



56.583/DE

K I V O N A T

Eljárás integrált optikai alkatrészek előállítására, szilícium
maszk felhasználásával

Corning Incorporated, CORNING, New York,

AMERIKAI EGYESÜLT ÁLLAMOK

A bejelentés napja: 1992. 09. 25.

Elsőbbsége: 1991. 09. 27. (91 11923)

FRANCIAORSZÁG

A találmány tárgya eljárás valamely üvegtestben integrált optikai áramkör előállítására ioncsere segítségével, amely az üvegtest bizonyos területei és valamely fémsó között zajlik le, és amelyben ezt a területet egy maszk alkalmazásával határozzák meg, azzal jellemezve, hogy az alkalmazott maszk egy szilícium réteg.

Az eljárás optikai eszközök előállításában alkalmazható.

~~56.583/DE~~

64287.

A

NSZ05: C 03 C 21/00,
G 02 B 6/12

Eljárás integrált optikai alkatrészek előállítására, szilícium
maszk felhasználásával

Corning Incorporated, CORNING, New York,

AMERIKAI EGYESÜLT ÁLLAMOK, US

Feltalálók: BEGUIN Alain, VULAINES S/SEINE,
PRESOTTO Jean-Claude, CHATEAU-LANDON,
LABORDE Pascal, CHAMPAGNE-SUR-SEINE,
FRANCIAORSZÁG, FR

A bejelentés napja: 1992. 09. 25.

Elsőbbsége: 1991. 09. 27. (91 11923)

FRANCIAORSZÁG, FR

A találmány tárgya eljárás integrált optikai alkatrészek előállítására ioncserélés segítségével szilícium maszk felhasználásával, egy olyan eljárás, amely a maszk előállítására szolgál, továbbá eljárás a fenti maszk végső eltávolítására.

Az optikai hullám vezetők testben történő képzése valamilyen üveglemez vagy sík lap formában az üveg és megfelelő olvadt fémsók, mint például tallium, cézium vagy ezüst sók közötti ioncsere révén, jól ismert. Az előállítás maszk alkalmazását igényli, amely megfelelő formájú és segítségével meghatározható a test azon területe, amelyben az ioncsere megtörténik, azaz az optikai hullám vezető képzése történik. Ezt például úgy valósítják meg, hogy az üvegtest ioncserének kitett felületére egységes maszkot választanak le, majd erre a maszkra megfelelő mintázatú polimer ellenállást képeznek fotolitográfiai eljárással úgy, hogy ez az ellenállás minta a maszkon bizonyos régiókat a megfelelő hatás számára szabadon hagy. Ezt követően a maszkra leválasztott ellenállás mintát az alatta levő maszkkal együtt eltávolítják, végrehajtják az ioncserélési eljárást, amely a maszktól mentes üvegtest felületén megy végbe egy olvadt fémsó segítségével, majd végül a maszk maradékát is eltávolítják. Más eljárás szerint először egy megfelelő polimer ellenállás mintát választanak le fotolitográfiai eljárással, amely ellenállásminta az üvegtest felület bizonyos felületeit szabadon hagyja, majd erre maszkot választanak le és eltávolítják a maszk azon részeit, amelyek polimer ellenállási anyag fölött találhatók, például ez utóbbit valamely oldószerrel távolítják el úgy, hogy csak bizonyos részei maradnak vissza, amelyek azokat a felületeket borítják, amik ellenállással is ellátottak. Ezután hajtják végre az ioncsere eljárást. Esetenként egy második ioncserélő eljárást is végrehajtanak egy másik fürdőben, amely olvadt fémsót tartalmaz abból a célból, hogy "eltakarják vagy eltemessék" az első ioncseréből származó hullám vezető mintát. Az ioncsere eljárást általában elektromos



térrel segítik elő.

Az ilyen maszk előállítási eljárásban jól alkalmazható anyagok számos feltételt kell hogy kielégítsenek, amelyek:

- könnyű leválaszthatóság,
- könnyű mintaképzési képesség,
- az üveghez való jó tapadás,
- ioncserével szembeni ellenállás, és
- az ioncsere után elvégezhető könnyű eltávolíthatóság anélkül, hogy az eltávolításra alkalmazható eljárás káros befolyást gyakorolna az üvegre, illetve az ioncserének kitett felületekre.

Maszkképzés céljára már számos anyagot leírtak. Az alábbiakat külön megemlítjük:

- a legáltalánosabban alkalmazott maszkképző anyag az alumínium, amelyet ilyen célra számos közleményben leírtak, mint például J. L. Coutaz és munkatársai, Applied Optics, 21-26, (1982).

Az alumínium viszont azzal a hátránnyal rendelkezik, hogy nem megfelelő ellenállású az ioncsere eljárással szemben, különösen akkor, ha ez utóbbit hosszabb ideig végzik, mint például a több funkciós komponensek előállítása során.

- a titán, amelyet számos szerző közleményében leírt, mint például H. J. Lilienhof és munkatársai, Optics Comm., 35-1, 49, 1980.

A 0,269,996 számú európai szabadalmi leírásban, amely titánmaszk felhasználással foglalkozik, leírták, hogy a titánmaszk vékony felületi ionréteget képez, amely az üvegben gátat eredményez úgy, hogy amennyiben a hullám vezetőt el akarjuk takarni egy második ioncsere segítségével, ezelőtt az üveg vékony felületi rétegének eltávolítása szükséges. Ez komoly hátrányt je-

lent.

- aluminium-oxidot is alkalmaztak, mint például amint ezt R. G. Walker és munkatársai, Applied Optics, 22, 1929, (1983) közleményében leírták. Azonban az aluminium-oxid az üvegben nagy feszültséget okoz és igen nehéz eltávolítani.
- platínát ugyancsak alkalmaztak erre a célra, lásd H. J. Lilienhof és munkatársai, IEEE J. Quantum Electron, Vol, QE 18, No. 11, 1877, (1982) közleményét.

A platina alkalmazásának az a hátránya, hogy igen drága, és igen agresszív kémiai reagensek alkalmazása nélkül nehéz eltávolítani. Ezen túlmenően igen nehéz mintát képezni benne.

- A szilícium-oxidot és a szilícium-nitridet ugyancsak leírták a fent idézett szakirodalomban ilyen célú alkalmazásra. Ezeknek az anyagoknak az a hátránya, hogy magas leválasztási hőmérsékletet igényelnek. Ezen túlmenően a szilícium-oxid szelektív eltávolítása az üvegről igen nehéz, mivel ezek igen közeli kémiai szerkezetűek.

Egyik fent leírt maszkképző anyag sem teljesen kielégítő tulajdonságú, ennél fogva szükség van az iparban olyan maszk előállítására, amely valamennyi fent leírt követelményt kielégíti.

A találmány tárgya eljárás szilícium maszk előállítására és ezen fenti körülmények kielégítésére.

A találmány tárgya továbbá eljárás ilyen szilícium maszk előállítására.

Részletesebben a találmány tárgya eljárás üvegtestben integrált optikai áramkör előállítására ioncsere segítségével, amely az üvegtest bizonyos területei és olvasztott fémsó közötti

ioncsere révén jön létre valamely maszk felhasználásával, amely utóbbi meghatározza azokat a területeket, ahol az ioncsere megtörténik, azzal jellemezve, hogy a maszk szilícium rétegből áll.

A találmány tárgya továbbá eljárás maszk szilícium réteg leválasztására üvegtesten azzal jellemezve, hogy a szilícium réteg leválasztása úgy történik, hogy az üvegtestet körülbelül 200 - körülbelül 500°C hőmérsékletre melegítjük.

A jelen találmány szerinti integrált optikai áramkörök előállítási eljárása az ismert eljárásoktól abból különbözik, hogy szilícium maszkot alkalmaz.

Ennélfogva a leírtásban elsősorban azokat a folyamatokat írjuk le, amelyek szilícium maszk előállítását, illetve ennek végső eltávolítását szolgálják.

Az üvegtest felületére a maszk szilícium réteget vákuumban történő elpárologatás vagy katódos bevonás segítségével választjuk le, amely eljárások jól ismertek.

Abból a célból azonban, hogy a szilícium maszk és az üvegtest között jó tapadást érjünk el, alapvetően szükséges, hogy az üvegtest felületét megfelelően előkészítsük a szilícium leválasztása előtt.

A felület előkészítése könnyebb vagy nehezebb eljárással oldható meg, attól függően, hogy a maszkkal ellátott üvegtestre kifejtett ioncserélő eljárás milyen időtartamú, amely pedig attól függ, hogy milyen alkatrésztípust (egyszeres üzemmódú vagy többszörös üzemmódú) kívánunk előállítani. Amennyiben egy egyszeres üzemmódú alkatrészt állítunk elő és ebben az esetben az ioncsere időtartama általában körülbelül 1 óra, az üvegfelület előkészítése lehet valamely vizes mosószer oldattal történő mosás, majd

ionmentes vízzel végzett öblítés és végül szárítás. Ezzel szemben egy többszörös üzemmódú alkatrész előállítása során, amikor az ioncsere időtartama több tíz óra, egy jobb előkészítés szükséges, amelynek során a felületet híg savval kezeljük, abból a célból, hogy felületi támadást fejtsünk ki az üveg felületén úgy, hogy ez javítsa a maszk tapadását. Azonban ez a kezelés nem lehet olyan, ami az üvegfelületet károsítja. Például az ilyen felületelő-készítés során alkalmazhatunk egy vizes mosószer oldattal végzett mosást, majd ezt követően valamely híg sav oldattal végzett mosást, amely sav lehet például ecetsav, végül ionmentes vízzel végzett öblítést és szárítást a felület előkészítésére.

Az előkészített üvegfelületre a szilíciumréteg leválasztását végezhetjük például vákuum alatt végzett elpárologtatásos módon vagy katódos bevonásos módon. Előnyösen alkalmazható a szilícium töltetből vákuum alatt végzett elpárologtatási eljárás. A leválasztás körülményei standard körülmények, kivéve, hogy a szubsztrát - amely ebben az esetben az üvegtest - hőmérséklete, a lehetségesen legközelebbi legyen ahhoz a hőmérséklethez, amelyen az ezt követő ioncserét végrehajtjuk. Mivel a szilícium hőtágulási tényezője igen eltérő az üveg hőtágulási tényezőjétől, sorrendben $3 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ és $100 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$, ha a maszk leválasztását szobahőmérsékleten végezzük, a kapott maszk az ioncsere során megreped, mivel a hőtágulás eltérése miatt feszültség keletkezik. Ennek elkerülése érdekében célszerű, hogy a szilíciummaszkot az üvegtestre úgy válasszuk le, hogy az utóbbit az ioncserét végrehajtó olvadt sófürdő hőmérsékletéhez lehető legközelebbi hőmérsékleten tartjuk. Általában ez a hőmérséklet $200-500^{\circ}\text{C}$ közötti. Ebből a célból az üvegtestet valamilyen módon fűteni

szükséges, amely fűtés lehet elektromos ellenállásfűtés vagy infravörös lámpa. Mivel az a hőmérséklet, amit a szilícium leválasztása során az üvegtestre alkalmazunk, közeli az üveg átmeneti hőmérsékletéhez, előnyösen az üvegtestet mindkét oldalról melegítjük abból a célból, hogy a hőmérséklet gradiens által okozott deformációt elkerüljük. Miután az üvegtestet szobahőmérsékletre hűtjük, a kapott maszkot kompressziónak vetjük alá, úgy, hogy ez károsító hatást ne fejtsen ki. A szilíciumréteg vastagsága $0,1 \mu\text{m}$ - több mikron közötti lehet. Előnyösen alkalmazható vastagság körülbelül $0,3 \mu\text{m}$ az egy funkciójú alkatrészek esetében és körülbelül $0,5 \mu\text{m}$ a több funkciójú komponensek esetében.

Az így kapott szilíciumréteget ezután fotolitográfiai eljárással ellenállásmintával vonjuk be, majd szelektíven eltávolítjuk azokról a területekről, amelyeket az ellenállásminta nem fed be, és amelyek megfelelnek az előállítandó optikai hullámvezető területeinek. Az eltávolítást például fluórozott plazma vagy klórozott gáz maratással végezhetjük. Ezután eltávolítjuk az ellenállás mintát; ennek eltávolítását standard eljárással végezhetjük, ami lehet például valamely oldószer vagy valamely oxigénplazma. Ezután a következő lépésben ioncserét hajtunk végre egy olvasztott fémsó - amely lehet például valamely tallium só - fürdőben, standard körülmények között, aminek során az üveg Na^+ vagy K^+ ionjait az olvadt só fémionjaira cseréljük ki.

Miután az ioncsere befejeződött, a maszkot eltávolítjuk a felületről. Az eltávolítást fluorozott plazma vagy klórozott gáz segítségével végzett maratással hajtjuk végre. Azonban mielőtt ezt a maratási lépést elvégezzük, el kell távolítani az

olvasztott fürdőből származó sómaradványokat a felületről, amelyek hátráltatnák a maratási folyamatot. Amennyiben a cserélendő ionok tallium ionok, amelyek jelenleg előnyösenek tekintettek, általában tallium-nitrát sófürdőt alkalmazunk az ioncsere eljárásban, mivel ennek olvadáspontja viszonylag alacsony. Azonban az ioncsere folyamata során a tallium-nitrát részben lebomlik tallium-oxidra, amelyet nehéz oldani és ennek későbbi eltávolítása problémákat okoz. Azt találtuk, hogy a tallium maradék eltávolítása céljára valamely savas tisztítást alkalmazhatunk, azonban ez a tisztítás azt a veszélyt hordozza, hogy igen könnyen módosíthatjuk az ioncserélés során nyert hullámvezető szerkezetet, különösen egy üzemmódú alkatrész előállításánál, ha nem veszünk figyelembe bizonyos megkötéseket.

Ennélfogva a találmány tárgya továbbá eljárás üvegtestről fémmaszk réteg eltávolítására, fluorozott plazma vagy klórozott gáz maratási eljárás segítségével, ahol az eltávolítandó fenti réteg talliumsó és/vagy tallium-oxid maradékokat hordoz, azzal jellemezve, hogy a fémmaszk réteg szilíciumból áll és a maratási eljárás előtt tisztítási eljárást végzünk valamely vizes híg sósav oldat segítségével, amely legfeljebb 0,40 tömeg%, előnyösen legfeljebb 0,1 tömeg% hidrogén-kloridot tartalmaz. Ez a kezelés azzal az előnnyel rendelkezik, hogy igen szelektív és lehetővé teszi a szilíciummaszk eltávolítását, miközben csak minimálisan támadja az üveget illetve az ioncsere során előállított hullámvezetőket (a maratás kisebb mint $0,1 \mu\text{m}$).

A találmány szerinti eljárást az alábbi példákban részletesen bemutatjuk, amelyek nem jelentik a találmány tárgykörének korlátozását.

1. példa

Szilícium maszk réteg leválasztása

A leválasztás előtt az üvegtestek felületét előkészítjük az alábbi kezelésekkel, annak megfelelően, hogy egy üzemmódú vagy több üzemmódú alkatrészt kívánunk előállítani.

- Egy üzemmódú alkatrészek:
- valamely kereskedelmi vizes mosószerrerrel ("TEEPOL"), amely 20 térfogat%-ra hígított, végzett 1 percen át tartó mosás,
 - ionmentes vízzel végzett öblítés,
 - szárítás,

Többszörös üzemmódú komponensek:

- valamely kereskedelmi vizes mosószerrerrel ("TEEPOL"), amely 20 térfogat%-ra hígított, végzett mosás,
- 4 térfogat%-os ecetsav vizes oldattal 1 percen át 50°C hőmérsékleten végzett mosás,
- ionmentes vízzel végzett öblítés,
- szárítás.

A szilíciumréteg leválasztását vákuumban történő elpárologtatással elektronágyúval végezzük szilíciumtöltetből kiindulva LEYBOLD L560 berendezés alkalmazásával.

Köralakú tartóra 8 üvegtestet helyezünk egyidőben, majd ezt a vákuumkamrába helyezzük.

Az üvegtesteket eleinte a maszkképződéssel szemben védjük.

Ezután a berendezésben 5×10^{-7} millibár vákuumot állítunk elő, majd az üvegtestet $4^\circ\text{C}/\text{perc}$ sebességgel 340°C hőmérséklete melegítjük. A leválasztás megkezdése előtt a nyomás 5×10^{-6} millibár. Ezt követően az elektronágyut nyomás alá helyezzük, megolvasztjuk a szilícium töltetet, majd az energiát olyan értékre állítjuk be, hogy a szilícium leválási sebessége $50 \text{ A}/\text{másodperc}$ legyen. Ezt követően a maszkképződés elleni védőfalat kinyitjuk, és így a bevonandó testek bevonása megkezdődik. A leválasztást 1 perc időtartamon át végezzük egy egy üzemmódú minta esetében (szilícium vastagság: $0,3 \mu\text{m}$) illetve 1 perc 40 másodperc időtartamig végezzük több üzemmódú minták esetében (szilícium vastagság $0,5 \mu\text{m}$). A leválasztás befejezése után a mintákat $2^\circ\text{C}/\text{perc}$ sebességgel hagyjuk lehűlni, majd amikor $100-150^\circ\text{C}$ hőmérséklete hűltek, hagyjuk hogy levegővel érintkezzenek és ezt követően kivesszük őket a vákuumkamrából.

2. példa

Maszk-beültetett réteg eltávolítása, 1. eljárás

Az egyszeres üzemmódú és a többszörös üzemmódú mintákat, amelyek olvasztott tallium-nitrát segítségével ioncserének voltak kitéve, az alábbi eljárásnak vetjük alá:

A. Tallium-nitrát és tallium-oxid maradványok eltávolítása:

- 20 térfogat%-ra hígított vizes kereskedelemben kapható mosószer ("TEEPOL") oldat segítségével 1 percen át végzett mosás,
- ionmentes vízzel végzett öblítés,
- 1 tömeg% mennyiségű 37%-os sósavat tartalmazó vizes oldattal 20°C hőmérsékleten 2 percen át végzett mosás,
- ionmentes vízzel végzett öblítés,

- szárítás.

B. A maszk eltávolítása $\text{CF}_4 + 4\% \text{O}_2$ plazmában

Alkalmazott berendezés: Plasmafab 505, ETA Electrotech terméke. Ez egy hengeres berendezésnek nevezett készülék.

Maratási körülmények:

- nyomás: 26 Pa (200 millitorr),
- energia: 200 Watt,
- idő: 3 perc (egy üzemmódú alkatrészek) vagy 4 perc (több üzemmódú alkatrészek),

C. Végső mosás (a tallium vegyületek utolsó nyomainak eltávolítása)

- 0,2 tömeg% mennyiség 37%-os sósavat tartamazó vizes oldattal 20°C hőmérsékleten 5 másodpercen át végzett mosás,
- ionmentes vízzel végzett öblítés,
- szárítás.

Az ilyen eljárással nyert több üzemmódú minták igen jó minőségűek. Az ilyen eljárással nyert egyszeres üzemmódú minták kevésbé jó minőségűek, mivel ez az alkatrész érzékenyebb az eljárás során kifejtett kémiai támadással szemben és így egy kevésbé agresszív eljárást kívántunk kidolgozni, amely kiváló minőségű egy üzemmódú alkatrészek előállítására alkalmas.

3. példa

A maszk eltávolítása, 2. eljárás

Az egy üzemmódú mintákat, amelyeket olvasztott tallium-nitrát fürdővel végzett ioncseréléssel állítottunk elő, az alábbi eljárásoknak vetjük alá:

A) A 2. példa szerinti eljárás azzal az eltéréssel, hogy a híg sósavas mosást csak 1 percen át végezzük, és az oldat 0,25 tömeg% mennyiségű 37%-os sósavat tartalmaz.

B) A maszk eltávolítása SF_6 plazmában.

- az alkalmazott berendezés NE 110, NEXTRAL

Ez az úgynevezett RIE típusú berendezés ("reaktív ion maratás"), amely a maszk eltávolítás kiváló szabályozását teszi lehetővé.

teljesítmény: $15 \text{ cm}^3/\text{perc}$ standard hőmérséklet és nyomás alkalmazásával.

nyomás: 6,5 Pa (50 millitorr)

energia: 30 Watt

időtartam: körülbelül 120 másodperc (a maratás befejeződését reflektometria segítségével mérjük)

C) Végző mosás

- 1 percen át végzett mosás 50 térfogat%-os kereskedelmi mosószer vizes oldatával ("TEEPOL")

- ionmentes vízzel végzett öblítés

- szárítás

Az így előállított és kezelt egyszeres üzemmódú minták lényegében mentesek olyan károsodástól, amely a hullámvezetőket érintené.

A fenti leírásban és példákban megadott eljárások csak példának tekintendők, és ezek módosíthatók, különösen ekvivalens technológiák behelyettesítésével, amennyiben a találmány lényegét nem változtatjuk meg.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás valamely üvegtestben integrált optikai áramkör előállítására ioncserével, amely az üvegtest bizonyos területei és egy olvasztott fémső között jön létre valamely maszk alkalmazásával, amely meghatározza azokat a területeket, ahol ez az ioncsere megtörténik, azzal j e l l e m e z v e, hogy az alkalmazott maszk egy szilícium réteg.

2. Eljárás valamely üvegtestre szilícium maszk réteg leválasztására, azzal jellemezve, hogy a szilícium réteg leválasztását úgy végezzük, hogy eközben az üvegtestet körülbelül 200-500°C hőmérsékletre melegítjük.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szilícium leválasztását vákuumban szilícium forrásból végzett elpárologtatással végezzük.

4. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szilícium réteg leválasztását megelőzően a bevonandó felület előkészítését végezzük, amely előkészítés során a felületet valamely mosószer vizes oldatával tisztítjuk.

5. A 3. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szilícium réteget vákuum alatt valamely szilícium forrásból végzett elpárologtatással képezzük.

6. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szilícium réteg leválasztása előtt a bevonandó felületet előkészítjük, amelynek során a felületet valamely savas oldat segítségével tisztítjuk.

7. A 3. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a szilícium réteget szilícium forrásból vákuum alatt végzett elpárologtatással választjuk le.

8. Eljárás valamely üvegtestről fémszerű maszk réteg eltávolítására maratási folyamattal, amelyet fluorozott plazma vagy klórozott gáz segítségével végzünk, amely réteg talliumsó és/vagy tallium-oxid maradékot hordoz, azzal jellemezve, hogy a fém maszk réteg szilícium és, hogy a maratási eljárás előtt tisztítási eljárást végzünk valamely higított sósav vizes oldat segítségével, amely oldat legfeljebb 0,40 tömeg% hidrogénkloridot tartalmaz.

9. A 6. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a sósav híg vizes oldatának koncentrációja legfeljebb 0,1 tömeg%.

10. Eljárás valamely üvegtestben integrált optikai áramkör előállítására ioncsere segítségével, amelynek során szilícium maszk védőréteget alkalmazunk, amely meghatározza azokat a területeket ahol az ioncsere megtörténik, azzal jellemezve, hogy a szilícium maszkot reaktív ion maratás segítségével eltávolítjuk.

11. A 8. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reaktív ion maratást SF_6 plazma segítségével végzett maratással hajtjuk végre.

-Rajz melléklet-

[Handwritten signature]

Derzsi Katalin
A meghatalmazott
szabványügyi ügyvivő
az S.B.G. & K. Budapesti Nemzetközi
Szabadalmi Iroda tagja
H-1061 Budapest, Dalszínház u. 10.
Telefon: 153-3733, Fax: 153-3664