



MD 152 Y 2010.02.28

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **152** ⁽¹³⁾ **Y**
(51) Int. Cl.: *H01L 21/30* (2006.01)
H01L 21/302 (2006.01)
H01L 21/471 (2006.01)
C30B 29/22 (2006.01)
C01G 15/00 (2006.01)
C01G 19/02 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ**

În termen de 6 luni de la data publicării mențiunii privind hotărârea de acordare a brevetului de invenție de scurtă durată, orice persoană poate face opoziție la acordarea brevetului	
(21) Nr. depozit: s 2009 0031 (22) Data depozit: 2009.03.10	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2010.02.28, BOPI nr. 2/2010
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD (72) Inventatori: HAREA Evghenii, MD; GRABCO Daria, MD; ȘIKIMAKA Olga, MD; ȘERBAN Dormidont, MD (73) Titular: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD (74) Reprezentant: ANISIMOVA Liudmila	

(54) **Procedeu de formare a unei microstructuri tridimensionale**
(57) **Rezumat:**

1
Invenția se referă la un procedeu de formare a
unei microstructuri tridimensionale prin modificarea
conform imaginii date a proprietăților substanței
semifabricatului inițial în sectoarele prelucrate și
5 poate fi utilizată în microelectronică la prepararea
celulelor solare, mijloacelor de păstrare a infor-
mației.

10
Procedeu de formare a unei microstructuri
tridimensionale include depunerea pe un suport de

2
Si a unui strat de lucru de substanță cu structură
compozită ITO și prelucrarea structurii obținute prin
microindentare cu sarcini în limitele 0,01...0,50 N
cu înlăturarea ulterioară a sectoarelor deformate
prin intermediul decapării chimice cu acid fluor-
hidric concentrat.

Revendicări: 1
Figuri: 4

Descriere:

Invenția se referă la un procedeu de formare a unei microstructuri tridimensionale prin modificarea conform imaginii date a proprietăților substanței semifabricatului inițial în sectoarele prelucrate și poate fi utilizată în microelectronică la prepararea celulelor solare, mijloacelor de păstrare a informației.

5 Este cunoscut procedeu de creare a structurilor tridimensionale. Esența procedurii constă în aceea că prin doparea ionică a solidelor concomitentă sau consecutivă, totodată, prin tratarea cu ioni de gaz inert în obiect se formează nanopori de gaz cu umplerea concomitentă sau consecutivă a volumului lor cu ioni ai elementelor de fază nativă [1].

10 Dezavantajul procedurii cunoscut constă în aceea că fazele menționate se formează haotic în materialul prelucrat, fără distribuirea lor determinată din start, ceea ce limitează sfera aplicării lor practice.

Mai este cunoscut procedeu de preparare a imaginii conductibile în volumul straturilor fine cu grosimea de 20 nm prin extragerea atomilor nemetalici sub acțiunea unui fascicul de particule încărcate [2]. Dezavantajul procedurii cunoscut constă în aceea că nu este posibil de obținut structuri voluminoase cu grosimea (adancimea) mai mare decât ~ 100 nm, inclusiv multistrat. Pentru majorarea 15 densității amplasării elementelor de structuri paternate la grosimi mai mari ale straturilor prelucrate este necesar de a alege o astfel de energie pentru ca înălțimea gâtului (gurii) retortei de dispersie să coincidă cu grosimea straturilor prelucrate pentru a se evita unirea elementelor învecinate ale structurii conductibile la atingerea pereților retortei de dispersie. Gâtul retortei de dispersie în acest procedeu 20 poate avea o altitudine mică datorită grosimii mici a straturilor prelucrate. Simpla majorare a energiei particulelor care ar putea să alungească gâtul retortei de dispersie (și prin aceasta să majoreze grosimea straturilor prelucrate fără micșorarea densității atinse a structurilor formate paternate și fără modificarea condițiilor de realizare a procedurii duce la dispariția materialului în zonele supuse iradierii, ceea ce 25 poate fi explicat prin influența unor procese care au loc la iradiere (spre exemplu, tratament ionoreactiv, pulverizarea fizică). Afară de aceasta în cazul dat apar mari probleme la evacuarea căldurii pentru menținerea temperaturii admisibile a mostrelor în procesul de iradiere.

Cel mai apropiat de procedeu propus după esența tehnică și rezultatul obținut este procedeu de creare a structurii voluminoase, care include depunerea pe substrat a unuia sau mai multor straturi de lucru din combinații de două sau multe straturi de lucru din compuși biatomici sau multiatomici, 30 iradierea lor ulterioară prin mască sau șablon cu un fascicul de particule accelerate, care asigură eliminarea selectivă a atomilor de un anumit tip de pe sectoarele iradiate însoțită de modificarea proprietăților substanței, totodată deasupra stratului de lucru se aplică un strat suplimentar de substanță, afinitatea chimică a căruia la atomii eliminați din stratul de lucru este mai mică decât la atomii care nu au fost eliminați din stratul de lucru [3].

35 Dezavantajul procedurii cunoscut constă în complexitatea lui și absorbția înaltă de energie, totodată procedeu nu permite de a obține un relief bine conturat al imaginii și de a dirija arhitectura structurii voluminoase.

Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în majorarea gradului de reliefare a imaginii structurii tridimensionale după schema stabilită din start, facilitarea și ieftinirea procesului de obținere a 40 desenului în volumul straturilor cu grosimea de 100...700 nm și posibilitatea dirijării dimensiunilor și a proprietăților structurilor obținute.

Esența invenției constă în aceea că procedeu de formare a unei microstructuri tridimensionale include depunerea pe un suport de Si a unui strat de lucru de substanță cu structură compozită ITO și prelucrarea structurii obținute prin microindentare cu sarcini în limitele 0,01...0,50 N cu înlăturarea 45 ulterioară a sectoarelor deformate prin intermediul decapării chimice cu acid fluorhidric concentrat.

Procedeu permite evitarea apariției efectelor legate de iradierea stratului de lucru și contribuie la extinderea nomenclaturii tipurilor de compoziții chimice utilizate în calitate de strat de lucru și variația 50 alegerii diferitor combinații „strat de lucru-substrat” ceea ce face posibilă aplicarea procedurii propus pentru crearea structurilor tridimensionale cu diferite destinații. Procedeu permite de a dirija arhitectura structurii tridimensionale obținute datorită modificării grosimii stratului de lucru, timpului de tratament selectiv, mărimii sarcinii la prelucrarea mecanică a stratului și datorită modificării desenului de prelucrare.

Rezultatul menționat a fost obținut la realizarea procedurii de formare a structurii tridimensionale, care include aplicarea pe un suport a unui strat de lucru și prelucrarea ulterioară a structurii obținute, ce 55 permite înlăturarea selectivă a stratului în sectoarele prelucrate, pentru aceasta în calitate de suport este folosit Si, în calitate de strat de lucru este aplicat un strat de ITO (indium tin oxide), pentru prelucrarea stratului de lucru se aplică microindentarea structurii obținute cu sarcini în limitele 0,01...0,5 N, iar eliminarea sectoarelor deformate este realizată prin tratament chimic cu acid fluorhidric concentrat (HF).

60 Rezultatul tehnic al procedurii propus constă în obținerea structurii tridimensionale după schema planificată, forma și dimensiunile căreia pot fi dirijate în funcție de domeniul aplicării practice. Invenția se explică prin desenele din fig. 1-4, care reprezintă:

- fig. 1, microstructura, spectrele și compoziția chimică a structurii ITO/Si în funcție de distanța de la suprafață (aspectul în secțiune): A,b – în interiorul stratului ITO; c,d – la o distanță de la stratul ITO în volumul cristalului de Si;

- 5 - fig. 2, amprente depuse cu diferite sarcini P , N: a – 0,15; b – 0,20; c – 0,50 x 800;
 - fig. 3, aspectul amprentelor depuse cu trei sarcini diferite și zonele din jurul lor după tratamentul chimic timp de 2 min P , N: a – 0,01; b – 0,1; c – 0,4 x 800;
 - fig. 4, structura tridimensională (a, b) în secțiune și, respectiv, imaginea frontală a acestei figuri pe suprafața stratului ITO (c). $P=0,1$ N: (a) – relieful suprafeței amprente (d) și zona din jurul ei până la tratamentul chimic (în secțiune), (b) – profilul zonei dizolvate (D_f) după 4 min de tratament chimic selectiv cu acid fluorhidric concentrat (HF). Axa Y: nm. Linia suprafeței de secțiune schematic este prezentată în inserție; (c) – suprafața amprente și zona din jurul ei după tratamentul selectiv cu HF (imagine frontală).

Procedeu propus se realizează în felul următor.

- 15 La prima etapă se obține structura planară TCO/Si (oxizi conductibili transparenti). În calitate de TCO se folosesc pelicule de $\text{In}_2\text{O}_3\cdot\text{SnO}_2$ (ITO) cu grosimea de la 100 nm până la 700 nm care se depun pe substrat de Si. Structura de așa fel poate fi clasată drept tip „dur-pe-dur”.

După aceasta structura compozită se supune microindentării după metoda lui Vickers cu sarcini în limitele 0,01...0,5 N cu scopul de a crea amprente de duritate de diferite dimensiuni.

- 20 Următoarea etapă este extragerea parțială a stratului ITO prin tratament chimic din zonele de deformare elastoplastică din jurul amprentelor utilizând acidul fluorhidric concentrat (HF).

- 25 Rezultatul acțiunii acidului fluorhidric este crearea figurilor de gravură a stratului ITO. Forma și dimensiunea figurilor de gravură pot fi dirijate prin schimbarea sarcinii la microindentare, duratei timpului de acțiune chimică și modului de deformare după desenul planificat din start (depunerea amprentelor în serii după desenul dat, formarea zgârieturilor după o schemă anumită sau depunerea clișeului (matriței) de forma dorită).

Exemple de realizare a procedurii

Exemplul 1

- 30 Pe structura compozită obținută de ITO/Si se depun amprente cu trei sarcini diferite: 0,1; 0,2 și 0,3 N, diagonalele cărora se măsoară. După aceasta structura compozită se supune tratamentului chimic cu aplicarea acidului fluorhidric concentrat (HF) timp de un minut, se spală cu apă distilată, apoi se măsoară diametrul figurilor de gravură. Raportul dimensiunilor diagonalelor amprentelor (d) și diametrelor figurilor de gravură respective pentru timpul de acțiune de HF 1 min este prezentat în tabelul 1.

Tabelul 1

- 35 Raportul dimensiunilor diagonalelor de amprente (d) și diametrelor figurilor de gravură respective pentru timpul de acțiune de HF 1 min

P , N	Diagonala amprente, d , μm	Diametrul figurii de gravură, D_f , μm	$\Delta D_f = D_f - d$
0,1	4,02	5,60	1,58
0,2	4,84	6,72	1,88
0,3	5,80	7,80	2,00

Exemplul 2

- 40 Pe structura de compozit ITO/Si se depun amprente cu patru sarcini diferite: 0,1; 0,2; 0,3 și 0,5 N, diagonalele cărora se măsoară. După aceasta structura compozită se supune tratamentului chimic cu acid fluorhidric concentrat (HF) timp de 1, 2, 4 și 6 min, totodată pentru fiecare termen de tratament se măsoară diametrul figurilor de gravură și se apreciază cinetica majorării diametrului figurilor de gravură odată cu majorarea duratei de tratament. Coeficienții gradului de gravare al stratului ITO în funcție de valoarea sarcinii aplicate (P) pentru diferite durate de gravare (τ) sunt prezentați în tabelul 2.

Tabelul 2

Modificarea coeficientului gradului de gravare a stratului ITO în funcție de valoarea sarcinii aplicate (P) pentru diferite durate de gravare (τ)

P , N	Diagonala amprente, d , μm	$k = D_f/d$			
	τ min $\rightarrow$	1	2	4	6
0,1	4,02	1,39	6,68	21,2	32,9
0,2	4,84	1,39	6,01	18,9	27,8
0,3	5,80	1,34	5,21	15,9	23,9
0,5	8,06	1,39	4,58	10,3	16,7

MD 152 Y 2010.02.28

5

Exemplul 3

- Pe structura de compozit ITO/Si se depun amprente cu șapte sarcini diferite: 0,01; 0,03; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 și 0,5 N. Pentru sarcini mai mici (0,01; 0,03; 0,05 N) amprente sunt atât de mici, încât nu pot fi măsurate chiar la mărirea de 800x a microscopului optic. Ulterior structura compozită este supusă tratamentului chimic cu acid fluorhidric concentrat (HF) timp de 1, 2, 4 și 6 min, totodată pentru fiecare termen de tratament se măsoară diametrul figurilor de gravură obținute, cu excepția amprente depuse cu 0,01 N ($\tau=1$ min), pentru care figura se evidențiază începând cu timpul de tratament 2 min.
- Modificarea dimensiunii figurilor de gravură a stratului ITO din jurul amprentelor de duritate în funcție de timpul acțiunii acidului concentrat HF (τ) pentru diferite valori ale sarcinii aplicate (P) este prezentată în tabelul 3.

Tabelul 3

- Modificarea dimensiunii figurilor de gravură a stratului ITO din jurul amprentelor de duritate în funcție de timpul acțiunii acidului concentrat HF (τ) pentru diferite valori ale sarcinii aplicate (P)

Figurile comparate	Durata tratamentului, τ , min	P, N						
		0,01	0,03	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5
Diagonala amprente, d , μm	0	-	-	-	4,0	4,8	5,8	8,1
Dimensiunea figurilor de gravură, D_f , μm	1		3,36	4,50	5,60	6,72	7,80	11,21
	2	20,16	21,28	24,64	26,88	29,12	30,24	36,96
	4	85,12	85,12	76,16	85,12	91,84	92,08	82,88
	6	129,90	129,90	132,10	132,10	134,40	138,80	134,40

20

(57) Revendicări:

- Procedeu de formare a unei microstructuri tridimensionale care include depunerea pe un suport a unui strat de lucru de substanță cu structură compozită și prelucrarea lui pentru înlăturarea selectivă a stratului de lucru din sectoarele prelucrate, **caracterizat prin aceea că** în calitate de suport se utilizează Si, în calitate de strat de lucru se depune un strat de ITO, prelucrarea structurii obținute se efectuează prin microindentare cu sarcini în limitele 0,01...0,50 N cu înlăturarea ulterioară a sectoarelor deformate prin intermediul decapării chimice cu acid fluorhidric concentrat.

35

(56) Referințe bibliografice:

1. RU 2193080 C2 2002.11.20
2. RU 2129320 C1 1999.04.20
3. RU 2243613 C1 2004.12.27

Șef Secție:

COLESNIC Inesa

Examinator:

BANTAȘ Valentina

Redactor:

LOZOVANU Maria

MD 152 Y 2010.02.28

6

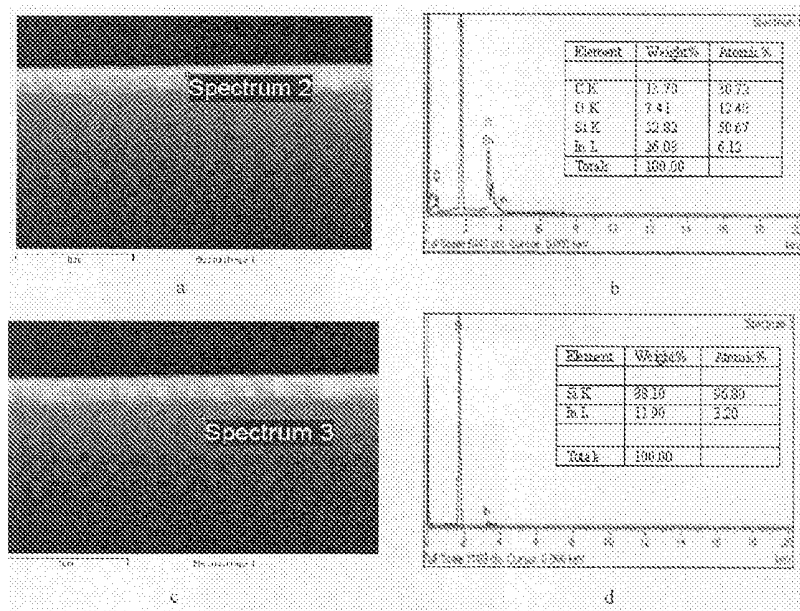


Fig. 1

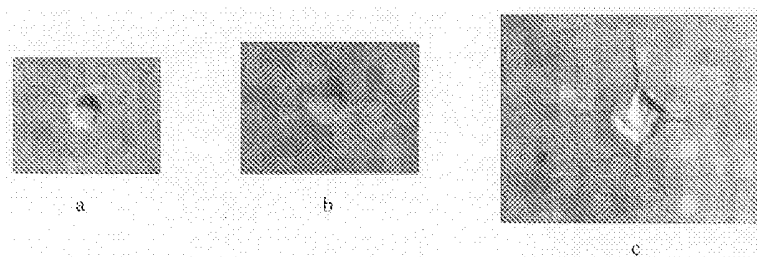


Fig. 2

MD 152 Y 2010.02.28

7

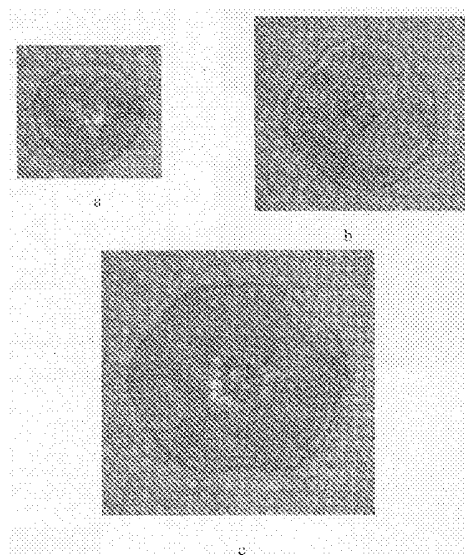


Fig. 3

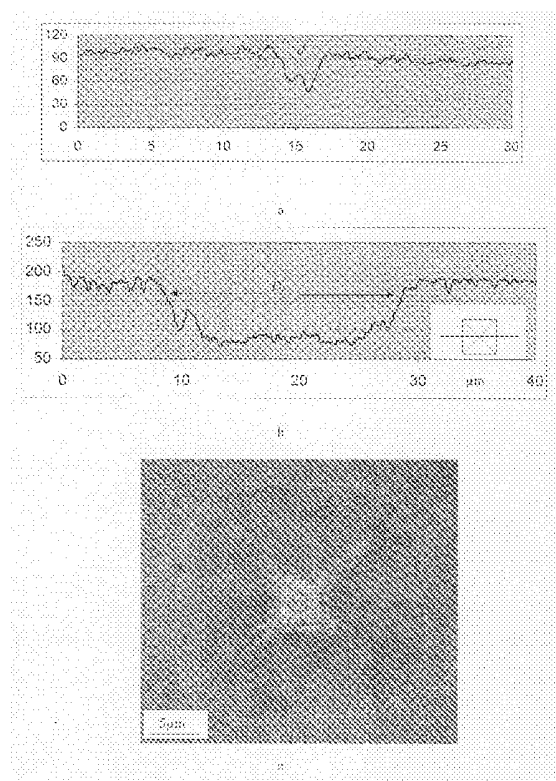


Fig. 4

RAPORT DE DOCUMENTARE

pentru cerere de brevet de invenție de scurtă durată conform art.52(2) a Legii nr. 50/2008

(21) Nr. depozit: s 2009 0031	(85) Data fazei naționale PCT:														
(22) Data depozit: 2009.03.10	(86) Cerere internațională PCT:														
Prioritatea invocată: (31) nr.: 32) data: 33) țara: (51) IPC: Int. Cl.: H01L 21/30 (2006.01) H01L 21/302 (2006.01) H01L 21/471 (2006.01) Alți indici de clasificare: Titlul: Procedeu de creare structurii spațiale voluminoase (71) Solicitantul: INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A MOLDOVEI, MD															
I. Condiția de unitate a invenției ☐ satisface ☐ nu satisface. Notă:															
II. Minimul de documente consultate: MD, EA															
III. Domeniul de documentare: a) Indicii IPC (ultima redacție): b) Termeni caracteristici, cuvinte-cheie, sinonime: formarea a structurii voluminoase, oxizi conductibili transparenti, ITO, decapare chimică															
IV. Documente considerate a fi relevante															
Categoria	Date de identificare ale documentelor citate și, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente														
A	MD 2556 G2 2004.09.30														
A	MD 2714 G2 2005. 02.28														
A	RU 2193080 C2 2002.11.20														
A	RU 2129320 C1 1999.04.20														
A	RU 2243613 C1 2004.12.27														
A	RU 2302054 C1 2007.06.27														
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Categoria</th> <th>Relevant față de revendicarea nr.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>A</td><td>1</td></tr> <tr><td>A</td><td>1</td></tr> <tr><td>A</td><td>1</td></tr> <tr><td>A</td><td>1</td></tr> <tr><td>A</td><td>1</td></tr> <tr><td>A</td><td>1</td></tr> </tbody> </table>		Categoria	Relevant față de revendicarea nr.	A	1	A	1	A	1	A	1	A	1	A	1
Categoria	Relevant față de revendicarea nr.														
A	1														
A	1														
A	1														
A	1														
A	1														
A	1														
Categorii de documente citate															
A - document care definește stadiul anterior în general	O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere etc.														
X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă	P - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate														
Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură	T - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, citat pentru a pune în evidență principiul sau teoria care fundamentează invenția														
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după această dată	D - Document menționat în descrierea cererii de brevet														
Data finalizării documentării 2009.11.19															
Examinatorul Bantaș Valentina															