

**ПРИЛОЖЕНИЕ Е. Методические рекомендации по проведению ультрафиолетовой литографии с использованием оборудования УНУ**

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
НАУКИ ИНСТИТУТ РАДИОТЕХНИКИ И ЭЛЕКТРОНИКИ  
ИМ. В.А.КОТЕЛЬНИКОВА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
(ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН)

Директор ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН,

УТВЕРЖДАЮ

академик РАН

С.А. Никитов

«22» декабря 2022 г.



Методические рекомендации по проведению ультрафиолетовой литографии с использованием оборудования УНУ

РАЗРАБОТАНО в рамках Соглашения о предоставлении из федерального бюджета гранта в форме субсидии № 075-15-2021-667 от 29 июля 2021 г. в соответствии с Техническим заданием (Прил. 9 к Соглашению, п.5.1.7.), Планом-графиком (Прил. 10 к Соглашению, состав разрабатываемых документов по п.2.8).

РЕКОМЕНДОВАНО

к утверждению

Руководитель технологических работ,  
Гл. науч. сотр, проф., д-р физ.-мат. наук

 Кошелец В. П.

«22» декабря 2022 г.

## Оглавление

Введение .....	250
Область применения .....	250
Цель и назначение методических рекомендаций.....	250
Требования к проведению процесса фотолитографии .....	251
Приборы и оборудование .....	251
Материалы и реактивы.....	252
Методика проведения ультрафиолетовой литографии для создания микроструктур .....	254
Описание технологических этапов при изготовлении микроструктур на основе Nb/AlO <sub>x</sub> /Nb и Nb/AlN/NbN методом фотолитографии.....	255
Общая схема установки ультрафиолетовой литографии.....	262
Заключение.....	262

## **Введение**

Одним из определяющих технологических процессов в микроэлектронике в течение последних 50 лет продолжает оставаться литография. Литография, или микролитография, предназначена для создания топологического рисунка на поверхности монокристаллической кремниевой пластины. Для решения современных задачи радиоастрономии необходима разработка и создание сверхчувствительных детекторов миллиметрового и субмиллиметрового диапазонов. К таким детекторам относятся, в частности, сверхпроводниковый интегральный приемник (СИП), в основе которого лежит туннельный переход «сверхпроводник-изолятор-сверхпроводник» (СИС). Туннельные СИС-переходы на основе ниобия и его соединений имеют широкий диапазон рабочих частот от 100 до 1000 ГГц и низкий уровень собственных шумов. Для формирования СИП важным технологическим шагом является формирование СИС-перехода, а также интегральных согласованных линий передач. Для этого необходимо иметь воспроизводимый процесс, который не может быть реализован без професса литографии. В данной работе представлены методические рекомендации по формированию микроструктур (включая СИС-переходы) методом фотолитографии.

## **Область применения**

Методические рекомендации по фотолитографии могут применяться для решения задач по созданию микронных и субмикронных СИС-переходов, необходимых для радиоастрономии. Кроме того, метод фотолитографии достаточно универсален и применяется в микроэлектронике, полупроводниковой промышленности, в частности для производства больших интегральных схем.

## **Цель и назначение методических рекомендаций**

Методика фотолитографического процесса позволяет формировать рисунок (паттерн) в фоторезистивной маске. В дальнейшем, эта маска позволяет формировать требуемую геометрию в металле/оксиде на поверхности образца. Метод контактной фотолитографии является основным при формировании СИС и СИН («сверхпроводник-изолятор-нормальный металл») переходов, необходимых для создания чувствительных приборов мм и субмм диапазонов.

## Требования к проведению процесса фотолитографии

Для проведения процесса формирования паттерна на поверхности образца, его воспроизводимости и повторяемости необходимы следующие условия:

- Ускорение и скорость нанесения фоторезиста (определяет толщину слоя фоторезиста и его профиль по поверхности образца);
- Температура и время сушки (запекания) фоторезиста. Для обеспечения постоянной и контролируемой температуры с точностью не хуже 1°C;
- Температура проявителя и время проявления;
- Наличие разного набора фоторезистов (например S1813, S1805, AZ5214e) позволяет оптимально подобрать параметры толщины, разрешающей способности, химической стойкости для различных задач;
- Наличие производительного насоса с остаточным давлением лучше 10 мбар позволяет добиться более высокого значения прижима образца к фотошаблону для изготовления субмикронных СИС-переходов (диаметром менее 1 мкм);
- Изменения влажности и температуры окружающего воздуха могут приводить к небольшому разбросу технологических параметров.

## Приборы и оборудование

В рамках подготовки методических рекомендаций по плазмохимическому травлению были использованы установки совмещения и экспонирования ЭМ-5026-М1 и SUSS MA-150.

Для проверки методики изготовления микроструктур методом плазмохимического травления были задействованы следующие установки, входящие в комплекс УНУ «Криоинтеграл»:

- Установка совмещения экспонирования для фотолитографии *MA-150*;
- Электронный микроскоп с системой электронной литографии *Raith GmbH E\_Line*;
- Установка вакуумного магнетронного напыления *Kurt J. Lesker*;
- Установка вакуумного магнетронного напыления *Leybold L560*;
- Микроскоп оптический *Leitz, 50-1000*;
- термостат “*Binder FD23*”;
- центрифуга *Convac ST 146*;

– ультразвуковая ванна.

Также была использована установка атомно-силового микроскопа *Bruker icon HPI*, находящаяся в распоряжении Организации-пользователя УНУ «Криоинтеграл» в Научно-исследовательском институте биомедицинской химии имени В.Н. Ореховича, в рамках Соглашения о научно-техническом сотрудничестве № БМХ-РЭ/9-11-21 от 09 ноября 2021г.

### **Материалы и реактивы**

Для подготовки методических рекомендаций по проведению ультрафиолетовой литографии для создания микроструктур использовались следующие материалы и реактивы:

- Пластины кремниевые КДБ-20;
- Пластины кремниевые 5000 Ом/см;
- Пластины аморфного кварца;
- Позитивный фоторезист S1813;
- Позитивный фоторезист S1805;
- Проявитель AZ351b;
- Проявитель MF319;
- Проявитель AZ 726 MIF;
- Обратнообращаемый фоторезист AZ5214;
- Ацетон,  $C_3H_6O$ ;
- Диметилформамид,  $(CH_3)_2NC(O)H$ ;
- Гидроксид калия, KOH;
- Оксид алюминия,  $Al_2O_3$ , 99.99%;
- Алюминий, Al, 99.9995%;
- Ниобий, Nb, 99.95%;
- Ниобий-титан, NbTi, 78:22;
- Этиленгликоль,  $C_2H_6O_2$ ;
- Дистиллированная вода,  $H_2O$ ;

- Гексаметилдисалазан  $[(\text{CH}_3)_3\text{Si}]_2\text{NH}$ ;
- пентаборат аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{B}_{10}\text{O}_{16}$ ;
- газ аргон (Ar) 99,999%;
- газ азот ( $\text{N}_2$ ) 99,999%;
- газ кислород ( $\text{O}_2$ ) 99,999%;
- газ тетрафторид углерода ( $\text{CF}_4$ ) 99,99%.

## **Методика проведения ультрафиолетовой литографии для создания микроструктур.**

### **Нанесение фоторезиста на образец.**

1. Образец на штативе поместить в ацетон в ультразвуковую ванну на 10 минут.
2. После ультразвуковой ванны образец промыть в дистиллированной воде, просушить сжатым воздухом.
3. Набрать фоторезист в пипетку.
4. Поместить образец в центрифугу, задать требуемые параметры ускорения, скорости и времени вращения.
5. Из пипетки нанести фоторезист на поверхность образца, включить центрифугу.
6. После окончания центрифугирования образца снять его и поместить в сушильный шкаф или на горячую плиту.
7. Извлечь образец после сушки и дать остыть до комнатной температуры.

### **Подготовка шаблона к использованию на установке экспонирования и совмещения.**

1. Шаблон на штативе помещается в горячую ванну диметилформамида на 10 минут.
2. После этого образец перемещается в ванну с дистиллированной водой, после - сушится сжатым воздухом.

### **Загрузка и экспонирование образца в установке экспонирования и совмещения:**

1. Включить форвакуумный насос, по датчику давления убедиться, что вакуумные линии прокачались.
2. Поместить образец на столик, включить тумблер вакуумного подсоса образца.
3. Поместить шаблон на шаблонодержатель, включить тумблер вакуумного подсоса шаблона.
4. Выставить требуемые параметры экспонирования: время экспонирования, расстояние между образцом и шаблоном, тип контакта: на зазоре, механический контакт, вакуумная камера.
5. Перевести шаблонодержатель в положение «совмещение». Визуально убедиться, что шаблон и образец находятся друг под другом.
6. Запустить калибровку - процесс выравнивания верхней, покрытой фоторезистом, поверхности каждой пластины относительно нижней (рабочей) поверхности фотошаблона (компенсация клина и разной толщины каждой пластины).
7. После калибровки образец и шаблон расположены на заданном расстоянии (зазор) друг относительно друга. Провести совмещение паттерна на шаблоне с паттерном на образце путем движения образца по 3 осям:  $x$ ,  $y$ ,  $\phi$ . Для этого, обычно, на образце есть набор нониусных знаков.

8. После успешного совмещения необходимо перевести столик в заданный тип контакта (зазор, механический контакт, «вакуумная камера»).
9. После приведения в контакт еще раз в микроскоп убедиться в том, что паттерн на шаблоне совмещен с паттерном на образце.
10. Запустить режим экспонирования путем нажатия соответствующей кнопки (Старт).
11. После экспонирования для безопасности зазор между шаблоном и образцом устанавливается на максимально возможное расстояние (40 мкм). После этого шаблондержатель отодвигают в свое исходное положение, образец снимают со столика.

### **Проявление фоторезиста. (Растворение определенных областей в фоторезисте).**

1. После экспонирования образец помещается в сушильный шкаф или на горячую плиту.
2. После дополнительной сушки образец остывает до комнатной температуры.
3. Образец помещается с проявитель (1%-KOH).
4. После проявки сразу промыть в дистиллированной воде и высушить сжатым азотом.
5. Провести оптический контроль в микроскопе.

### **Описание технологических этапов при изготовлении микроструктур на основе Nb/AlO<sub>x</sub>/Nb и Nb/AlN/NbN методом фотолитографии.**

В рамках подготовки методических рекомендаций по работе на установке ультрафиолетовой литографии для изготовления микроструктур были *использованы* технологические маршруты изготовления СИС-переходов. Здесь представлены только критически важные для данной методики шаги.

Фоторезисты по своему типу делятся на два основных класса: *позитивные* (проявляется то, что экспонируется) и *негативные* (проявляется то, что не было экспонировано). Существуют и такие резисты, которые обладают свойствами позитивных, но если после экспонирования их нагреть до определенной температуры, то они проявляют свойства негативных. К таким, например, относится резист AZ5214e. Маска из фоторезиста может использоваться как для проведения травления слоев, поверх которых она нанесена (прямая литография), так и для технологии взрывной литографии-когда поверх слоя фоторезиста осаждается материал, а затем часть осажденного материала удаляется вместе с фоторезистом (обратная литография).

### **Формирование слоя нижнего электрода методом прямой литографии:**

№	Этапы	Описание
1	Осаждение Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	На кварцевую пластину (далее подложку или образец) методом магнетронного RF-распыления осаждается слой оксида алюминия (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ), толщина 100 нм. Этот слой предотвращает



		травление подложки при процессе плазмохимического травления в химически активных газах $CF_4$ и $SF_6$ .
2	Осаждение слоя NbTiN	Методом магнетронного распыления на подложку осаждается слой NbTiN в атмосфере смеси газов аргона и азота.
3	Нанесение фоторезиста	Для повышения адгезии фоторезиста к подложке используется гексаметилдисилизан ( $C_6H_{19}NSi_2$ ). Используется позитивный фоторезист марки S 1813 G2, наносится методом центрифугирования. Подложку при помощи пинцета разместить на центрифуге. Фоторезист при помощи пипетки нанести на всю поверхность подложки и включить установку "Convac ST 146". Параметры установки: скорость вращения 4000 об/мин, время вращения 50 сек. Проводится визуальный контроль, отбраковка испорченных подложек.
4	Сушка подложек в термостате	Подложку при помощи пинцета переместить в термостат "Binder FD23", температура термостата 115°C. Время сушки фоторезиста 90 сек.
5	Экспонирование	В случае возможных подтеков фоторезиста на обратную сторону подложки она очищается при помощи ацетона и тупфера (стерильной ватной палочкой). Фотошаблон моется этиловым спиртом и дистиллированной водой, сушится струей воздуха. Проводится совмещение рисунка фотошаблона с краями подложки. Производится засветка. Доза 90 мВт/см <sup>2</sup> . Используется установка экспонирования и совмещения ЭМ 5026-М1 фирмы «Планар».
6	Проявление	Подложка погружается в проявитель AZ 726 MIF на 60-65 сек. Затем промывается дистиллированной водой и сушится струей воздуха. Производится визуальный контроль, отбраковка испорченных подложек.
7	Контроль	Изучение под микроскопом с ультрафиолетовым фильтром полученных образцов, выявление дефектов, отбраковка.
8	Реактивное ионное травление слоя NbTiN (325 нм)	Произвести чистку камеры установки «March Jupiter II» при помощи кислородной плазмы. Загрузить подложку в камеру. Травление слоя NbTiN производится в атмосфере газа $CF_4$ и $O_2$ в течение 5 минут. Параметры травления: $P_{CF_4} = 8 \cdot 10^{-2}$ мбар, мощность 50 Вт. Выгрузить подложку из установки.

9	Контроль	Изучение под микроскопом полученных образцов, выявление дефектов, отбраковка.
---	----------	---

### Формирование окон СИС-переходов методом прямой литографии.

Следующим шагом после формирования нижнего электрода идет формирование СИС-переходов.

1	Формирование трехслойной структуры Nb/AlN/NbN на подложке	Подготовленный образец со сформированным нижним электродом проходит чистку в ацетоне в ультразвуковой ванне, а затем промывается дистиллированной водой. Производится загрузка образца в установку магнетронного напыления. Осаждение трехслойной структуры Nb/Al-AlN/NbN без разрыва вакуума.
2	Формирование паттерна СИС-переходов. Нанесение фоторезиста	После напыления образец проходит чистку в ацетоне и дистиллированной воде. Используется фоторезист марки AZ5214e, наносится методом центрифугирования. Подложку при помощи пинцета разместить на центрифуге. Фоторезист при помощи пипетки нанести на всю поверхность подложки и включить установку "Convac ST 146". Параметры установки: скорость вращения 4000 об/мин, время вращения 30 сек. Проводится визуальный контроль, отбраковка испорченных подложек.
3	Сушка подложек в термостате	Подложку при помощи пинцета переместить в термостат "Binder FD23", температура термостата 90°C. Время сушки фоторезиста 5 мин.
4	Экспонирование	В случае возможных подтеков фоторезиста на обратную сторону подложки она очищается при помощи ацетона и тупфера (стерильной ватной палочкой). Фотошаблон моется этиловым спиртом и дистиллированной водой, сушится струей воздуха. Проводится совмещение рисунка фотошаблона с рисунком подложки, используя специальные топологические фигуры и нониусные знаки. Производится засветка. Доза 70 мВт/см <sup>2</sup> . Используется установка экспонирования и совмещения ЭМ 5026-М1 фирмы «Планар».

5	Проявление	Подложка погружается в проявитель КОН:Н <sub>2</sub> О 1% на 25-30 сек. Затем промывается дистиллированной водой и сушится струей воздуха. Производится визуальный контроль, отбраковка испорченных подложек.
6	Контроль	Изучение под микроскопом с ультрафиолетовым фильтром полученных образцов, выявление дефектов, отбраковка.
7	Травление структуры Nb/AlN/NbN	Травление происходит в 3 этапа: плазмохимическое травление NbN, ионное травление AlN, плазмохимическое травление Nb.
8	Контроль	Изучение под микроскопом полученных образцов, выявление дефектов, отбраковка.
9	Анодизация и нанесение изоляции	Произвести анодизацию торцов СИС-переходов в растворе этиленгликоля и пентабората аммония, затем произвести осаждение слоя SiO <sub>2</sub> .
10	Контроль	Изучение под микроскопом полученных образцов, выявление дефектов, отбраковка.

### Формирование верхнего электрода методом обратной литографии.

Следующим шагом после формирования окон СИС -переходов является формирование верхнего электрода и контактных площадок..

1	Формирование паттерна верхнего электрода. Нанесение фоторезиста	<p>После напыления образец проходит чистку в ацетоне и дистиллированной воде.</p> <p>Используется фоторезист марки AZ5214e, наносится методом центрифугирования.</p> <p>Подложку при помощи пинцета разместить на центрифуге.</p> <p>Фоторезист при помощи пипетки нанести на всю поверхность подложки и включить установку “Convac ST 146”.</p> <p>Параметры установки: скорость вращения 4000 об/мин, время вращения 30 сек.</p> <p>Проводится визуальный контроль, отбраковка испорченных подложек.</p>
2	Сушка подложек в термостате	Подложку при помощи пинцета переместить в термостат “Binder FD23”, температура термостата 90°C. Время сушки фоторезиста 5 мин.

3	Экспонирование	В случае возможных подтеков фоторезиста на обратную сторону подложки она очищается при помощи ацетона и тупфера (стерильной ватной палочкой). Фотошаблон моется этиловым спиртом и дистиллированной водой, сушится струей воздуха. Проводится совмещение рисунка фотошаблона с рисунком подложки, используя специальные топологические фигуры и нониусные знаки. Производится засветка. Доза 40 мВт/см <sup>2</sup> . Используется установка экспонирования и совмещения ЭМ 5026-М1 фирмы «Планар».
4	Сушка подложек в термостате	Подложку при помощи пинцета переместить в термостат “Binder FD23”, температура термостата 120°C. Время сушки фоторезиста 5 мин. На этом этапе присадки, находящиеся в резисте AZ5214e получают активацию за счет температуры. После этой процедуры резист проявляет свойства негативного фоторезиста.
5	Дополнительное экспонирование.	Образец с помощью пинцета помещается на столик установки фотолитографии и запускается режим экспонирования без маски. Доза 150 мВт/см <sup>2</sup> .
6	Проявление	Подложка погружается в проявитель AZ351b:H <sub>2</sub> O 20% на 45-50 сек. Затем промывается дистиллированной водой и сушится струей воздуха. Производится визуальный контроль, отбраковка испорченных подложек.
7	Контроль	Изучение под микроскопом с ультрафиолетовым фильтром полученных образцов, выявление дефектов, отбраковка.
8	Осаждение верхнего электрода	Методом магнетронного распыления на подложку осаждается слой Al, толщиной 400 нм в атмосфере аргона.
9	Взрыв	Подложка помещается в диметилформамид, нагретый до 60 градусов на 30 минут-1 час, затем помещается в ультразвуковую ванну. В этом процессе происходит набухание фоторезиста, за счет чего он поднимает часть металла и уносит его с собой. Так на подложке остается только нужный паттерн.
10	Контроль	Изучение под микроскопом полученных образцов, выявление дефектов, отбраковка.

### Фигуры для совмещения.

Для контактной фотолитографии необходим набор фигур для совмещения. Предложено использовать специальные знаки, разных размеров, для грубого и точного совмещения. (рис. Е.1). В качестве иллюстрации приведен пример с 10 слоями фотолитографии. Такие нониусные знаки позволяют совмещать разные слои с точностью лучше, чем 0.5 мкм.

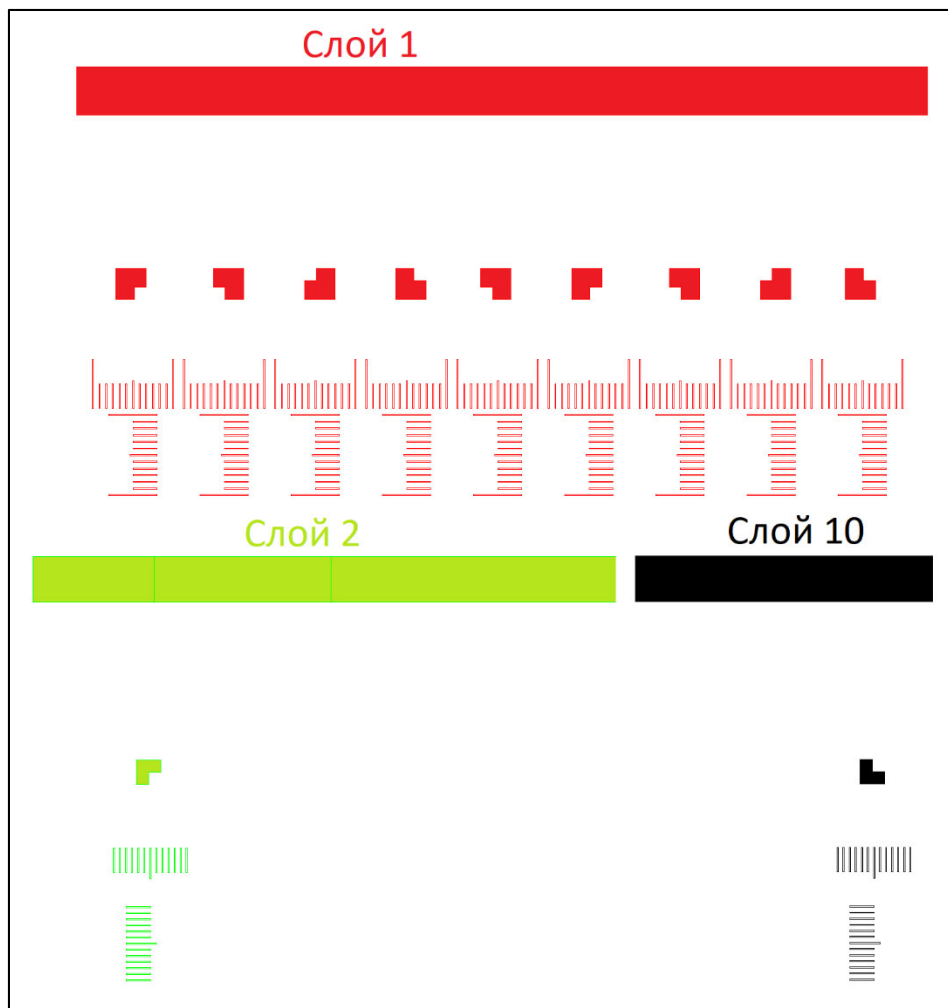


Рисунок Е.1 – Изображение знаков совмещения: полоска, многоугольник (для грубого совмещения), шкала нониусных знаков с шириной полоски 3-4 мкм (для точного совмещения).

### Схема прямой литографии.

На рисунке Е.2 схематически показаны шаги прямой ультрафиолетовой (УФ) литографии. На подложку наносится слой металла, затем наносится слой фоторезиста. После этого происходит экспонирование фоторезиста через фотошаблон (маску). Производится проявление фоторезиста. Следующий шаг – травление материала, например металла, по сформированной маске из фоторезиста. Финальным этапом является удаление фоторезиста с поверхности образца.

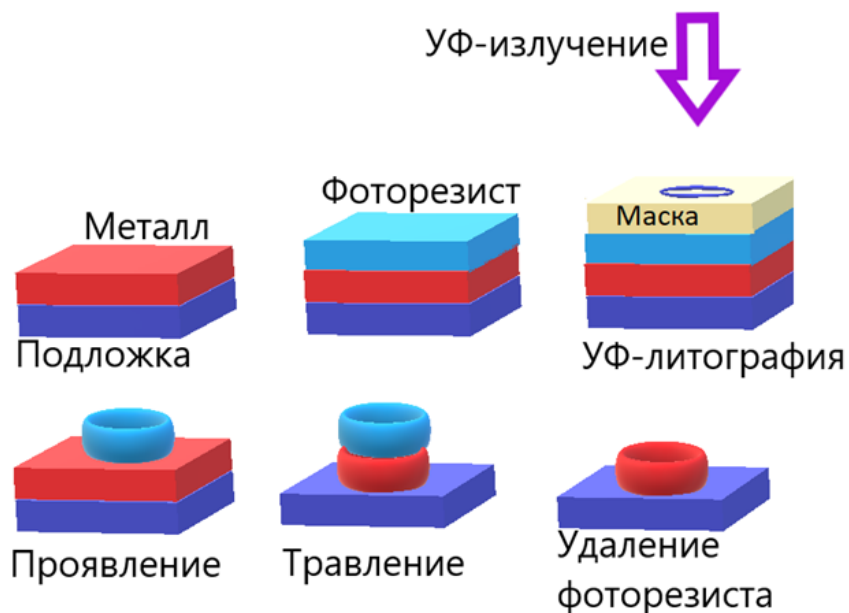


Рисунок Е.2 – Этапы формирования структур при прямой фотолитографии.

### Схема обратной литографии.

На рисунке Е.3 схематически показаны шаги обратной УФ литографии. На подложку наносится слой фоторезиста. После этого происходит экспонирование фоторезиста через фотошаблон (маску). Производится проявление фоторезиста. Следующий шаг – осаждение материала, например металла, по сформированной маске из фоторезиста. Финальным этапом является удаление фоторезиста с поверхности образца вместе с частью металла, находящегося поверх фоторезиста.

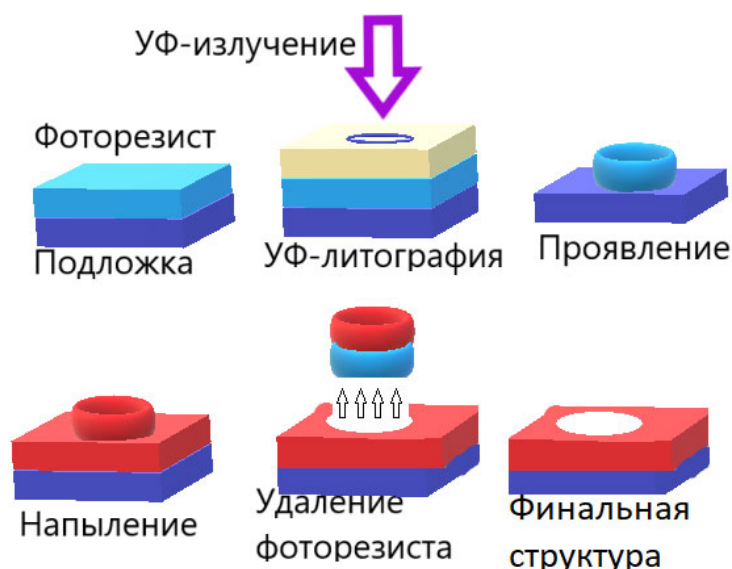


Рисунок Е.3 – Этапы формирования структур при обратной фотолитографии.

### Схема установки ультрафиолетовой литографии.

На рисунке Е.4 схематически показаны основные узлы фотолитографической установки.

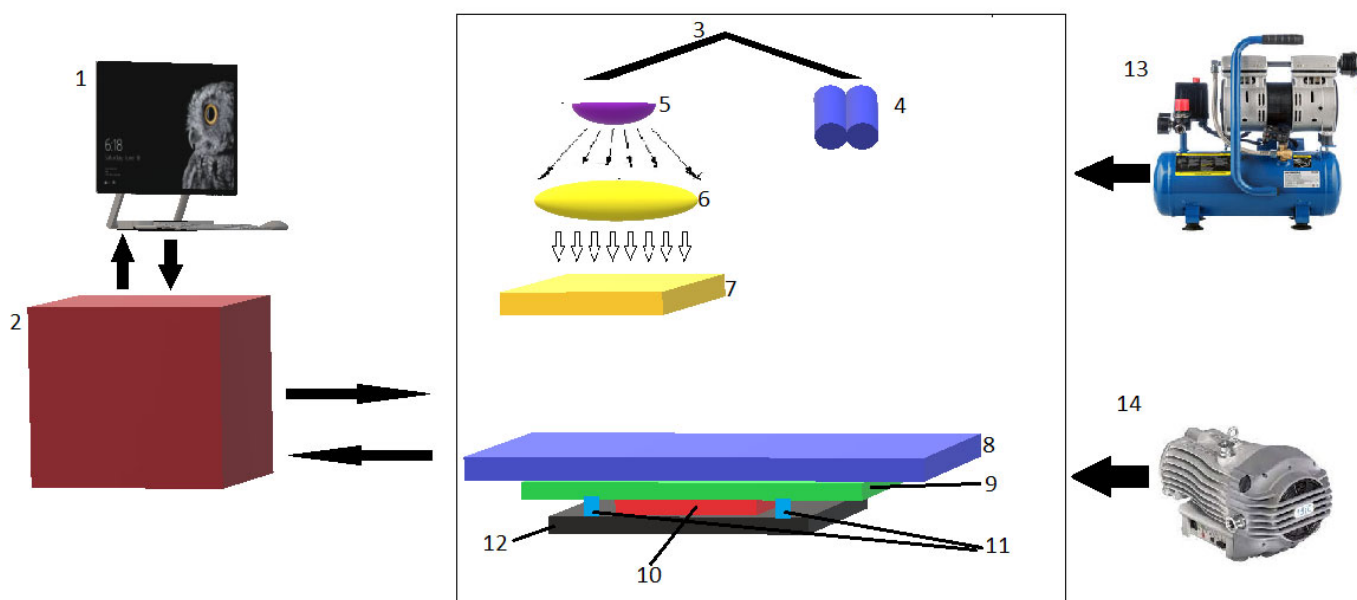


Рисунок Е.4 – Наглядная схема установки фотолитографии (не в масштабе).

1 – персональный компьютер, 2 – блок управляющей электроники, 3 – манипулятор, позволяющий располагать над образцом микроскоп (4) либо излучатель (5) с конденсором (6) и затвором (7), 8 – подложкодержатель, 9 – фотошаблон, 10 – изготавливаемый образец, 11 – вакуумный уплотнитель, позволяющий реализовать режим вакуумной камеры, 12 – столик-держатель для образца, 13 – вакуумный насос, 14 – компрессор со сжатым воздухом.

### Заключение.

Настоящие методические рекомендации по проведению ультрафиолетовой литографии с использованием оборудования УНУ позволяют формировать структуры с различными линейными размерами на поверхности подложки при помощи фотолитографии, при этом минимальный элемент может быть меньше, чем 1 мкм (продемонстрирован элемент с линейным размером 0,6 мкм). Рекомендации могут быть использованы при изготовлении туннельных джозефсоновских переходов типа «сверхпроводник-изолятор-сверхпроводник», таких как Nb/AlO<sub>x</sub>/Nb, Nb/AlN/NbN и других.