

文章编号 1004-924X(2009)08-1865-05

## 掩模偏转方向对硅尖形状的影响

崔岩<sup>1,2</sup>, 石二磊<sup>1</sup>, 夏劲松<sup>1</sup>, 王立鼎<sup>1</sup>

- (1. 大连理工大学 微纳米技术及系统辽宁省重点实验室, 辽宁 大连 116023;
2. 大连理工大学 精密与特种加工教育部重点实验室, 辽宁 大连 116023)

**摘要:**为制备高纵横比的纳米硅尖,研究了掩模的偏转方向对硅尖形状的影响。设计了硅尖制备的工艺流程,采用 KOH 溶液湿法各向异性腐蚀(100)单晶硅的方法制备硅尖,根据实验结果和{411}晶面模型,分析了硅尖侧壁的成分晶面,讨论了掩模偏转方向对硅尖形状的影响,得到了制备高纵横比纳米硅尖的工艺参数。实验结果表明:当腐蚀溶液浓度和温度一定时,正方形掩模的方向并不影响快腐蚀晶面的类型,利用正方形掩模的偏转,可以制备出八面体和四面体的硅尖。当正方形掩模边缘沿<110>晶向时,在 78 ℃、浓度为 40% 的 KOH 溶液中腐蚀硅尖,经 980 ℃ 干氧化 3 h 进行削尖,可制备出纵横比>2 的八面体纳米硅尖阵列,硅尖侧壁与(100)面夹角为 76.37°的{411}晶面组成。

**关键词:**硅尖;各向异性;氧化削尖;掩模

**中图分类号:** TN305 **文献标识码:** A

## Effect of changing mask direction on tip shape

CUI Yan<sup>1,2</sup>, SHI Er-lei<sup>1</sup>, XIA Jin-song<sup>1</sup>, WANG Li-ding<sup>1</sup>

- (1. Key Laboratory for Micro/Nano Technology and System of Liaoning Province, Dalian University of Technology, Dalian 116023, China;
2. Key Laboratory for Precision and Non-traditional Machining Technology of the Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116023, China)

**Abstract:** With the aim to fabricate nano-silicon-tips with a high aspect ratio, the effect of changing the mask direction on tip shapes was studied. The fabrication processes for nano-silicon-tips using a (100) single crystal silicon wafer by the anisotropic wet etching in the KOH etchant were designed. Based on the experiment and the model of {411} crystal planes, the crystal planes of silicon tips were analyzed. Through discussing the effect of the mask direction on tip shapes, the process parameters to get high aspect ratio nano-silicon-tips were achieved. Experimental results indicate that silicon tips of octahedron and tetrahedron are fabricated with changing mask directions. The direction of mask does not affect the rapid etched crystal planes at the fixed solution concentration and temperature. Nano-silicon-tips are formed by the anisotropic etching in 40% KOH etchant at 78 ℃ and the dry oxidation sharpening in 3 h at 980 ℃, as the square masks are aligning to the <110> direction. Experiments show that the high aspect ratio of the tip is greater than 2, and the profiles of silicon tips are constitu-

收稿日期:2008-07-08;修订日期:2008-09-24.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 90607002)

ted by {411} crystal planes that intersect (100) crystal planes at  $76.37^\circ$ .

**Key words:** silicon tip; anisotropic etching; oxidation sharpening; mask

## 1 引言

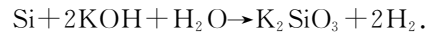
近些年来,微纳米针尖在真空微电子器件<sup>[1]</sup>,原子力显微镜(AFM)<sup>[2]</sup>、高密度数据存储<sup>[3]</sup>、纳米级图形加工<sup>[4]</sup>等方面得到广泛的应用。用已经制作的基于 PT/ PZT/ PT 压电薄膜的微悬臂梁结构的微力传感器<sup>[5]</sup>与微纳米针尖集成,即可用于原子力显微镜中取代光学检测系统,使 AFM 结构简单、响应速度提高,也可以用于高密度数据的存储。AFM 通过测试针尖和样品间原子的作用力成像,针尖纵横比越大、曲率半径越小,AFM 分辨率越高,因此研究微纳米针尖的制备有很重要的意义。

采用 MEMS 技术可以在硅片上批量形成尖度达到纳米量级的硅尖。目前制备硅尖的方法有很多种,采用干法刻蚀的方法制备硅尖<sup>[6]</sup>时,ICP 中含有众多的能量状态,工艺结果几乎取决于每一个可能的参数变化,要做出精确的分析较困难;而且干法刻蚀腐蚀速率不易控制,硅基底“长草”现象比较严重,不易于和压电薄膜微悬臂梁集成。采用湿法各向异性腐蚀单晶硅制备硅尖具有工艺简单、刻蚀速率均匀、成本低廉等优点。IN JAE CHUNG<sup>[7]</sup>采用湿法各向异性腐蚀和各向同性腐蚀相结合的方法制备了曲率半径为 20 nm 的硅尖,但各向同性腐蚀采用 HNA 腐蚀液,腐蚀速率较快,不易控制;D. Resnik<sup>[8]</sup>采用湿法各向异性腐蚀(100)和(111)型单晶硅的方法制作出纵横比为 0.5~1.2 的硅尖,纵横比较小;刘芳<sup>[9]</sup>等人对湿法腐蚀硅尖进行了研究,但制备的硅尖不够尖锐。至今,由{411}晶面族组成的硅尖其硅尖侧壁不是由与(100)面夹角为  $19.47^\circ$  的等晶面组成的问题还未见有相关的分析。

在此基础上,本文设计了工艺流程,并结合低温氧化削尖<sup>[10]</sup>的方法制备硅尖,研究掩模图形偏转方向对硅尖形状的影响,结合{411}晶面模型分析硅尖的组成晶面,得到了制备高纵横比纳米硅尖的工艺参数。

## 2 实验

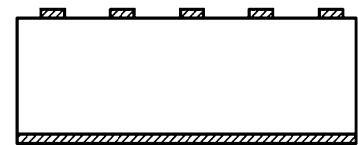
实验中采用了 3.81 cm (1.5 in) 的 n 型(100)双面抛单晶硅片,厚度为  $220\ \mu\text{m}$ ,电阻率为  $1\sim 10\ \Omega\cdot\text{cm}$ ;采用浓度为 40% 的 KOH 腐蚀液,在  $78\ ^\circ\text{C}$  的条件下各向异性腐蚀硅尖。为了保持温度的恒定,采用水浴加热的方法;为了改善腐蚀表面的平整度以及各向异性,采用磁力搅拌的方法。反应化学方程式为:



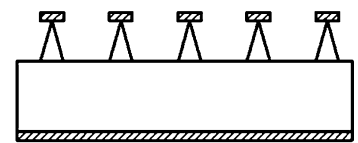
硅尖的制备工艺流程如图 1 所示。首先在单



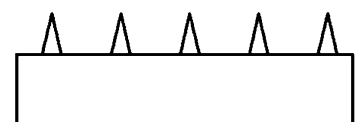
(a) 单晶硅片双面氧化  
(a) Thermal oxidation



(b) 光刻硅尖掩模块  
(b) Patterning masks of silicon tips



(c) 湿法各向异性腐蚀硅尖  
(c) Wet etching silicon tips



□ Si    ▨ SiO<sub>2</sub>

(d) 去除氧化层

(d) Removing oxidation layer

图 1 硅尖的制备工艺流程

Fig. 1 Fabrication procedure of silicon tips

晶硅片的表面热氧化生长  $1\ \mu\text{m}$  厚的  $\text{SiO}_2$  层,如图 1(a)所示;然后将硅片的背面保护,正面光刻形成边长为  $42\ \mu\text{m}$  的正方形  $\text{SiO}_2$  掩模阵列如图 1(b)所示;接着用 KOH 溶液腐蚀硅尖如图 1(c)所示,在  $980\ ^\circ\text{C}$  的条件下,干氧化硅尖 3 h 进行削尖;最后在氢氟酸缓冲液中去除硅尖上的氧化层如图 1(d)所示。

### 3 结果和讨论

#### 3.1 正方形掩模偏转方向对硅尖形状的影响

湿法各向异性腐蚀单晶硅制备硅尖,当正方形掩模边缘沿  $\langle 110 \rangle$  晶向时,快腐蚀首先在凸角处发生,由于快腐蚀面对  $\{111\}$  面的侧蚀作用,方形掩模经较短时间的腐蚀呈十二边形,接着成为八边形如图 2 所示,其中  $\alpha$ 、 $\beta$  为快腐蚀面与  $(100)$  面交线形成的角,最后快腐蚀面相交于一点形成硅尖。经氧化削尖后,得到纵横比为 2.1、针尖曲率半径达到纳米量级的八面体硅尖阵列如图 3 所示。经测试, $\alpha$ 、 $\beta$  角和硅尖倾角  $\delta$  如图 3 所示,分别为  $119$ 、 $151$ 、 $74.5^\circ$ ,与所有晶面中  $\{411\}$  晶面族最接近,硅尖侧壁晶面为  $\{411\}$  晶面族。

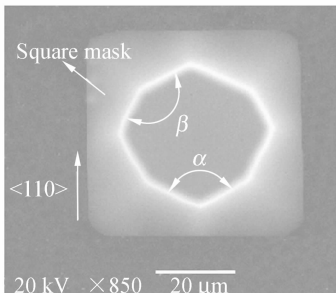


图 2 沿  $\langle 110 \rangle$  晶向的正方形掩模顶部 SEM 图 ( $t=10\ \text{min}$ )  
Fig. 2 Top view of square mask with edges along  $\langle 110 \rangle$  directions ( $t=10\ \text{min}$ )

根据 Miller 指数法则,建立  $\{411\}$  晶面模型如图 4 所示,  $\{411\}$  晶面族和  $(100)$  面交角为  $19.47^\circ$  或  $76.37^\circ$ 。腐蚀硅尖时,由于掩模非绝对直角,快腐蚀首先在凸角处发生,快腐蚀面  $\{411\}$  晶面族中各晶面的腐蚀速率是相同的。由于与  $(100)$  面夹角为  $19.47^\circ$  的等晶面沿  $\langle 110 \rangle$  向腐蚀如图 4 所示,而该晶向存在  $\{111\}$  自停止腐蚀面,故等晶面不会出现,与  $(100)$  面夹角为  $76.37^\circ$  的、

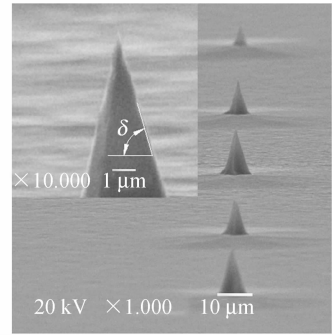


图 3 正方形掩模沿  $\langle 110 \rangle$  晶向时腐蚀的硅尖 SEM 图  
Fig. 3 SEM micrograph of silicon tips etched under square masks

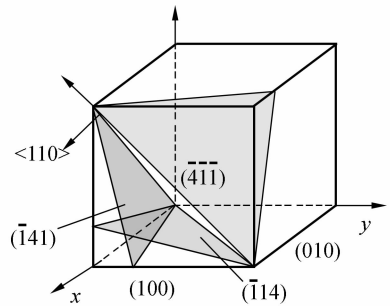


图 4  $\{411\}$  晶面模型  
Fig. 4 Model of  $\{411\}$  crystal planes

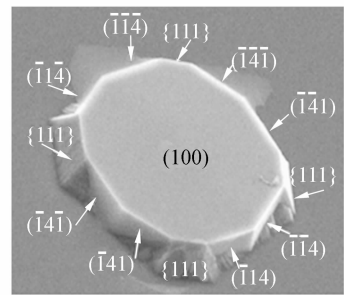


图 5 腐蚀硅尖时出现的晶面 ( $t=5\ \text{min}$ )  
Fig. 5 Planes developed during etching ( $t=5\ \text{min}$ )

等晶面组成硅尖侧壁。根据  $\{411\}$  晶面模型,腐蚀硅尖 5 min 时出现的各晶面如图 5 所示。

当正方形掩模沿  $\langle 110 \rangle$  晶向旋转  $45^\circ$  时,方形掩模经较短时间的腐蚀呈十二边形,接着呈八边形如图 6(a)所示,最后形成八面体的硅尖如图 7(a)所示,硅尖侧壁由  $\{411\}$  晶面族组成。正方形掩模沿  $\langle 110 \rangle$  晶向旋转  $15^\circ$  时,方形掩模经较短时间的腐蚀呈十二边形,接着形成四条短边和四条长边的八边形,然后短边消失,形成正方形如图 6

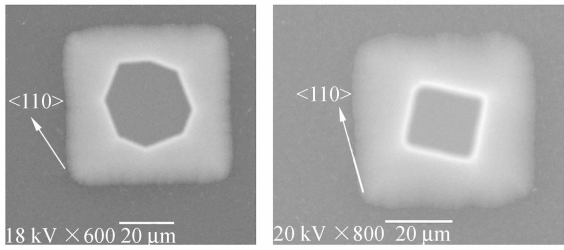
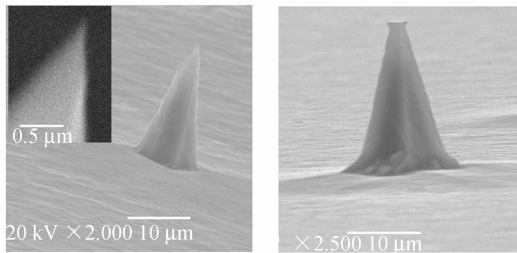
(a) 掩模偏转  $45^\circ$ (b) 掩模偏转  $15^\circ$ (a) Mask deflects  $45^\circ$ (b) Mask deflects  $15^\circ$ 图 6 沿  $\langle 110 \rangle$  晶向偏转正方形掩模后的顶部 SEM 图 ( $t=12$  min)Fig. 6 Top views of deflected square masks ( $t=12$  min)(a) 掩模偏转  $45^\circ$ (b) 掩模偏转  $15^\circ$ (a) Mask deflects  $45^\circ$ (b) Mask deflects  $15^\circ$ 

图 7 偏转正方形掩模后腐蚀的硅尖 SEM 图

Fig. 7 SEM micrographs of silicon tips etched under deflected square masks

(b) 所示,最后快腐蚀面相交于一点形成四面体的硅尖,如图 7(b) 所示硅尖掩模还未完全脱落,硅尖侧壁仍是由  $\{411\}$  晶面族组成。

为避免针尖与悬臂梁集成后,针尖与样品作用力不对称而导致悬臂梁扭曲,制备硅尖时方形掩模边缘应沿  $\langle 110 \rangle$  晶向,制备出对称的八面体硅尖,掩模边缘沿  $\langle 110 \rangle$  晶向也有利于光刻时对准。

### 3.2 矩形掩模对硅尖形状的影响

当掩模形状为矩形时,快腐蚀面不能同时相交于掩模中心,最后不能形成硅尖,而成为一条棱如图 8 所示。

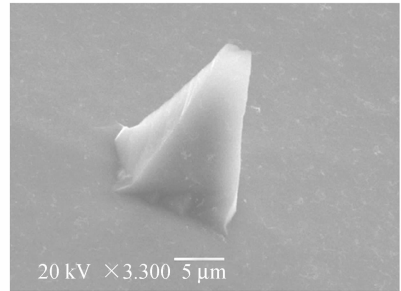


图 8 矩形掩模腐蚀的硅尖 SEM 图

Fig. 8 SEM micrograph of silicon tip etched under rectangular mask

## 4 结 论

本文将实验和  $\{411\}$  晶面模型相结合,分析了硅尖晶面的组成,讨论了掩模偏转方向对硅尖形状的影响,结果表明:硅尖侧壁是由与  $(100)$  面夹角为  $76.37^\circ$  的  $\{411\}$  晶面组成;当腐蚀液浓度、温度一定时,正方形掩模的方向并不影响快腐蚀晶面类型,硅尖的纵横比也不变,但硅尖形状发生变化,利用掩模的偏转,可以制备出四面体和八面体的硅尖,掩模为矩形时不能形成硅尖;最后得到了制备纳米硅尖的工艺参数,当正方形掩模边缘沿  $\langle 110 \rangle$  晶向时,在  $78^\circ\text{C}$ 、浓度为 40% 的 KOH 溶液中腐蚀硅尖,经  $980^\circ\text{C}$  氧化削尖,可制备出纵横比  $>2$  的八面体纳米硅尖阵列。本文为微纳米硅尖在传感器中的应用,以及与压电薄膜悬臂梁传感器的集成打下了良好的基础,再者不同形状的硅尖可以压印不同的纳米图形。

### 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 Z Y, WEN Z Q, XU SH L, *et al.*. Vacuum microelectronic pressure sensor [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2004,12(6):603-607. (in Chinese)
- [2] 薛实福,徐毓娟,李庆祥,等. 原子力显微镜传感器

的微机械加工技术的研究[J]. 光学精密工程,1997,5(2):43-49.

XUE SH F, XU Y X, LI Q X, *et al.*. Investigation of microfabrication of the force sensor for the atomic force microscope [J]. *Opt. and Precision Eng.*, 1997, 5(2):43-49. (in Chinese)

- [3] BENJAMIN W C, TIMOTHY D S, YONGHO S J, *et al.*. Low-stiffness silicon cantilevers with in-

- egrated heaters and piezoresistive sensors for high-density AFM thermo mechanical data storage [J]. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 1998, 7(1):69-78.
- [4] BORZENKO T, TORMEN M, HOCK V, *et al.*. Imprint with sharp tip stamps [J]. *Microelectronic Engineering*, 2001, 57-58:389-396.
- [5] 崔岩,孟汉柏,王兢,等. PT/PZT/PT薄膜微力传感器[J]. *光学精密工程*, 2007, 15(9):1404-1409. CUI Y, MENG H B, WANG J, *et al.*. Microforce sensors based on PT/PZT/PT thin films [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(9):1404-1409. (in Chinese)
- [6] CHEN L. Experimental study of ultra-sharp silicon nano-tips[J]. *Solid State Communications*, 2007, 143(11):553-557.
- [7] CHUNG I J, MURFETT D B, HARIZ A, *et al.*. Fabrication of high aspect ratio silicon micro-tips for field emission devices [J]. *Journal of Materials Science*, 1997, 32(18):4999-5003.
- [8] RESNIK D, VRTACNIK D, ALJANCIC U, *et al.*. Different aspect ratio pyramidal tips obtained by wet etching of (100) and (111) silicon [J]. *Microelectronics Journal*, 2003, 34(5):591-593.
- [9] 刘芳,赵钢,吴亚雷,等. 满足自锐效应的 AFM 探针针尖加工[J]. *微细加工技术*, 2006(6):52-62. LIU F, ZHAO G, WU Y L, *et al.*. Fabrication of AFM probe tip based on self-sharpening effect [J]. *Microfabrication Technology*, 2006(6):52-57. (in Chinese)
- [10] RAVI T S, MARCUS R B, LIU D. Oxidation sharpening of silicon tips [J]. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*, 1991, 9(6):2733-2737.

#### 作者简介:



**崔岩**(1967—),女,辽宁大连人,副教授,1989年于大连理工大学获学士学位,2003于德国卡尔斯鲁厄应用科学大学获第二硕士学位,现为大连理工大学机械工程学院微机电系统与精密工程研究所副所长,主要从事微纳米加工技术、半导体测试及精密测量技术等方面的研究。E-mail:yanc@dlut.edu.cn



**石二磊**(1984—),男,河南周口人,2006年于郑州大学获得学士学位,现为大连理工大学机械工程学院硕士研究生,主要从事微力传感器方面的研究。E-mail:scl365@163.com



**夏劲松**(1985—),男,安徽合肥人,2007年于郑州航空工业管理学院获得学士学位,现为大连理工大学机械工程学院硕士研究生,主要从事微力传感器方面的研究。E-mail:jinsongxia@yahoo.cn



**王立鼎**(1934—),男,辽宁辽阳人,院士,教授,博士生导师,现为大连理工大学微纳米技术及系统辽宁省重点实验室主任,主要从事精密机械和微机械领域的研究。E-mail:wangld@dlut.edu.cn