

Экспериментальные исследования особенностей щелочного травления кварцевых кристаллических элементов

Наталья АЛЕКСЕЕВА, к. т. н.
Роман ГОШЛЯ, к. т. н.

В статье рассматриваются некоторые результаты экспериментального исследования щелочного травления кварцевых кристаллических элементов.

Тенденцией развития современной магистральной аппаратуры связи является постоянное повышение частотного диапазона обработки сигнала. Это обуславливает разработку новых, современных высокочастотных кварцевых селективирующих устройств, что, в свою очередь, связано с технологическими процессами изготовления тонких и сверхтонких кристаллических элементов (КЭ).

Основными требованиями, предъявляемыми к селективирующим устройствам, являются обеспечение высокой стабильности и уменьшение динамических потерь. Эти требования могут быть реализованы только при условии создания новых прогрессивных технологий, обеспечивающих высокое качество обработки основных поверхностей КЭ при их толщине, лежащей в пределах 5–25 мкм.

Следует отметить, что в последнее время в области технологии обработки и изготовления КЭ получены высокие результаты. Так, методы тонкой механической шлифовки обеспечивают получение КЭ толщиной до 50 мкм. Способы оптической полировки позволяют изготавливать кварцевые пластины с толщиной 80–100 мкм.

В последнее время разработаны технологии глубокого химического травления (ГХТ), обеспечивающие получение мембранных КЭ с толщиной в рабочей области 10–25 мкм. Этот метод реализуется с помощью кислотных и щелочных травителей различного состава и концентрации [1–9].

В течение продолжительного периода для ГХТ кварцевых КЭ применяли кислотные травильные растворы, главным образом на основе плавиковой кислоты [1, 2, 4–6]. Эти технологии позволяют изготавливать резонаторы, работающие в требуемом диапазоне частот, однако они имеют высокое значение динамического сопротивления. Объясняется это тем, что кислотное травление анизотропно. Даже при явно выраженных полирующих свойствах, которые можно получить в результате применения этих технологий, шероховатость основных поверхностей кристаллических элементов, обусловленная фигурами травления, относится к 12 классу, что и является причиной повышенного динамического сопротивления.

Для обеспечения современных требований по коэффициенту передачи селективирующих устройств значение динамического сопротивления должно быть уменьшено как минимум в два раза относительно достигнутого и составлять 10–15 Ом. Одним из технологических направлений, используемых в настоящее время за рубежом для улучшения параметров мембранных кварцевых резонаторов, является глубокое химическое травление КЭ с применением щелочных травящих растворов [5–9]. При этом обеспечивается изотропное травление кварца и, следовательно, более высокое качество химической полировки его поверхностей.

Для исследования особенностей щелочного травления КЭ нами была сконструирована и изготовлена установка, состоящая из двух травильных стаканов, теплоизоляционного кожуха и электронного блока управления. Установка позволяет доводить температуру щелочного раствора до +180 °С и удерживать ее в течение необходимого времени с точностью $\pm 2,5$ °С.

На рис. 1 показана структурная схема установки щелочного травления. Здесь 1 — это фторопластовый травильный стакан с внутренним диаметром 70 мм и глубиной до 100 мм. Толщина стенок стаканов — 2,5–3 мм. На внешней цилиндрической поверхности стакана выполнены спиралевидные канавки, в которые уложена нихромовая спираль (10). Фторопластовые стаканы устанавливаются в теплоизоляционный кожух на скользящей посадке относительно фланцев. Теплоизоляционный кожух выполнен из нержавеющей жести и конструктивно представляет собой два цилиндра, вставленных друг в друга. Диаметр и высота внутреннего цилиндра приблизительно равны диаметру фланцев и высоте травильного стакана. Расстояние между стенками внутреннего и внешнего цилиндров кожуха составляет примерно 25–30 мм. Внутренняя полость теплоизоляционного кожуха заполняется теплоизоляционным материалом,

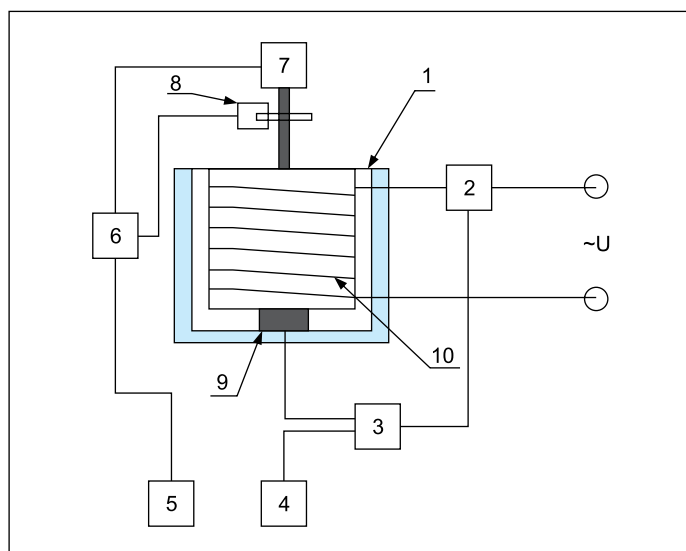


Рис. 1. Структурная схема установки щелочного травления кварцевых кристаллических элементов:

- 1 — стакан с травящим раствором в теплоизоляционном кожухе;
- 2 — ключ для управления подачей напряжения в нагревательный элемент;
- 3 — компаратор; 4 — блок задания температуры травящего раствора;
- 5 — блок задания числа оборотов кассеты с кристаллическими элементами;
- 6 — счетная схема;
- 7 — реверсивный двигатель, вращающий кассету с кристаллическими элементами;
- 8 — датчик одного полного оборота кассеты с кристаллическими элементами;
- 9 — датчик температуры; 10 — нагревательный элемент

таким как порошковый асбест или силикагель с малым размером гранул. Управление процессом и питание осуществляется с помощью электронных блоков.

Для экспериментальных исследований была изготовлена партия полированных и шлифованных КЭ на частоту 20–21 МГц с исходной толщиной 83 мкм. Шероховатость основных поверхностей КЭ контролировалась с помощью интерферометра МИИ-4. Измерения показали, что для полированных КЭ установить наличие рельефа R_a не удается. Теоретически считается, что величина R_a полированной поверхности относится к 14 классу.

На первом этапе исследований было проведено травление 10 полированных КЭ и 10 шлифованных КЭ в концентрированном растворе щелочи NaOH при температуре $(180 \pm 2,5)^\circ\text{C}$. В процессе эксперимента через каждые 30 мин. контролировалось состояние поверхностей КЭ и шероховатости R_a .

В общей сложности по толщине КЭ было стравлено 60 мкм (по 30 мкм с каждой стороны). В результате этого эксперимента было установлено, что скорость травления равна 0,2 мкм/мин., что примерно в два раза ниже, чем при кислотном травлении. Исследование состояния поверхности измерения R_a показало, что качество полированных КЭ существенных изменений не претерпело. Величина шероховатости осталась на уровне $\approx 0,004$ мкм, это подтверждает выводы о том, что щелочное травление можно считать изотропным.

При травлении КЭ после окончательной шлифовки на микрокорунде М5 видимого улучшения микрорельефа не наблюдается. Вполне возможно, что для ощутимого улучшения шероховатости шлифованной поверхности КЭ недостаточно стравливать слой толщиной примерно в 30 мкм.

Следующий этап экспериментальных исследований был связан с изготовлением макетов резонаторов на основе КЭ в виде обратных мезаструктур, выполненных щелочным травлением.

В рамках этих исследований была разработана технология изготовления защитных покрытий, стойких к воздействию щелочного травителя при температуре около $+180^\circ\text{C}$. Защитные покрытия представляют собой систему Cr-Ni, нанесенную на поверхность КЭ методом магнетронного осаждения. При этом подслои хрома (Cr) выполняет функции адгезионного слоя, а никель является непосредственно защитным слоем, стойким к воздействию травящего раствора. Нанесение защитных покрытий осуществляли через специальные маски на периферийную часть КЭ в виде кольца. Толщина защитных покрытий составила ≈ 1 мкм с каждой стороны.

В качестве травящего раствора применяли высококонцентрированный раствор гидроксида натрия, который нагревали до $(180 \pm 1)^\circ\text{C}$.

Электронная часть установки состоит из двух блоков: блока реверса и блока поддержания заданного значения температуры травящего раствора. Блок реверса состоит из датчика, счетной схемы, триггера для осуществления реверса двигателя и привода кассеты с кристаллическими элементами.

Принцип действия блока следующий. Для осуществления вращения кассеты с кристаллическими элементами применен реверсивный двигатель, счетная схема и схема задания числа оборотов кассеты с кристаллическими элементами. После отсчета заданного числа оборотов со счетной схемы поступает импульс и совершается реверс. Необходимость применения реверса вызвана тем, что требуется обеспечить плоскопараллельность сторон кристаллического элемента.

Для обеспечения стабильности процесса травления требуется поддерживать температуру травящего раствора с точностью $\pm 2,5^\circ\text{C}$. Для этого была разработана схема терморегулятора со следующими характеристиками:

- фиксированные значения температуры травящего раствора: $+160$; $+180$; $+200^\circ\text{C}$;
- точность поддержания температуры травящего раствора: $0,5$ – $2,5^\circ\text{C}$;
- режимы работы блока поддержания температуры раствора: форсированный/травление;
- смена режимов работы: автоматическая.

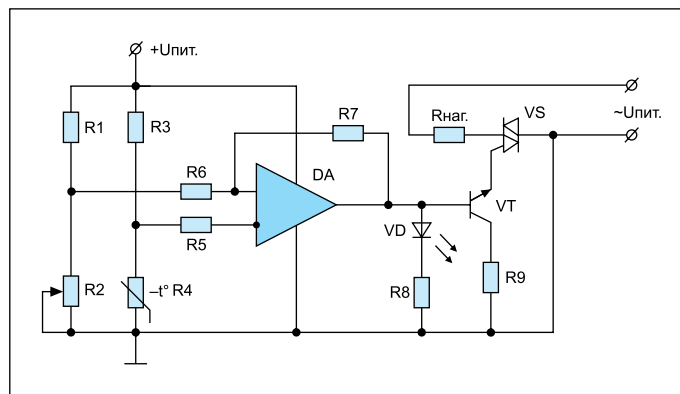


Рис. 2. Принципиальная схема блока поддержания температуры травящего раствора

Предлагаемая схема терморегулятора, выполненная на интегральном компараторе К554 СА3, показана на рис. 2. Резисторы R1–R4 включены по мостовой схеме. Диагональ моста подключена к компаратору DA1. Температура травящего раствора зависит от сопротивления резистора R2, которое подбирается при градуировке экспериментально для значений температуры $+160$; $+180$; $+200^\circ\text{C}$. В качестве датчика температуры применен бусиновый полупроводниковый терморезистор, обладающий малым значением гистерезиса сопротивления от температуры и малой инерционностью, что позволило повысить точность поддержания температуры травящего раствора.

Известно, что выходное напряжение компаратора находится на стандартных уровнях «высокий» и «низкий» в зависимости от состояния напряжения на входах компаратора. А при применении резистора R7 в цепи обратной связи появляется третий уровень напряжения, равный половине «высокого», что позволило реализовать автоматический переход между режимами работы. При холодном включении из-за разбалансировки моста R1–R4 включается форсированный режим, а по мере повышения температуры травящего раствора в стакане происходит постепенная балансировка моста. При приближении значения R4 к R2 осуществляется смена режима на травление, то есть в цепь нагревателя подается в половину меньшее значение напряжения, до момента достижения равенства сопротивлений резисторов R4 и R2. При этом нагреватель отключается, так как температура травящего раствора достигла заданного значения, при котором можно осуществлять травление кварцевых кристаллических элементов. По мере остывания раствора происходит разбалансировка моста, и в цепь питания нагревателя подается напряжение, равное половине напряжения форсированного режима.

Партию КЭ после нанесения защитного покрытия подвергли травлению до заданной частоты согласно разработанному предварительному технологическому маршруту щелочного травления.

Первое травление КЭ длилось в течение одного часа. После промывки и сушки проводили контроль частоты КЭ и по его результатам уточняли скорость травления. Затем рассчитывали время, необходимое для травления КЭ до заданной частоты, и устанавливали время последующего контроля частоты. На окончательном этапе травления проводили более тщательный контроль частоты индивидуально каждого КЭ.

Травлением КЭ в рабочей области толщина мембраны была доведена до 23,4 мкм (съем составил порядка 60 мкм). Частота КЭ при этом соответствовала 71 МГц.

КЭ после травления были отметаллизированы в масках, используемых для серийного производства резонаторов. Диаметр электрода при этом был равен 0,9 мм. После монтажа пьезоэлементов в держатель и настройки частоты резонаторы были загерметизированы в арматуру типа HC-45 в среде инертного газа. Основные параметры изготовленных кварцевых резонаторов приведены в таблице.

Таблица. Основные параметры резонаторов с пьезоэлементами, полученными методом щелочного травления

Частота, кГц	Динамическое сопротивление, Ом	Динамическая индуктивность, МГн	Добротность
69001,5	12	0,8–1,6	44,6×10 ³
69002	10		
68998,6	10		
68998,3	14		
69001,8	11		
69000,9	11		
69001,4	13		
68999,1	14		

Анализ результатов, приведенных в таблице, показывает, что динамическое сопротивление их укладывается в пределы 10–15 Ом. Добротность резонаторов при этом составляет более 40×10^3 . Полученные результаты на первом этапе следует считать положительными. ■

Литература

- Кибирев С. Н., Алексеева Н. И., Ярош А. М. Глубокое химическое травление кварца в технологии изготовления высокочастотных резонаторов // Техника радиосвязи. 1995. Вып. 2.
- Патент № 1679940 РФ, МКИ H03 H3/02. Способ изготовления кварцевых пьезоэлементов и устройств для его осуществления / Кибирев С. Н., Филимендикова Т. С., Ярош А. М.
- Патент US5397470, 1995-03-14. Controlled dissolution of quartz / Philipot Etienne (FR), Goiffon Aline (FR), Cambon Olivier (FR), Ibanez Alain (FR), Cachau Hereillat Daniele (FR).
- Исследование возможности создания технологических процессов изготовления устройств функциональной пьезоэлектроники для селективной и опорной техники АПОИ V поколения с элементами автоматизации. Отчет о НИР «Фундамент-Т». ОНИИП № Г24970-1991.
- Deleuze M., Cambon O., Golfon A., Ibanez A., Filipot E. Controlled dissolution applied to berlinite and quartz materials. 8th European Frequency and Time Forum. Technical University Munich Welihenstephan. Germany. March 9–11, 1994.
- Pentovelis G., Collet P. High frequency quartz resonators manufactured by chemical process. 8th European Frequency and Time Forum. Technical University Munich Welihenstephan, Germany. March 9–11, 1994.
- Jones K. H. X-ray Technology — A Review. 41-st Annual Freq. Control Symposium, 1987.
- Bemot A. J. Long Term Stability and Aging of Resonators IEEE, 1985.
- Cambon O., Michel J. P., Lemboley, et al. An industrial quartz manufacturing process by chemical etching. 8th European Frequency and Time Forum. Technical University Munich Welihenstephan, Germany. March 9–11, 1994.