

文章编号 1004-924X(2009)01-0166-06

# 超声技术在硅湿法腐蚀中的应用

曾毅波<sup>1</sup>, 王凌云<sup>2</sup>, 谷丹丹<sup>1</sup>, 孙道恒<sup>2</sup>

(1. 厦门大学 萨本栋微机电研究中心, 福建 厦门 361005;

2. 厦门大学 机电工程系, 福建 厦门 361005)

**摘要:** 为了获得平滑的硅湿法腐蚀表面, 在硅湿法腐蚀中引入超声技术。对超声湿法腐蚀系统进行了改进, 以确保腐蚀溶液的顶部和底部温差在 0.5 之内。采用 60, 10% 质量分数的 KOH 溶液, 在超声频率为 59 kHz, 超声功率为 60 ~ 180 W (间隔 10 W) 条件下对 (100) 硅片进行湿法腐蚀。最后, 运用激光共聚焦扫描显微镜 (LSCM) 对腐蚀后硅片表面粗糙度进行测量, 并探讨超声参数的选择对腐蚀表面质量的影响。实验结果表明: 超声功率在 120 W 时, 可以获得平滑的腐蚀表面, 表面粗糙度  $R_q$  值为 0.020  $\mu\text{m}$ 。在湿法腐蚀系统中采用超声技术, 可以明显改善腐蚀表面质量, 在较低温度和较低浓度的 KOH 溶液中, 选择合适的超声参数可获得高品质的腐蚀表面。

**关键词:** 湿法腐蚀; 超声技术; 表面粗糙度; 激光共聚焦扫描显微镜; 微机电系统

**中图分类号:** TN305.2; TB559 **文献标识码:** A

## Application of ultrasonic technology to wet etching of silicon

ZEN G Yi-bo<sup>1</sup>, WAN G Ling-yun<sup>2</sup>, GU Dan-dan<sup>1</sup>, SUN Dao-heng<sup>2</sup>(1. *Perr Tung Sah Micro-electro-mechanical System Research Center, Xiamen University, Xiamen 361005, China;*2. *Department of Mechanical and Electrical Engineering, Xiamen University, Xiamen 361005, China*)

**Abstract:** In order to achieve smooth wet etching surface of silicon, ultrasonic technology is introduced in the wet etching of silicon. By improving the ultrasonic wet etching system, the temperature difference between top and bottom etching solutions can reach 0.5. Then, at 60 (100), silicon is etched wetly by KOH solution in mass ratio of 10%, ultrasonic frequency of 59 kHz and ultrasonic power ranging from 60 W to 180 W (every 10 W). Finally, the post-etched surface roughness is measured by Laser Scanning Confocal Microscope (LSCM), and the effect of ultrasonic parameters on the quality of etching surface is discussed. Experimental results indicate that the smooth etching surface can be obtained in roughness  $R_q$  of 0.02  $\mu\text{m}$  at ultrasonic power of 120 W. The quality of etching surface is greatly improved in the ultrasonic wet etching system, also the etching surface of high quality can be obtained with suitable ultrasonic parameters in lower temperature and concentration of KOH solution.

**Key words:** wet-etching technology; ultrasonic; surface roughness; Laser Scanning Confocal Microscope (LSCM); Micro-electro-mechanical System (MEMS)

收稿日期: 2008-03-26; 修订日期: 2008-06-16.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 50675184); 福建省科技计划重点项目 (No. 2002H022); 回国留学人员基金资助项目; 厦门大学新世纪优秀人才基金资助项目

## 1 引言

硅的各向异性湿法腐蚀工艺是 MEMS 加工技术的重要组成部分,采用这项工艺可制作微型压力传感器的硅杯<sup>[1]</sup>,V 型光纤阵列<sup>[2]</sup>和 SOI 硅片等。腐蚀后,硅表面形貌的优劣是评判湿法腐蚀质量的重要指标。腐蚀过程中产生的氢气是造成腐蚀表面粗糙的主要原因。氢气气泡附着在硅表面,形成了“假的”掩模层,阻碍了腐蚀溶剂和硅原子的反应,不仅会使腐蚀速率明显降低,同时会形成金字塔形的“小丘”,使腐蚀表面的粗糙度增加。

Jing Chen 等和 Chii-Rong Yang 等分别在 80%、33% 质量分数的 KOH 溶液和 80%、30% 质量分数的 KOH 溶液中采用超声技术对 (100) 硅片进行腐蚀,获得了平滑的腐蚀表面<sup>[3-4]</sup>。Theo Baum 等在 60%、浓度为 2 M 并充满 O<sub>2</sub> 的 KOH 溶液中采用超声技术对硅片进行腐蚀,并应用 AFM 测量腐蚀后的表面粗糙度,其 R<sub>q</sub> 值小于 100 nm<sup>[5]</sup>。超声会在溶液中产生空化现象。一方面,空化会在固体和液体界面上产生高速的微射流,有助于腐蚀液体分子的扩散迁移;另一方面,空化会破坏氢气与腐蚀表面的吸附。因此超声能显著改善腐蚀表面质量和腐蚀速率的均匀性。研究表明,KOH 浓度越高,越容易获得光滑的腐蚀表面,当使用低浓度的 KOH (小于 30% 质量分数) 溶液时,腐蚀表面会形成很多金字塔形的“小丘”<sup>[6]</sup>。腐蚀温度越高,腐蚀速率就越快,对 SiO<sub>2</sub> 掩模层破坏就越严重。在 80%、30% 质量分数的 KOH 溶液中,其 Si 和 SiO<sub>2</sub> 腐蚀选择比为 160:1。比较而言,在超声条件下,采用 60%、10% 质量分数的较低温度和较低浓度的 KOH 溶液进行腐蚀,腐蚀速率相对较慢,要获得光滑的腐蚀表面也显得比较困难,但其 Si 和 SiO<sub>2</sub> 腐蚀选择比可达 1 400:1。

腐蚀后采用激光共聚焦扫描显微镜 (LSCM) 对腐蚀表面进行表征。LSCM 不仅具有良好的垂直和水平分辨率,可测倾角大等特点,而且由于其具有很好的深度响应特性,所以光强对比度强,抗杂散光能力强<sup>[7]</sup>。本文运用超声技术,在 60%、10% 质量分数的 KOH 溶液中对 (100) 硅片进行腐蚀,并运用 LSCM 对腐蚀后的表面进行

表征,探讨采用较低温度和浓度的腐蚀溶液获得高品质腐蚀表面的新方法。

## 2 超声腐蚀系统的设计与改进

图 1 为改进前的超声腐蚀系统。瓶盖通入冷却水,可有效防止腐蚀溶液受热挥发。此系统的不足在于超声炉加热器置于底部,同时底部的超声换能器由于工作而发热,长时间腐蚀会导致腐蚀瓶底部溶液的温度高于腐蚀瓶顶部溶液的温度,其温差可达 2~3℃,从而造成腐蚀速率的不均匀。

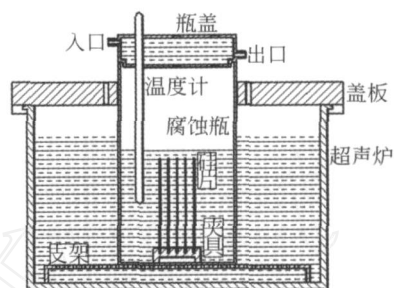


图 1 改进前的超声腐蚀系统

Fig. 1 Ultrasonic etching system before improving

图 2 为改进后的超声腐蚀系统。图 3 为超声腐蚀系统实体图。该系统不采用超声炉自带的加热装置对溶液进行加热,而是引入环形加热圈,经过恒温水浴锅加热后的去离子水在环形加热圈内进行回流,从环形加热圈顶部流入,再从环形加热圈底部流出,最后回流至恒温水浴锅。另外超声能增加搅拌作用,有助于改善腐蚀溶液各个层面的温度的均匀性。采用该系统,腐蚀瓶底部溶液的和腐蚀瓶顶部溶液的温差可控制在 0.5℃ 之内。

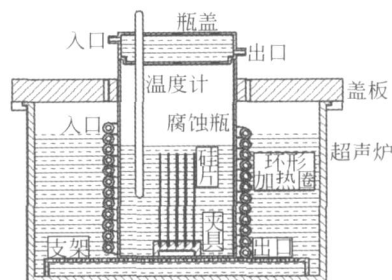


图 2 改进后的超声腐蚀系统

Fig. 2 Post-improved ultrasonic etching system after improving



图 3 超声腐蚀系统实体图

Fig. 3 Realistic picture of ultrasonic etching system

### 3 实验过程

(1) 以 n 型 (100) 4 硅片作为实验材料。采用热氧化方式生长  $1\ \mu\text{m}$  的  $\text{SiO}_2$  膜, 作为掩模层。采用光刻和  $\text{SiO}_2$  湿法腐蚀技术在硅片制作出 9 个不同区域的  $400\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m}$  的窗口。硅片腐蚀前, 需在 1:20 稀释 HF 溶液中浸泡 3 min, 以去除硅片上的自然氧化层, 后用大量的去离子水进行冲洗, 并在真空状态下  $60\ ^\circ\text{C}$  的烘箱内烘 30 min。

(2) 在  $60\ ^\circ\text{C}$ , 10% 质量分数的 KOH 溶液中进行湿法腐蚀, 其超声频率为 59 kHz, 超声功率为 40~180 W (间隔 10 W), 腐蚀时间 1 h;

(3) 运用 LSCM 表征腐蚀后硅片表面;

(4) 运用台阶仪, 测量腐蚀深度, 获得腐蚀速率。

### 4 实验结果与分析

#### 4.1 表面粗糙度评判依据

采用  $R_q$  值作为评判表面粗糙度的依据。 $R_q$  表示整体区域内表面形貌高度均方根偏差, 其定义为:

$$R_q = \sqrt{\frac{\sum (Z_i - Z_{ave})^2}{N}}, \quad (1)$$

其中,  $Z_i$  表示每一单元表面形貌高度,  $Z_{ave}$  表示整体区域内平均的表面形貌高度,  $N$  表示在此区域内总共所测量的表面形貌高度的单元数。例如, 表 1 假定某一整体区域表面形貌高度的测量结果, 根据公式 1,  $Z_{ave} = 0.011\ \mu\text{m}$ ,  $N = 12$ , 则  $R_q = 0.027\ \mu\text{m}$ 。

表 1 假定某一区域的表面相貌高度

单元	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
高度 ( $1 \times 10^{-2}\ \mu\text{m}$ )	3	4	-2	3	4	3	3	2	3	-4	-1	-2

采用图 4 奥林巴斯公司生产的 OLS1200-FAR2 型 LSCM 作为形貌表征设备。该设备采用 He-Ne 激光束作为光源, 其横向分辨率为  $0.15\ \mu\text{m}$ , 纵向分辨率为  $0.01\ \mu\text{m}$ 。图 5 采用该设备表征在 80 W 超声功率条件下腐蚀后的硅表面,  $R_q$  值为  $0.049\ \mu\text{m}$ 。在 100 倍物镜下, 变倍 1 倍时视场面积为  $128\ \mu\text{m} \times 96\ \mu\text{m}$ , 根据公式 1, 此时整体区域面积为  $128\ \mu\text{m} \times 96\ \mu\text{m}$ , 每一单元的面积  $0.15\ \mu\text{m} \times 0.15\ \mu\text{m}$ ,  $N = 546\ 134$ 。

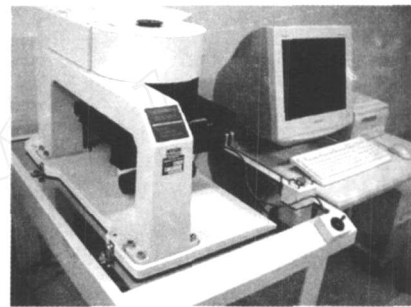


图 4 OLS1200-FAR2 型激光共焦扫描显微镜

Fig. 4 OLS1200-FAR2 LSCM

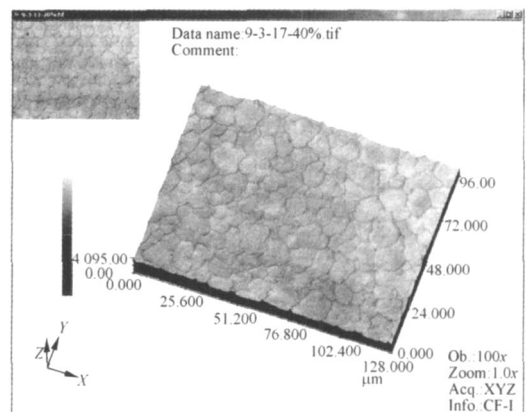


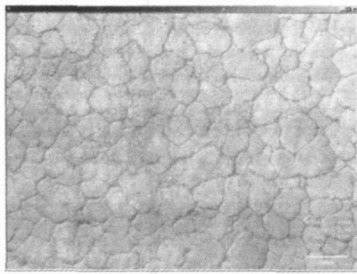
图 5 超声功率 80 W 时, 腐蚀表面的 LSCM 镜像图

Fig. 5 LSCM image of surface etched at ultrasonic power 80 W

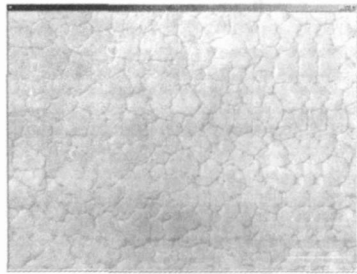
#### 4.2 不同超声功率下硅腐蚀的表面粗糙度

图 6 为采用 LSCM 对 80~180 W 超声功率下湿法腐蚀后的硅表面进行表征。定性分析显

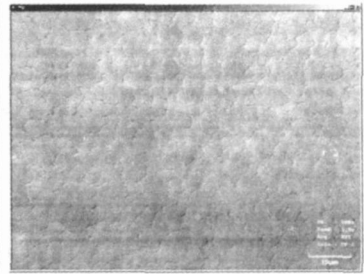
示:超声功率在 120 W 时,其腐蚀表面较为平滑。



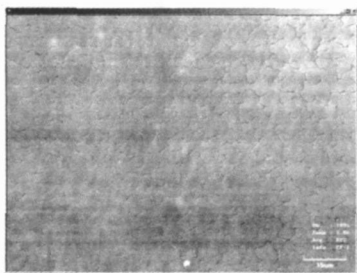
(a) 80 W 时,湿法腐蚀  
(a) Wet etching at 80 W



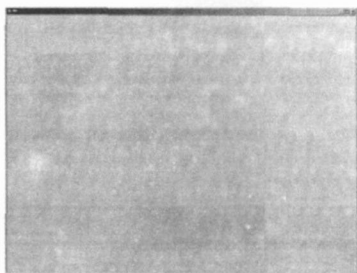
(b) 90 W 时,湿法腐蚀  
(b) Wet etching at 90 W



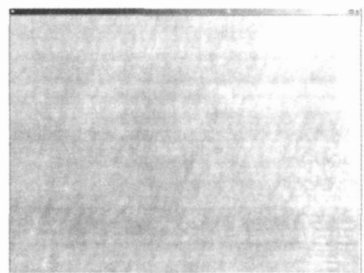
(c) 100 W 时,湿法腐蚀  
(c) Wet etching at 100 W



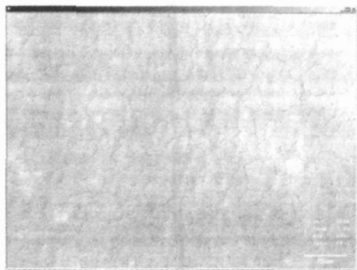
(d) 110 W 时,湿法腐蚀  
(d) Wet etching at 110 W



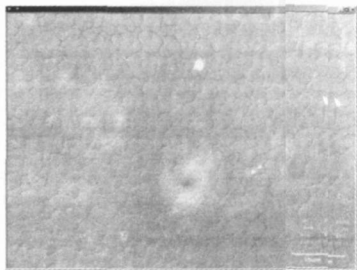
(e) 120 W 时,湿法腐蚀  
(e) Wet etching at 120 W



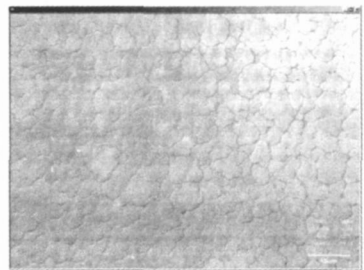
(f) 130 W 时,湿法腐蚀  
(f) Wet etching at 130 W



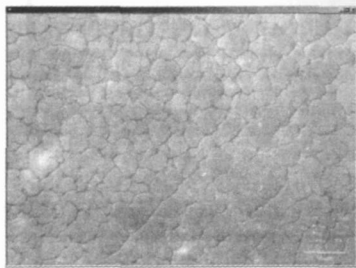
(g) 140 W 时,湿法腐蚀  
(g) Wet etching at 140 W



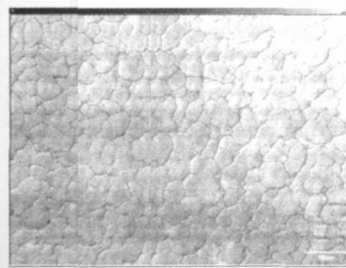
(h) 150 W 时,湿法腐蚀  
(h) Wet etching at 150 W



(i) 160 W 时,湿法腐蚀  
(i) Wet etching at 160 W



(j) 170 W 时,湿法腐蚀  
(j) Wet etching at 170 W



(k) 180 W 时,湿法腐蚀  
(k) Wet etching at 180 W

图 6 超声功率 80~180 W 时,腐蚀表面的 LSCM 镜像图

Fig. 6 LSCM images of surface etched at ultrasonic power ranging from 80 W to 180 W

图 7 是采用 LSCM 获得的不同超声功率下的腐蚀表面粗糙度  $R_q$  值。 $R_q$  随着超声功率的增加而降低,在 120 W 时达到最小,为  $0.020 \mu\text{m}$ ,之后  $R_q$  随着超声功率的增加而增加。

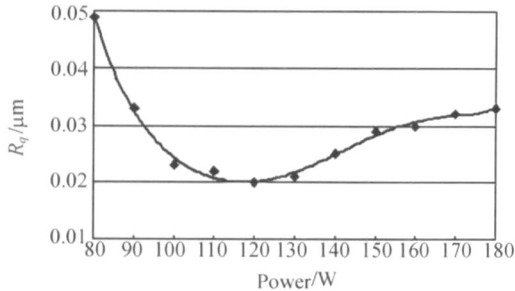


图 7 在不同超声功率下的腐蚀表面粗糙度

Fig. 7 Etching surface roughness at different ultrasonic powers

#### 4.3 超声参数对腐蚀表面质量的影响

当超声在腐蚀溶液中传播时,会产生空化效应。空化对氢气气泡有机械剥离作用,同时能促进腐蚀溶液与硅原子的化学反应。空化是指在液体中由于超声波的物理作用,某些地方形成局部暂时的负压区,从而引起液体或液-固体界面的断裂,形成微小的空泡或气泡<sup>[13]</sup>。超声湿法腐蚀的物理机制主要是超声空化,要获得高品质的腐蚀表面必须选择适当的声学参数。

##### 4.3.1 功率

功率愈高,空化愈强烈。但功率到达一定值后,空化趋于饱和。如果再增大功率,会产生大量的气泡,空化强度反而降低。图 6 和图 7 说明,在 120 W 超声功率时,其腐蚀表面质量最好,而随着功率的增加,大量气泡的产生,表面质量也随着下降。因此,要获得高品质的腐蚀表面,超声功率的选择要适中;

##### 4.3.2 频率

低频超声的频率一般在 15 ~ 25 kHz 左右,其空化阈(使液体产生空化的最小压强)低,但气泡数目较少,然而爆破能力较强,渗透作用较弱,且噪声较大,适用于大面积腐蚀和附着物与腐蚀表面结合强度较高的场合。高频超声的频率大于

30 kHz 以上,其空化阈低,超声气泡数目较多,声波可深入渗透,适用于狭缝及附着物与腐蚀表面结合强度较弱的场合。在微机电领域,其窗口线宽都在微米量级,在湿法腐蚀中,氢气气泡与腐蚀表面的结合力弱,因此宜选用高频超声。本文选用 59 kHz 作为超声频率。

#### 4.4 腐蚀速率

图 8 是采用台阶仪获得的不同超声功率下的腐蚀速率。在 80 ~ 180 W,其腐蚀速率在 24.1 ~ 24.8  $\mu\text{m}/\text{h}$  之间。腐蚀速率随着超声功率的增加而增加,但在 120 W 时,空化趋于饱和,腐蚀速率增加幅度明显放缓。

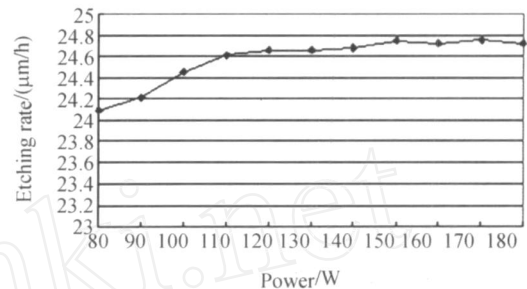


图 8 在不同超声功率下的腐蚀速率

Fig. 8 Etching rate at different ultrasonic powers

## 5 结 论

(1) 在超声腐蚀系统中,引入环形加热圈,使其腐蚀溶液顶部和底部的温差控制在 0.5 之内,从而确保腐蚀速率的均匀性;

(2) LSCM 的横向分辨率为  $0.15 \mu\text{m}$ ,纵向分辨率为  $0.01 \mu\text{m}$ 。能够快速准确地定性、定量分析和表征硅超声湿法腐蚀后的表面状态;

(3) 在 60 ~ 10% 质量分数的 KOH 溶液中,采用超声频率为 59 kHz、超声功率为 120 W 进行湿法腐蚀,可以获得良好的腐蚀表面。运用 LSCM 进行测量,其腐蚀表面的粗糙度为  $0.020 \mu\text{m}$ ;

(4) 实验证明,即使在较低温度和浓度的湿法腐蚀条件下,只要选择合适的超声功率和合适的超声频率也可以获得高品质的腐蚀表面。

#### 参考文献:

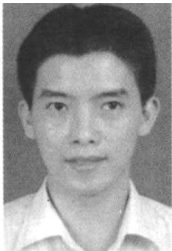
[1] 温志渝,温中泉,徐世六,等. 真空微电子压力传

感器的研制[J]. 光学 精密工程, 2004, 12(6): 603-607.

WEN ZH Y, WEN ZH Q, XU SH L, et al. Vacu-

- um microelectronic pressure sensor[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2004, 12(6): 603-607. (in Chinese)
- [2] 梁静秋,侯凤杰. 采用硅 V 型槽的一维光纤阵列的研制[J]. *光学精密工程*, 2007, 15(1): 89-94.  
LIANG J Q, HOU F J. One-dimension optical fiber array with silicon V-grooves [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(1): 89-94. (in Chinese)
- [3] JING C, LI T L, ZHI J L, *et al.*. Study of anisotropic etching of (1 0 0) Si with ultrasonic agitation [J]. *Sensors and Actuators A*, 2002, 96: 152-156.
- [4] CHIR Y, PO Y C, YUANG C C, *et al.*. Effects of mechanical agitation and surfactant additive on silicon anisotropic etching in alkaline KOH solution [J]. *Sensors and Actuators A*, 2005, 119: 263-270.
- [5] THEO B, DAVID J S. AFM study of surface finish improvement by ultrasound in the anisotropic etching of Si <100> in KOH for micromachining applications[J]. *Micromech. Microeng.*, 1997, 7: 338-342.
- [6] 刘玉岭,檀柏梅,张楷亮. 微电子技术工程 材料、工艺与测试 [M]. 北京: 电子工业出版社, 2004.  
LIU Y L, TAN B M, ZHANG K L. *Microelectronic Technology Engineering — Material, Process and Testing* [M]. Beijing: Publishing House of Electronics Industry, 2004. (in Chinese)
- [7] 王富生,谭久彬. 表面微观轮廓高分辨率光学测量方法[J]. *光学精密工程*, 2000, 8(4): 309-315.  
WANG F SH, TAN J B. Methods of high resolution optical measurement for surface profile [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2000, 8(4): 309-315. (in Chinese)
- [8] 曹凤国. 超声加工技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.  
CAO F G. *Ultrasonic Machining Technology* [M]. Beijing: Chemical industry Press, 2005. (in Chinese)

## 作者简介:



曾毅波(1978 - ),男,工程师,主要从事 MEMS 工艺开发和测试方面的研究。E-mail: zyb2005 @xmu.edu.cn



王凌云(1978 - ),男,博士研究生,主要从事 MEMS 器件和工艺开发方面的研究。E-mail: rabbitwangly @yahoo.com.cn

## 通讯作者:



孙道恒(1964 - ),男,教授,博士生导师,主要从事微米/纳米集成与封装、聚合物纳米结构及其应用、微纳生物医学传感器与执行器的研究。E-mail: sundh @xmu.edu.cn.



谷丹丹(1981 - ),女,助理工程师,在职硕士,主要从事 MEMS 工艺开发和测试方面的研究。E-mail: gdd @xmu.edu.cn

(本栏目编辑:李树军)