



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111417747 A

(43)申请公布日 2020.07.14

(21)申请号 201780096059.7

(22)申请日 2017.08.30

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2020.04.17

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/IB2017/055200 2017.08.30

(87)PCT国际申请的公布数据
W02019/043432 EN 2019.03.07

(71)申请人 洛桑联邦理工学院
地址 瑞士洛桑

(72)发明人 N·夸克 A·托罗斯 M·基斯
T·格拉齐奥西 P·加洛

(74)专利代理机构 青岛联智专利商标事务所有
限公司 37101

代理人 阎斌斌 匡丽娟

(51)Int.Cl.

C30B 29/04(2006.01)

C30B 29/60(2006.01)

C30B 33/12(2006.01)

B81C 99/00(2006.01)

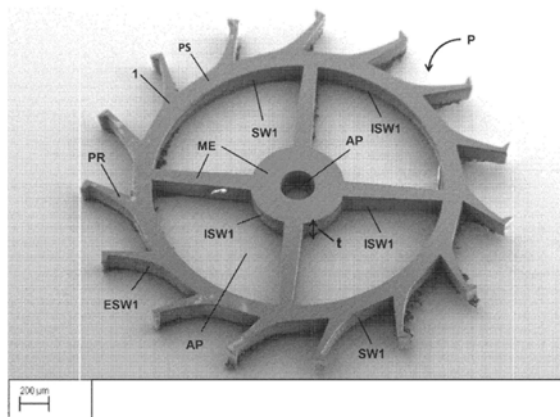
G04B 13/00(2006.01)

(54)发明名称

用于独立单晶机械和光学部件生产的单晶
金刚石零件生产方法

(57)摘要

本发明涉及独立单晶金刚石零件和单晶金刚石零件生产方法。该方法包括以下步骤：-设置单晶金刚石基板或层；-在基板或层上设置第一附着层；-在第一附着层上设置第二附着层；-在第二附着层上设置掩模层；-穿过掩模层以及第一和第二附着层形成至少一个凹陷或多个凹陷，以露出单晶金刚石基板或层的一个或多个部分；以及-蚀刻单晶金刚石基板或层的露出的一个或多个部分，并且完全蚀刻穿过单晶金刚石基板或层。



权利要求书4页 说明书8页 附图2页

1. 一种单晶金刚石零件生产方法,该单晶金刚石零件生产方法包括以下步骤:
 - 设置单晶金刚石基板或层(1);
 - 在所述基板或层(1)上设置第一附着层(3);
 - 在所述第一附着层(3)上设置第二附着层(5);
 - 在所述第二附着层(5)上设置掩模层(9);
 - 穿过所述掩模层(9)以及所述第一附着层和第二附着层(3、5)形成至少一个凹陷或多个凹陷,以露出所述单晶金刚石基板或层(1)的一个或多个部分;以及
 - 蚀刻所述单晶金刚石基板或层(1)的露出的一个或多个部分,并且完全蚀刻穿过所述单晶金刚石基板或层(1)。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述第一附着层(3)直接设置在所述单晶金刚石基板或层(1)的表面上。
3. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述第二附着层(5)直接设置在所述第一附着层(3)上。
4. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述第一附着层和第二附着层(3、5)包括不同材料或由不同材料构成。
5. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述第一附着层(3)包括铝、铬或钛,或仅由铝、铬或钛构成,或者所述第二附着层(5)包括氧化硅或仅由氧化硅构成。
6. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述第一附着层和/或所述第二附着层(3、5)的厚度在25nm与300nm之间。
7. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述第一附着层(3)包括铝、铬或钛,或仅由铝、铬或钛构成,并且所述第二附着层(5)包括氧化硅或仅由氧化硅构成。
8. 根据前一权利要求所述的方法,其中,所述第一附着层(3)的厚度为5nm至250nm,并且所述第二附着层(5)的厚度为5nm至100nm。
9. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述掩模层(9)和/或所述第一附着层(3)和/或所述第二附着层(5)包括比单晶金刚石更慢蚀刻的材料或仅由比单晶金刚石更慢蚀刻的材料构成。
10. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述掩模层(9)和/或所述第一附着层(3)和/或所述第二附着层(5)包括比露出于基于氧的等离子体蚀刻的单晶金刚石更慢蚀刻的材料或仅由露出于基于氧的等离子体蚀刻的单晶金刚石更慢蚀刻的材料构成。
11. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述掩模层(9)包括氧化硅或仅由氧化硅构成。
12. 根据前述权利要求所述的方法,其中,所述掩模层(9)的厚度在1 μ m与150 μ m之间。
13. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述单晶金刚石基板或层(1)被蚀刻完全穿过在1 μ m与1mm之间的厚度。
14. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所生产的单晶金刚石零件的厚度(t)在1 μ m与1mm之间。
15. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,使用基于氧的等离子体蚀刻来进行所述单晶金刚石基板或层(1)的露出的一个或多个部分的蚀刻。
16. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,使用基于氧的等离子体蚀刻和物理

蚀刻来进行所述单晶金刚石基板或层(1)的露出的一个或多个部分的蚀刻,该物理蚀刻经由等离子体产生的离子针对所述单晶金刚石基板或层(1)的露出的一个或多个部分的加速来进行。

17.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述至少一个凹陷或所述多个凹陷限定所述掩模层(9)中的单晶金刚石零件轮廓,该轮廓将被转移到所述单晶金刚石基板或层(1)。

18.根据前述权利要求中任一项所述的方法,还包括以下步骤:在所述单晶金刚石基板或层(1)上设置牺牲层(7)。

19.根据前一权利要求所述的方法,其中,所述牺牲层(7)包括与所述第一附着层(3)相同的材料或仅由与所述第一附着层(3)相同的材料构成。

20.根据前一权利要求所述的方法,其中,所述牺牲层(7)和所述第一附着层(3)单独地沉积在所述单晶金刚石基板或层(1)上。

21.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述单晶金刚石基板或层(1)贴附到基板,或者所述方法还包括以下步骤:在形成所述至少一个凹陷或多个凹陷之前,将所述单晶金刚石基板或层(1)贴附到支架(11)。

22.根据前述权利要求中任意一项所述的方法,还包括以下步骤:在所述掩模层(9)上设置轮廓形成层(15),以在所述掩模层(9)中形成所述至少一个凹陷或所述多个凹陷。

23.根据前一权利要求所述的方法,还包括以下步骤:去除所述轮廓形成层(15)的外段,使得所述轮廓形成层(15)的中心段保留在所述掩模层(9)上,以在所述掩模层(9)的内区域中形成所述至少一个凹陷或所述多个凹陷。

24.根据前述权利要求22或23所述的方法,其中,所述轮廓形成层(15)包括光刻胶或仅由光刻胶构成。

25.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,通过去除所述牺牲层(7)或去除所述单晶金刚石基板或层(1)到基板的贴附层来释放所述单晶金刚石零件。

26.根据前述权利要求中任一项所述的方法,还包括以下步骤:在蚀刻所述单晶金刚石基板或层(1)的露出的一个或多个部分之前,湿法蚀刻限定所述至少一个凹陷或所述多个凹陷的所述掩模层(9)的侧壁,以使所述侧壁平滑。

27.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述单晶金刚石零件是机械部件或光学元件。

28.根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述单晶金刚石基板或层(1)仅由合成单晶金刚石基板或层构成,或包括合成单晶金刚石基板或层。

29.根据前一权利要求所述的方法,其中,所述单晶金刚石基板或层(1)仅由化学气相沉积(CVD)单晶金刚石基板或层构成,或包括化学气相沉积单晶金刚石基板或层。

30.一种根据前述权利要求中任一项所述的方法生产的单晶金刚石零件或产品。

31.根据前一权利要求所述的单晶金刚石零件或产品,其中,所述单晶金刚石零件或产品是机械部件或光学元件。

32.一种装置,该装置包括根据前述权利要求30至31中任一项所述的单晶金刚石零件或产品。

33.一种金刚石零件或产品(P),其中,所述金刚石零件或产品是独立的反应离子蚀刻

的合成单晶金刚石零件。

34. 根据前一权利要求所述的金刚石零件或产品 (P), 包括至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1)。

35. 根据权利要求33或34所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述金刚石零件或产品的厚度 (t) 在 $1\mu\text{m}$ 与 1mm 之间, 和/或所述至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁的厚度 (t) 在 $1\mu\text{m}$ 与 1mm 之间。

36. 根据权利要求33至35中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 仅由以下项构成或包括以下项:

- 独立的反应离子蚀刻的合成单晶金刚石基板或层 (1); 和
- 至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1), 所述侧壁限定所述基板或层中的至少一个缝隙 (AP)、和/或在所述基板或层中的至少一个合成单晶金刚石机械元件 (ME)、和/或至少一个合成单晶金刚石突起 (PR)。

37. 根据前一权利要求所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述至少一个或所述多个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1) 包括限定所述金刚石零件或产品的外边界的至少一个或多个外侧壁 (ESW1)、和/或限定所述金刚石零件或产品的内元件的至少一个或多个内侧壁 (ISW1)。

38. 根据权利要求36或37所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述至少一个合成单晶金刚石突起 (PR) 是横向突起, 和/或所述至少一个合成单晶金刚石机械元件在所述基板或层的平面方向上横向延伸。

39. 根据权利要求34至38中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述至少一个或所述多个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1) 是氧等离子体蚀刻的侧壁。

40. 根据权利要求34至39中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 所述至少一个或所述多个反应离子蚀刻的侧壁是氧等离子体蚀刻和物理蚀刻的侧壁, 所述物理蚀刻经由等离子体产生的离子的加速来进行。

41. 根据权利要求34至40中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述至少一个或所述多个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1) 的RMS粗糙度在 1nm 与 $1\mu\text{m}$ 之间。

42. 根据权利要求34至41中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述至少一个反应离子蚀刻的侧壁或所述多个反应离子蚀刻的侧壁的RMS粗糙度在 15nm 与 200nm 之间。

43. 根据权利要求34至42中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述至少一个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1) 或所述多个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1) 的高度或厚度在 $1\mu\text{m}$ 与 1mm 之间。

44. 根据权利要求34至43中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述至少一个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1) 或所述多个反应离子蚀刻的侧壁 (SW1) 的高度或厚度在 $60\mu\text{m}$ 与 1mm 之间、或 $150\mu\text{m}$ 与 1mm 之间。

45. 根据权利要求34至44中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述反应离子蚀刻的单晶金刚石零件或产品的高度或厚度 (t) 在 $50\mu\text{m}$ 与 $250\mu\text{m}$ 之间。

46. 根据权利要求34至45中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 所述至少一个反应离子蚀刻的侧壁或所述多个反应离子蚀刻的侧壁与所述金刚石零件或产品的平面 (PS) 限定 84° 与 90° 之间的角度。

47. 根据权利要求34至46中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述合成单晶

金刚石基板或层是化学气相沉积 (CVD) 单晶金刚石基板或层。

48. 根据权利要求34至47中任一项所述的金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述金刚石零件或产品是金刚石手表零件。

49. 一种装置, 该装置包括根据前述权利要求33至48中任一项所述的金刚石零件或产品 (P)。

50. 一种金刚石零件或产品 (P), 其中, 所述金刚石零件或产品是独立的反应离子蚀刻的合成单晶金刚石零件, 该零件包括至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁, 其中, 所述金刚石零件或产品根据包括以下步骤的过程来获得:

- 设置单晶金刚石基板或层 (1);
- 在所述基板或层 (1) 上设置第一附着层 (3);
- 在所述第一附着层 (1) 上设置第二附着层 (5);
- 在所述第二附着层 (5) 上设置掩模层 (9);
- 穿过所述掩模层 (9) 以及所述第一附着层和第二附着层 (3、5) 形成至少一个凹陷或多个凹陷, 以露出所述单晶金刚石基板或层 (1) 的一个或多个部分; 以及
- 蚀刻所述单晶金刚石基板或层 (1) 的露出的一个或多个部分, 并且完全蚀刻穿过所述单晶金刚石基板或层 (1)。

用于独立单晶机械和光学部件生产的单晶金刚石零件生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及用于在单晶金刚石中制造独立的释放部件或零件的方法和通过该方法生产的单晶金刚石零件或产品。本发明还涉及仅由反应离子蚀刻的单晶金刚石零件或产品构成的独立或单独的金剛石零件或产品。

背景技术

[0002] 随着近来可以利用工业高纯度化学气相沉积 (CVD) 单晶金刚石, 已经广泛报道利用其独特的光学和机械特性的应用。

[0003] 已经公开了诸如纳米机械谐振器、纳米线尖端以及悬臂的机械结构。

[0004] 在光学领域中,微透镜、光栅以及微腔是单晶金刚石是理想材料的应用。

[0005] 然而,应用限于厚度较小的结构,该厚度范围仅从几百纳米到几十微米。

[0006] 通过激光消融已经获得了厚达1.2mm的单晶金刚石释放零件,然而,示出粗糙的侧壁(约 $1\mu\text{m rms}$)。相比之下,使用反应离子蚀刻(RIE)已经产生几纳米rms粗糙度(约 3nm rms)的平滑蚀刻结构。另外,激光消融是一个顺序过程,而基于等离子体的方法允许同时制造多个和任意数量的零件,唯一的限制是金刚石基板或由多个单独的金刚石基板组成的复合基板的尺寸。

[0007] 已经用基于氧的等离子体示范了单晶金刚石的蚀刻工艺,该等离子体常常结合诸如氟气或碳氟化合物(例如,CF₄)的其他气体而被发现。

[0008] 达到高达40μm/h的蚀刻速率和高于50:1的硬掩模材料的选择性,然而,尚未有高于约55μm的蚀刻深度的示例,这需要使用外部高级钢结构充当硬掩模。

[0009] 该限制起因于在深度蚀刻工艺中使用的厚硬掩模的结构化期间遇到的难题,诸如在小金刚石基板上旋涂光刻胶期间形成边珠。另外,微掩模效应导致粗糙的表面,并且可能几乎停止蚀刻过程,由此使得难以达到高蚀刻深度。

[0010] 另外,存在诸如硅的其他材料上的CVD金刚石涂层的各种供应商,并且全多晶金刚石零件可商购。然而,与单晶金刚石相比,多晶金刚石在材料特性上有若干限制。

发明内容

[0011] 因此,本公开的一个方面是提供一种克服上述挑战的单晶金刚石零件制造方法。由此,本发明涉及一种根据权利要求1的方法。

[0012] 该方法优选包括以下步骤:

[0013] -设置单晶金刚石基板或层:

[0014] -在基板或层上设置第一附着层;

[0015] -在第一附着层上设置第二附着层;

[0016] -在第二附着层上设置掩模层:

[0017] -穿过掩模层以及第一附着层和第二附着层形成至少一个凹陷或多个凹陷,以露

出单晶金刚石基板或层的一个或多个部分;以及

[0018] -蚀刻单晶金刚石基板或层的露出的一个或多个部分,并且完全蚀刻穿过单晶金刚石基板或层。

[0019] 该方法有利地允许生产具有更大尺寸的独立单晶金刚石零件。而且,独立的单晶金刚石零件具有低表面粗糙度。例如,这允许生产合成的单晶金刚石机械加工零件,例如,手表零件。

[0020] 本公开的另一个方面是提供一种通过该方法生产的单晶金刚石零件或产品。

[0021] 本公开的又一个方面是提供一种独立的金刚石零件或产品,该零件或产品仅由反应离子蚀刻的合成单晶金刚石构成,或包括反应离子蚀刻的合成单晶金刚石。

[0022] 其他有利特征可以在从属权利要求中找到。

[0023] 本发明的上述和其他目的、特征和优点以及实现它们的方式将变得更加明显,并且本发明本身将从参照附图进行的以下描述的研究来更佳地理解,这些附图示出了本发明的一些优选实施方式。

附图说明

[0024] 本发明的上述目的、特征以及其他优点将结合附图从以下详细描述来最佳地理解,附图中:

[0025] 图1示出了用本公开的方法获得的单晶金刚石中的释放零件或产品的示例,释放部件的直径为(约)3mm,厚度 t 为(约)0.15mm;以及

[0026] 图2示出了示例性的单晶金刚石零件制造方法以及可以在该方法中使用的示例性材料。

[0027] 此处,在可能的情况下,使用相同的附图标记来表示附图中共同的相同元件。

具体实施方式

[0028] 图2示出了示例性单晶金刚石零件制造方法,并且图1示出了通过该方法生产的示例性金刚石产品P。本公开的方法例如用于在单晶金刚石中制造微机械和微光学部件或零件。

[0029] 该过程使用单晶金刚石基板或层1。单晶金刚石基板或层的尺寸例如可以是5mm(长度(x方向)) $\times$ 5mm(宽度(y方向)) $\times$ 0.15mm(厚度 t (z方向))。然而,本公开的方法不限于这种尺寸,并且单晶金刚石基板或层1的长度和宽度可以更长或更短,并且还可以具有更大或更小的厚度。例如,可以生产厚度在1 μ m与1mm之间的金刚石部件,由此,单晶金刚石基板或层1也具有在1 μ m与1mm之间的厚度。另选地,单晶金刚石基板或层1可以具有在1 μ m与500 μ m之间、或50 μ m与500 μ m之间、或50 μ m与250 μ m之间的厚度。

[0030] 单晶金刚石基板或层1优选是非天然或合成的单晶金刚石,例如,化学气相沉积CVD单晶金刚石或通过HPHT(高压高温)合成的合成金刚石。

[0031] 为了获得具有任意形状的释放零件,对基板或层1执行深反应离子蚀刻工艺(获得的零件是“2.5D”而不是3D,因为零件通过由深度蚀刻在金刚石基板中转移2D图案而获得)。

[0032] 与已知方法不同,该过程克服了已知难题,并且允许完全蚀刻穿过金刚石基板,以获得释放零件。该过程使用厚硬掩模沉积和图案化,然后例如是基于O₂的等离子体蚀刻,以

产生独立的金刚石零件P(例如参见图1)。

[0033] 在单晶金刚石基板或层1上沉积第一附着层3或向单晶金刚石基板或层1涂敷第一附着层3。然后在第一附着层3上沉积第二附着层5或向第一附着层3涂敷第二附着层5。第一附着层3优选直接涂敷到金刚石基板或层1,并且第二附着层5优选直接涂敷到第一附着层3。

[0034] 第一附着层3和第二附着层5包括不同的材料或由不同的材料构成。第一附着层3可以例如包括铝、铬或钛或其组合,或仅由其构成。第二附着层5可以例如包括氧化硅,或仅由氧化硅构成。

[0035] 第二附着层5可以例如包括氧化硅、 Al_2O_3 、Al、Si、SiN、Au、Ti、 Si_3N_4 、Ni、Ni-Ti合金或W,或仅由其构成。第二附着层5还可以例如包括Ag、Cu、Fe、Cr、Co、Ga、Ge、In、Mo、NiFe、NiCr、Nb、Pd、Pt、Si、Sn、Ta或Y,或仅由其构成。第二附着层5还可以例如包括MgO、ITO(铟锡氧化物, $\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$)、钛氧化物(TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ti_3O_5)、 ZrO_2 、 HfO_2 、 La_2O_3 、 Y_2O_3 或SiC,或仅由其构成。

[0036] 第一附着层3可以具有例如5nm至250nm的厚度。第二附着层5可以具有例如5nm至100nm的厚度。

[0037] 然后在第二附着层5上沉积(硬)掩模层9或向第二附着层5涂敷(硬)掩模层9。掩模层9具有例如在 $1\mu\text{m}$ 与 $150\mu\text{m}$ 之间的厚度。第一附着层3和第二附着层5的存在保证了在金刚石基板或层1的深反应离子蚀刻期间,可以在结构上沉积并保留显著厚度的掩模层9,并且蚀刻可以被进行为完全穿过金刚石基板或层1。防止了由于应力引起的脱层和开裂。

[0038] 优选地,掩模层9包括比单晶金刚石基板或层1更慢地蚀刻(例如,在基于氧的等离子体蚀刻中)的材料,或仅由该材料构成。反应离子蚀刻优先选择金刚石基板或层1,并且优选蚀刻金刚石基板或层1。

[0039] 掩模层9可以例如包括氧化硅,或仅由其构成。

[0040] 掩模层9可以例如包括氧化硅、 Al_2O_3 、Al、Si、SiN、Au、Ti、 Si_3N_4 、Ni、Ni-Ti合金或W,或仅由其构成。掩模层9还可以例如包括Ag、Cu、Fe、Cr、Co、Ga、Ge、In、Mo、NiFe、NiCr、Nb、Pd、Pt、Si、Sn、Ta或Y,或仅由其构成。

[0041] 掩模层9还可以例如包括MgO、ITO(铟锡氧化物, $\text{In}_2\text{O}_3\text{-SnO}_2$)、钛氧化物(TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ti_3O_5)、 ZrO_2 、 HfO_2 、 La_2O_3 、 Y_2O_3 或SiC,或仅由其构成。

[0042] 第二附着层5和掩模层9可以包括相同或不同的材料,或仅由该材料构成。

[0043] 第一附着层3和第二附着层5还可以包括比单晶金刚石基板或层1更慢地蚀刻的材料,或仅由其构成。第一附着层3和第二附着层5还可以包括比掩模层9更慢地蚀刻的材料,或仅由其构成。

[0044] 例如通过蚀刻穿过掩模层9以及第一附着层3和第二附着层5形成至少一个凹陷或凹口10、或者多个凹陷或凹口10,以露出单晶金刚石基板或层1的一部分或多个部分10A(例如,参见图2(j))。

[0045] 至少一个凹陷或多个凹陷10在掩模层9以及第一附着层3和第二附着层5中限定轮廓,该轮廓将被转移到单晶金刚石基板或层1并且限定产生的单晶金刚石零件或产品P的形式或形状。

[0046] 凹陷10可以例如通过以下方式形成:直接在掩模层9上沉积或涂敷轮廓形成层

15,以允许在掩模层9以及第一附着层3和第二附着层5中形成一个或多个凹陷10。轮廓形成层15可以例如包括光刻胶,或仅由其构成。

[0047] 轮廓形成层15的沉积可导致在轮廓形成层15的一个或多个外段17A处形成累积区(或边珠)(例如,参见图2(e))。这种区域17B可能限制轮廓形成层15中可实现的最小特征尺寸,和/或限制轮廓形成层15中包含的图案的准确度。首先,去除轮廓形成层15的这些外段17A,使得仅轮廓形成层15的中心段17B保留在掩模层9上。然后,在中心段17B中(例如,通过蚀刻或在轮廓形成层15由光刻胶构成时通过标准光刻技术,即,曝光和显影)形成凹口形成结构18,并且将其用于在掩模层9的内部中心区域中形成至少一个凹陷或多个凹陷10。

[0048] 可以进行限定凹陷10的掩模层9的侧壁SW的湿法蚀刻,以使侧壁SW平滑。优选地,这在蚀刻单晶金刚石基板或层1的一个或多个露出部分10A之前进行。第二附着层5的侧壁也可以以相同的方式进行处理。这有利地允许在单晶金刚石基板或层1中获得更平滑的侧壁SW1。

[0049] 反应离子蚀刻单晶金刚石基板或层1的一个或多个露出部分10A,并且将其蚀刻为完全穿过单晶金刚石基板或层1。至少一个凹陷或多个凹陷10的轮廓将被转移到单晶金刚石基板或层1。

[0050] 蚀刻使用例如基于氧的等离子体蚀刻来进行。除了基于氧的等离子体蚀刻以外,还可以通过以下方式来进行物理蚀刻:使用施加的电场加速等离子体产生的离子,以使离子针对单晶金刚石基板或层1的一个或多个露出部分10A加速。这有利地允许实现更高的蚀刻速率。

[0051] 基于氧的等离子体蚀刻可以仅由基于氧的等离子体构成。另选地,等离子体蚀刻可以包括混合气体,诸如氧气和惰性气体(例如,氩气)、或例如 O_2 、Ar以及 SF_6 、或 O_2 和 SF_6 、 O_2 和 CF_4 、 O_2 和 CHF_3 、或 O_2 和 H_2 。另选地,可以使用Ar和 Cl_2 的混合气体。

[0052] 可以将单晶金刚石基板或层1贴附到支撑基板11,以允许更容易的处理。例如,这可以在形成至少一个凹陷或多个凹陷10A之前进行。

[0053] 单晶金刚石基板或层1可以经由牺牲层7贴附到支撑基板11。支撑基板11可以通过中间贴附层11A贴附到牺牲层7。另选地,单晶金刚石基板或层1可以仅经由贴附层11A贴附到支撑基板11。贴附层11A可以例如包括附着剂、绝缘体或半导体或金属层。

[0054] 牺牲层7可以包括与第一附着层3不同的材料或相同的材料,或仅由该材料构成。

[0055] 单晶金刚石零件P可以通过去除牺牲层7或另选地通过去除贴附层11A或在贴附层11A处分离来释放。

[0056] 现在将参照图2(a)至图2(m)描述更具体的示例性实施方式。

[0057] 可以首先通过使用例如食人鱼溶液(H_2SO_4 (96%): H_2O_2 (30%) (3:1))清洁尺寸为(约) $5mm \times 5mm \times 0.15mm$ 的单晶金刚石基板或层1来进行清洁步骤(图2(a))。

[0058] 然后可以可选地将基板1放置在 O_2 等离子体(600W、400sccm O_2 流量、0.8mbar)中2分钟,以便改善第一附着层3与牺牲层7的附着,该牺牲层例如是200nm厚的溅射铝层,该溅射铝层之后立即沉积在基板或层1的两侧上(200W、15sccm Ar流量)(图2(b))。

[0059] 在基板1的正面FS上的铝附着层3充当用于随后的氧化硅掩模层9的沉积的助粘剂,而背面BS上的牺牲铝层7充当用于释放所制造零件P的蚀刻终止牺牲层。

[0060] 在 O_2 流(1000W、98sccm Ar流量、13sccm O_2 流量)下,在基板1的正面FS上溅射65nm

厚的氧化硅第二附着层5,以充当第一附着铝层与7 μm 厚的氧化硅掩模层9之间的附加附着层,该掩模层随后在没有 O_2 流的情况下溅射,以便实现高沉积速率(1000W、15sccm Ar流量)(图2(c))。

[0061] 可以用例如Quickstick 135将基板1胶合在硅处理晶片11上(图2(d)),然后例如可以在130 $^{\circ}\text{C}$ 下进行六甲基二硅氮烷(HMDS)气相沉积,以便改善随后沉积的光刻胶15的附着。

[0062] 以1750rpm的速度旋涂(约)2.5 μm 厚的一层例如ECI 3027光刻胶,然后在100 $^{\circ}\text{C}$ 下进行5分钟的软烘烤(图2(e))。由于基板1的矩形形状以及在处理基板11与金刚石基板或层1的正面FS之间的台阶,可能形成大量的边珠17A。边珠也形成在其他形状(诸如圆形形状)的基板上,而且形成在更大的基板上。为了获得良好的光刻分辨率(最小化掩模到光刻胶的距离),优选去除边珠。

[0063] 为了去除该边珠17A,在受边珠17A影响的区域(例如,从基板边缘到基板1内部(约)0.5mm)上进行光刻胶15的第一次(光学或电子束)曝光(600 mJ/cm^2),然后在AZ 726MIF显影剂中进行标准显影137秒(图2(f))。

[0064] 以要制造的一个或多个零件P的图案18在基板或层1的中心区域17B上执行第二次曝光(225 mJ/cm^2),然后在AZ 726MIF中显影108秒(图2(g))。

[0065] 在30分20秒的总时间期间以小于4分钟的步长在基于He/ H_2 / C_4F_8 的等离子体中蚀刻氧化硅第二附着层5和掩模层9(图2(h))。

[0066] 然后是使用 O_2 等离子体(600W、400sccm O_2 流量、0.8mbar)剥离光刻胶15持续2分钟,在75 $^{\circ}\text{C}$ 加热的Microposit去除剂1165溶液中浸泡5分钟,然后进行去离子(DI)水洗,并且在 N_2 流和第二 O_2 等离子体(600W、400sccm O_2 流量、0.8mbar)下干燥2分钟。

[0067] 为了使第二附着层和掩模层的侧壁(即,氧化硅5、9侧壁)平滑,将基板1浸泡在缓冲氢氟酸溶液(NH_4F (40%): HF (50%) (7:1))中15秒(图2(i))。

[0068] 在基于 Cl_2/BCl_3 的等离子体中蚀刻第一附着铝层3(约)1分钟,然后立即进行DI水洗,并在 N_2 流下干燥,以去除任何氯残留(图2(j))。

[0069] 在基于 O_2 的等离子体(2000W ICP功率、200W偏置功率、100sccm O_2 流量、15mTorr室压)中蚀刻单晶金刚石基板1(约)5小时,直到达到铝背面牺牲层7为止(图2(k))。同时通过施加的偏置功率经由等离子体产生的离子的加速进行物理蚀刻。蚀刻速率为(约)30 μm /小时。用于金刚石蚀刻的RIE机器是SPTS APS电介质蚀刻机。

[0070] 在 HF (50%)槽液中剥离附着层5和掩模氧化硅层9(图2(l)),并且在35 $^{\circ}\text{C}$ 下在 H_3PO_4 (85%): CH_3COOH (100%): HNO_3 (70%) (83:5.5:5.5)槽液中蚀刻第一附着铝层3和(铝)牺牲层,直到完全剥离牺牲层并从处理硅晶片11释放零件P为止(图2(m))。

[0071] 图1示出了通过该方法生产的产品P的示例性示例。

[0072] 用该示例性方法获得的零件P具有 $84.6^{\circ}\pm 0.5^{\circ}$ 的侧壁角,并且分辨出低至(约)3 μm 的特征。用原子力显微镜(AFM)测量的侧壁SW1粗糙度取决于侧壁的区域在(约)15nm(rms)到(约)200nm(rms)的范围内(例如,侧壁的顶部(约)30 μm 示出比剩余(约)120 μm 的下面更平滑的表面)。

[0073] 据发明人所知,这是首次使用基于等离子体的方法在单晶金刚石中产生这种深度的蚀刻。

[0074] 而且,据发明人所知,这是首次生产单晶金刚石独立件。

[0075] 该方法允许例如生产微机械部件(例如,用于手表业)或微光学零件(例如,X射线衍射光栅、透镜)。图1示出了通过本公开的方法生产的用于手表业的示例性微机械部件。

[0076] 可以生产的机械部件包括例如纳米压头、机械测试仪、切割刀片、谐振器。可以生产的光学部件包括例如透镜、滤光器、分束器、窗、漫射器、棱镜。

[0077] 金刚石零件或产品P是包括至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁SW1的独立反应离子蚀刻合成单晶金刚石零件。合成单晶金刚石基板或层可以是例如化学气相沉积(CVD)单晶金刚石基板或层。

[0078] 金刚石零件或产品P的厚度 t 在 $1\mu\text{m}$ 与 1mm 之间,和/或至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁SW1的厚度 t 在 $1\mu\text{m}$ 与 1mm 之间。

[0079] 金刚石零件或产品P可以仅由独立的反应离子蚀刻的合成单晶金刚石基板或层(或主体)1以及至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁SW1构成或包括它们,以限定基板或层1中的至少一个缝隙AP、和/或在基板或层1中的至少一个合成单晶金刚石机械元件ME、和/或至少一个合成单晶金刚石突起PR。

[0080] 合成单晶金刚石突起PR可以是例如横向突起PR。合成单晶金刚石机械元件ME例如在基板或层1的平面方向上横向延伸。

[0081] 至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁SW1可以包括限定金刚石零件或产品P的外边界的至少一个或多个外侧壁ESW1、和/或限定金刚石零件或产品P的内元件的至少一个或多个内侧壁ISW1。

[0082] 至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁SW1可以是氧等离子体蚀刻的侧壁SW1,或者可以是氧等离子体蚀刻和物理蚀刻的侧壁SW1,物理蚀刻经由等离子体产生的离子的加速来进行。

[0083] 至少一个或多个反应离子蚀刻的侧壁SW1可以具有在 1nm 与 $1\mu\text{m}$ 之间的RMS粗糙度、或在 15nm 与 200nm 之间的RMS粗糙度。侧壁SW1的高度或厚度 t 可以在 $1\mu\text{m}$ 与 1mm 之间、或者 $60\mu\text{m}$ 与 1mm 之间、或者 $150\mu\text{m}$ 与 1mm 之间或者 $50\mu\text{m}$ 与 $250\mu\text{m}$ 之间。

[0084] 多个反应离子蚀刻的侧壁可以与金刚石零件或产品的平面PS限定在 84° 与 90° 之间、或 84° 与 88° 之间的角度。

[0085] 虽然已经参考某些优选实施方式公开了本发明,但在不脱离本发明的领域和范围的情况下,可以对所述实施方式及其等同物进行大量修改、变更和改变。因此,预期的是本发明不限于所述的实施方式,而是根据所附权利要求的语言给出最广泛的合理解释。

[0086] 参考文献

[0087] A.Ando,Y.,Nishibayashi,Y.,Kobashi,K.,Hirao,T.,&Oura,K.(2002),Smooth and high-rate reactive ion etching of diamond.Diamond and Related Materials, 11(3-6),824-827.[https://doi.org/10.1016/S0925-9635\(01\)00617-3](https://doi.org/10.1016/S0925-9635(01)00617-3)

[0088] B.Appel,P.,Neu,E.,Ganzhorn,M.,Barfuss,A.,Batzer,M.,Gratz,M.,... Maletinsky,P.(2016),Fabrication of all diamond scanning probes for nanoscale magnetometry.Review of Scientific Instruments,87(6),063703<https://doi.org/10.1063/1.4952953>

[0089] C.Enlund,J.,Isberg,J.,Karlsson,M.,Nikolajeff,F.,Olsson,J.,&Twitchen,

- D.J. (2005), Anisotropic dry etching of boron doped single crystal CVD diamond. Carbon, 43 (9), 1839-1842. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2005.02.022>
- [0090] D.Forsberg, P. (2013), Diamond Microfabrication for Applications in Optics and Chemical Sensing, Retrieved from <http://www.diva-portal.org/smash/record.jsf?pid=diva2:600078>
- [0091] E.Forsberg, P., & Karlsson, M. (2013), High aspect ratio optical gratings in diamond, Diamond and Related Materials, 34, 19-24. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2013.01.009>
- [0092] F.Fu, J., Wang, F., Zhu, T., Wang, W., Liu, Z., Li, F., ... Hou, X. (2017), Single crystal diamond cantilever for micro-electromechanical systems, Diamond and Related Materials, 73, 267-272. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2016.10.011>
- [0093] G.Hausmann, B.J.M., Khan, M., Zhang, Y., Babinec, T.M., Martinick, K., McCutcheon, M., ... **Lončar**, M. (2010), Fabrication of diamond nanowires for quantum information processing applications, Diamond and Related Materials, 19 (5-6), 621-629. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2010.01.011>
- [0094] H.Hwang, D.S., Saito, T., & Fujimori, N. (2004); New etching process for device fabrication using diamond; Diamond and Related Materials, 13 (11-12), 2207-2210. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2004.07.020>
- [0095] I.Khanaliloo, B., Mitchell, M., Hryciw, A.C., & Barclay, P.E. (2015); High-Q/V Monolithic Diamond Microdisks Fabricated with Quasi-isotropic Etching; Nano Letters, 15 (8), 5131-5136. <https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.5b01346>
- [0096] J.Lee, C.L., Gu, E., Dawson, M.D., Friel, I., & Scarsbrook, G.A. (2008); Etching and micro-optics fabrication in diamond using chlorine-based inductively-coupled plasma; Diamond and Related Materials, 17 (7-10), 1292-1296. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2008.01.011>
- [0097] K.Liu, H., Reilly, S., Herrnsdorf, J., Xie, E., Savitski, V.G., Kemp, A.J., ... Dawson, M.D. (2016); Large radius of curvature micro-lenses on singlecrystal diamond for application in monolithic diamond Raman lasers; Diamond and Related Materials, 65, 37-41. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2016.01.016>
- [0098] L.Otterbach, R., Hilleringmann, U., Horstmann, T.J., & Goser, K. (2001); Structures with a minimum feature size of less than 100 nm in CVD-diamond for sensor applications; Diamond and Related Materials, 10 (3), 511-514.
- [0099] M.Otterbach, Ralf. (2004). **Tiefenätzung** in Diamant am Beispiel eines Drucksensors für Hochtemperaturanwendungen (Vol.Nr.1023). Düsseldorf: VDI Verlag.
- [0100] N.Polikarpov, M., Polikarpov, V., Snigireva, I., & Snigirev, A. (2016); Diamond X-ray Refractive Lenses with High Acceptance; Physics Procedia, 84, 213-220. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.11.037>
- [0101] O.Tao, Y., Boss, J.M., Moores, B.A., & Degen, C.L. (2014); Single-crystal

diamond nanomechanical resonators with quality factors exceeding one million; Nature Communications,5.<https://doi.org/10.1038/ncomms4638>

[0102] P.Tao,Y.,&Degen,C.L.(2015);Single-Crystal Diamond Nanowire Tips for Ultrasensitive Force Microscopy;Nano Letters,15(12),7893-7897.<https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.5b02885>

[0103] Q.Zhu,T.-F.,Fu,J.,Wang,W.,Wen,F.,Zhang,J.,Bu,R.,...Wang,H.-X.(2017); Fabrication of diamond microlenses by chemical reflow method.Optics Express, 25(2),1185;<https://doi.org/10.1364/OE.25.001185>

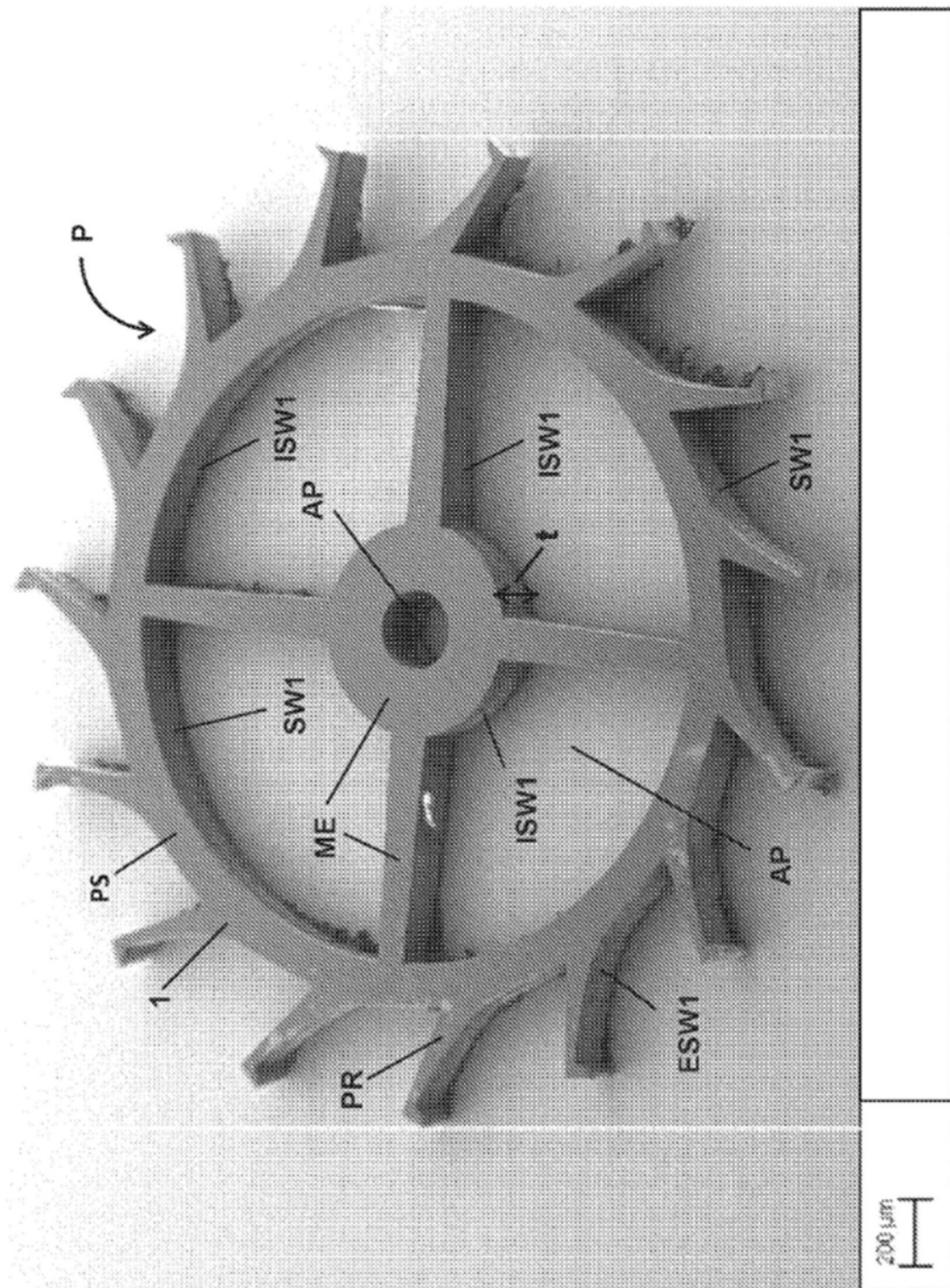


图1

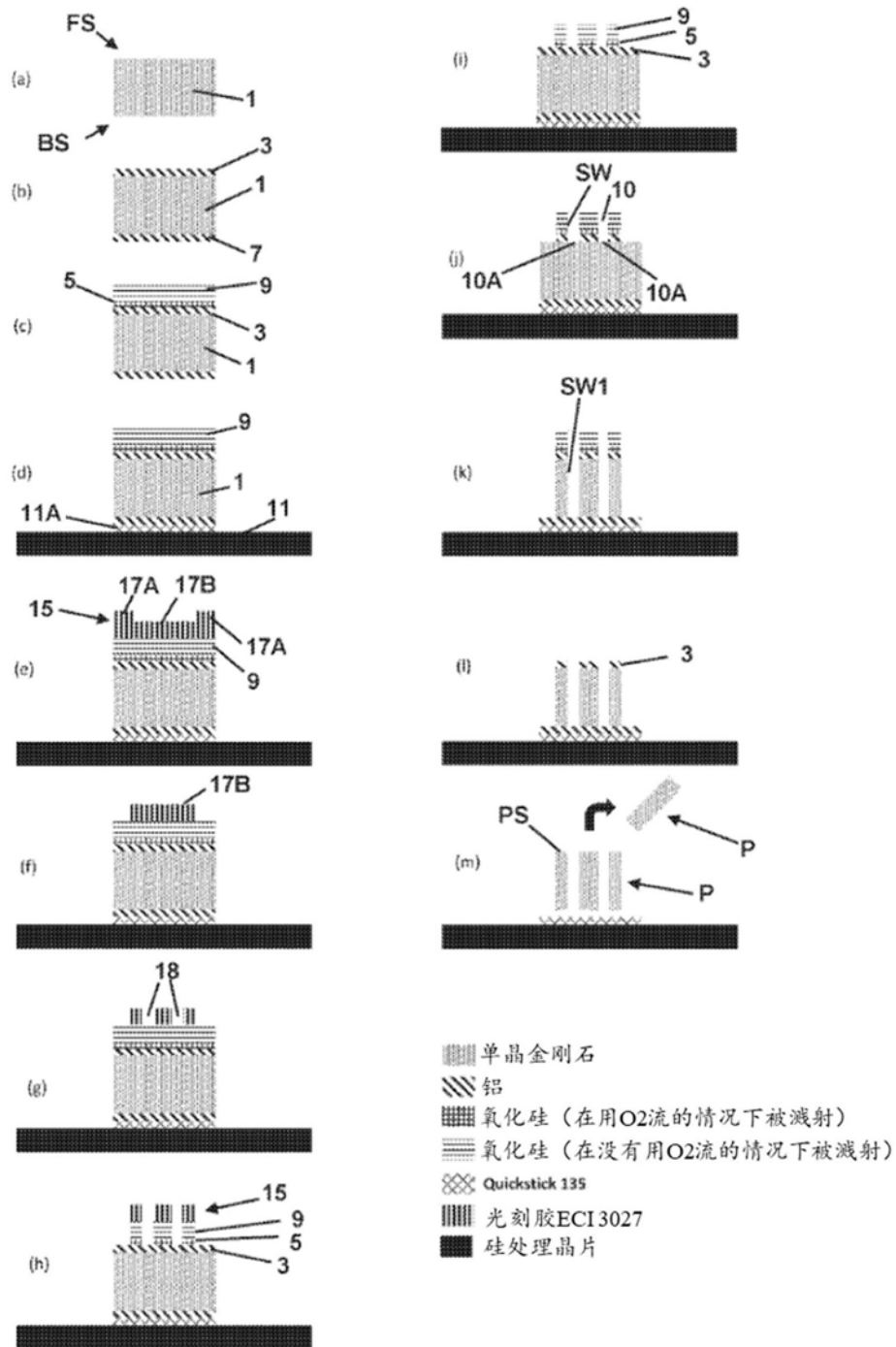


图2