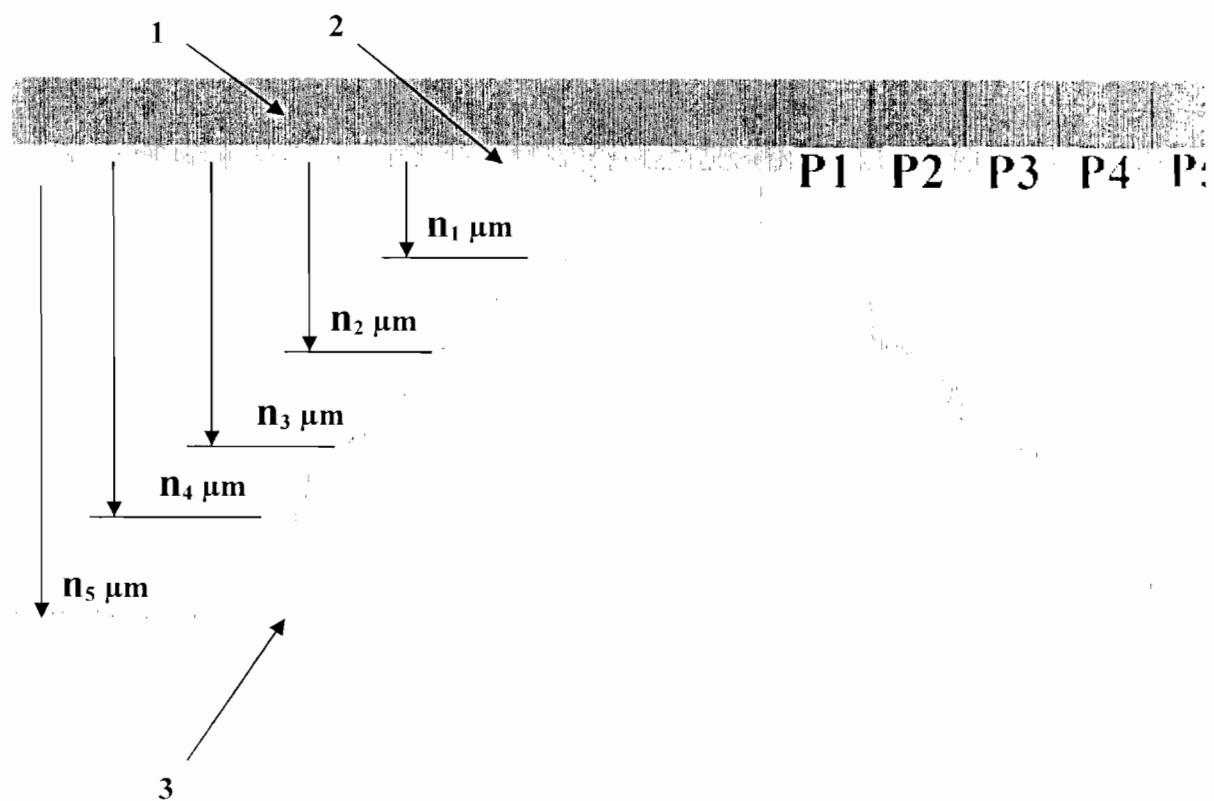


Fig. 4

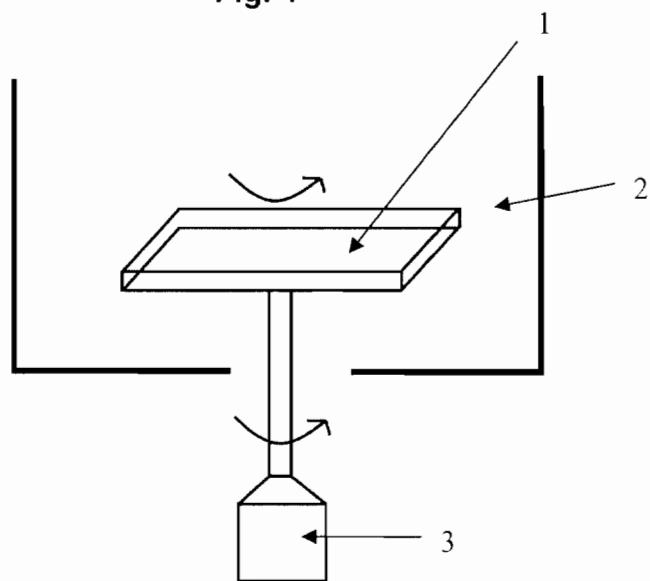


Fig. 5

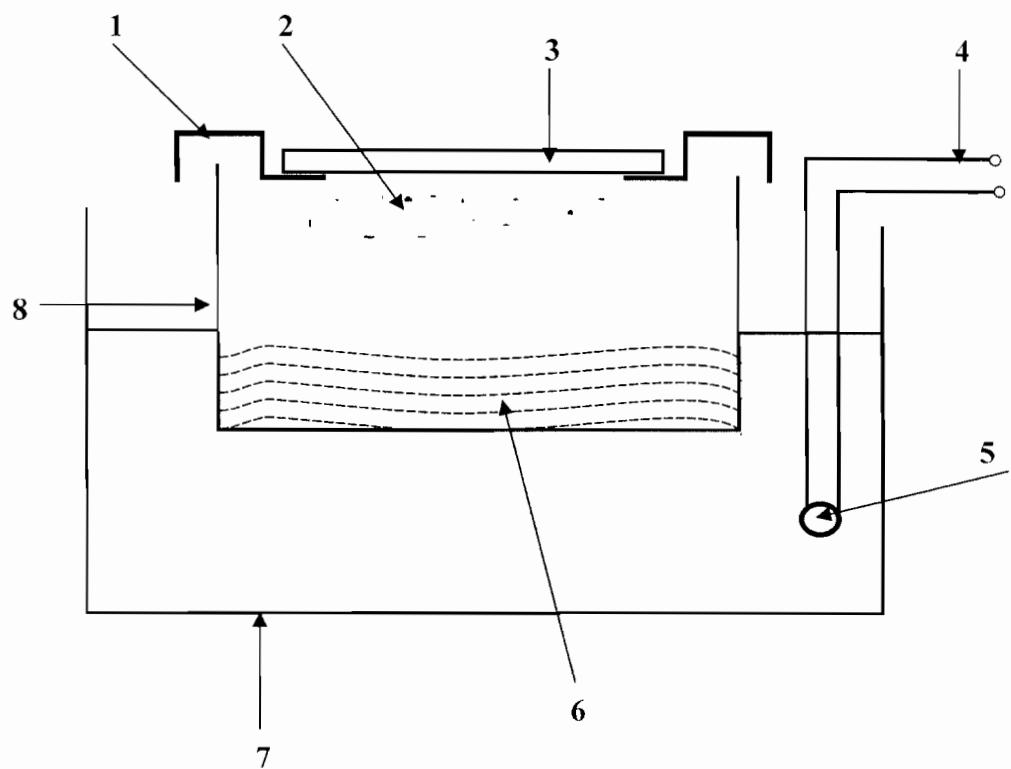


Fig. 6