

文章编号 1004-924X(2012)04-0811-07

微小等离子体反应器的制作及性能测试

王海*, 夏小品, 周荣荻

(安徽工程大学机械与汽车工程学院 安徽省先进数控
及伺服技术重点实验室, 安徽 芜湖 241000)

摘要: 设计了基于并行探针驱动的扫描刻蚀加工系统, 用于微纳米尺度的刻蚀加工。研究了系统的核心器件—微小等离子体反应器的电学特性和发射光谱特性, 以了解反应器中产生的反应等离子体性能的变化规律。基于微机电系统(MEMS)加工工艺制备了中间带有倒金字塔形状微型空腔的金属-绝缘体-金属3层结构的微小等离子体反应器。搭建了可测量等离子体伏安特性和发射光谱特性的实验系统, 对放电气体为 SF_6 , 工作气压在5~12 kPa, 直流驱动模式下的微小等离子体反应器的电学和光谱特性进行了测试。实验结果表明, 放电电流随着放电电压的增加而近似线性递增, 放电电流由5 kPa时的2.1~2.82 μA 递增至12 kPa时的3.6~4.2 μA , 表明所产生的微小等离子体处于异常辉光放电模态。当器件特征尺寸由150 μm 减小至30 μm 时, 微小等离子体发射光谱中氟原子特征谱线(703.7 nm)峰值增大了约56%, 表明微小等离子体的浓度随尺度缩小而增强。实验结果表明, 设计的微小等离子体反应器基本满足扫描刻蚀加工所需的高浓度等离子体源的性能要求。

关键词: 微小等离子体反应器; 扫描刻蚀加工; 伏安特性; 发射光谱

中图分类号: TN305; TN136 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20122004.0811

Machining and functional testing of microplasma reactors

WANG Hai*, XIA Xiao-pin, ZHOU Rong-di

(Anhui Key Laboratory of Advanced Numerical Control & Servo Technology, School of Mechanical and Automotive Engineering, Anhui Polytechnic University, Wuhu 241000, China)

* Corresponding author, E-mail: wanghai@ahpu.edu.cn

Abstract: A scanning plasma etching system based on parallel probe actuation was developed to realize micro- and nano-scale etching. The electrical and optical emission spectra of a micro plasma reactor which was a key device in the system were measured to explore the characteristics of the plasma in the reactor. First, a metal-dielectric-metal structure microplasma reactor with an inverted pyramidal hollow cathode was fabricated based on Micro-electric-mechanic System (MEMS) technology. Then, a testing system was set up to measure the $V-I$ curve and optical emission spectra of the microplasma generated at a SF_6 gas pressure of 5–12 kPa and driven by a DC mode. Experimental result shows that the discharge current is increased in linearity with the discharge voltage. When the gas pressure increases from 5 kPa to 12 kPa, the discharge current is increased from 2.1~2.82 μA to 3.6~4.2 μA , which means that the microplasma is at an abnormal discharge mode. When the feature size of the

收稿日期: 2011-11-10; 修订日期: 2011-12-15.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(No. 50605061); 安徽高校省级科学研究项目资助项目(No. KJ2012A033); 安徽工程大学科研启动基金资助项目(No. 2006yqq001)

reactor decreases from 150 μm to 30 μm , the characteristic line of fluorine(703.7 nm) is increased about 56%, which demonstrates that the plasma density is increased with reducing device sizes. The measurement result of electrical and optical emission spectra of microplasma indicates that the microplasma reactor is suitable for the scanning plasma etching of silicon.

Key words: microplasma reactor; scanning plasma etching; V-I curve; emission spectrum

1 引言

目前,微纳米器件特征尺寸逐步向纳米尺度递进,传统的光刻技术由于受到光学衍射效应的局限将很快到达极限,难以满足未来纳米器件的加工和制造精度。刻蚀工艺是微纳米器件的关键工艺步骤,其加工质量和加工精度直接关系到微纳米器件的品质。等离子体刻蚀具有刻蚀速率高、材料选择比大等特征,因此已广泛应用于微纳米器件的刻蚀加工中^[1]。由于传统的等离子体反应器所产生的等离子体作用在整个晶片上,所以在刻蚀加工前必须使用昂贵的掩模工艺过程,从而导致加工周期长,成本高昂。另一方面,微小等离子体由于具备尺度小、功耗低、密度高、低温非平衡以及可在较高气压和大气压下工作等优点,应用前景巨大,正受到国内外学者们的广泛关注^[2]。微等离子体是一种尺度小于 1 mm 的低温、非均衡的等离子体。产生于微型空腔内的微小等离子体最早在上世纪 90 年代由 Schoenbach 提出^[3],其基本思想是基于低温等离子体的 PD(压力 \times 距离)尺度效应。当直流等离子体的工作气压上升至几千帕到一标准大气压时,等离子体的特征尺度将减小至几百微米乃至几十微米,即微小等离子体。目前微等离子体技术被广泛应用在光学照明、氢气产生和微纳米加工技术^[4](如表面图形化和薄膜淀积)、生物医学^[5]等领域。由于微等离子体的微型化,使其具备一些常规宏观尺度等离子体所不具备的特性,如:可在大气压下产生稳定的辉光放电,其内的电子密度可高达 10^{-15} cm^{-3} ,能量密度可达 $10^4 \sim 10^6 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-3}$ ^[2]。将微小等离子体应用于刻蚀加工,因其可在较高气压下工作,降低了对真空度维持系统的要求,简化了系统配置;另外,其能量密度比常规等离子体要高一至两个数量级以上,使器件的刻蚀加工效率显

著提高;其次,由于微小等离子体的特征尺寸通常在几十微米和几百微米之间,为无掩模刻蚀加工的实现提供了可能。将微小等离子体作为一种新的等离子体源用于材料的无掩模刻蚀,也越来越多地得到各国学者的广泛关注。目前国内外大多数学者都是采用微等离子体射流(microplasma jet)装置来实现对硅基片^[6]和有机材料的无掩模局域刻蚀^[7]。也有部分学者采用了在硅基片上沉积微结构电极放电装置^[8],来实现局域化高速硅刻蚀,但电极材料是一次性的,不可重复使用。现有的基于微小等离子体的刻蚀技术的分辨率都取决于微喷嘴或微结构电极的几何尺寸,因而加工精度不高(通常在几十至几百微米之间),不能满足高精度微纳米尺度器件的加工要求。另一方面,包括扫描隧道显微镜、原子力显微镜等在内的扫描探针加工技术,具有加工分辨率可达纳米量级,设备简单,加工成本低等优点,是一种具有广阔应用前景的纳米加工技术^[9]。但现有的扫描探针加工技术存在加工效率低、被加工图形的深度不足(仅有几纳米至数十纳米)等问题。

本文将扫描探针技术和微小等离子体刻蚀加工的优势结合起来,提出了基于并行探针驱动的扫描刻蚀加工系统,并重点研究了其中的核心器件——微小等离子体反应器。首先,基于微机电系统(MEMS)工艺,制备了含有倒金字塔空心阴极结构的反应器原型器件,并搭建了等离子体性能测试系统,测量了微小等离子体的电学性能和发射光谱。实验验证了微小等离子体反应器中所产生的等离子体具有高浓度,局域化等特点,可以满足扫描刻蚀加工的基本要求。

2 扫描刻蚀加工系统

为了实现纳米尺度无掩模刻蚀加工,本文提出一种基于并行探针驱动的扫描刻蚀加工系统

(图 1)^[10]。该系统主要由微小等离子体反应器、含有纳米尺度微孔的空心针尖及 PZT 压电陶瓷驱动的悬臂梁构成。在该特种探针上,空心针尖集成在微小等离子体反应器的倒金字塔形空心阴极的底部,微小等离子体反应器则集成在悬臂梁的端部。其工作原理为:将整个系统放置于真空腔中,首先进行抽气使腔内本底真空度达到 $10^{-3} \sim 10^{-4}$ Pa;然后再充入刻蚀加工用反应气体,控制腔内气压在几千帕至几十千帕之间;最后通过外部稳压电源在微小等离子体反应器的上下电极间加载直流驱动电压。

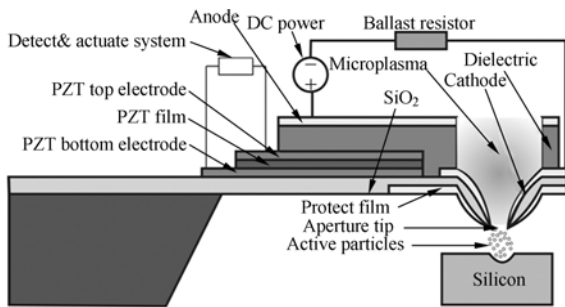


图 1 扫描等离子刻蚀系统的结构示意图

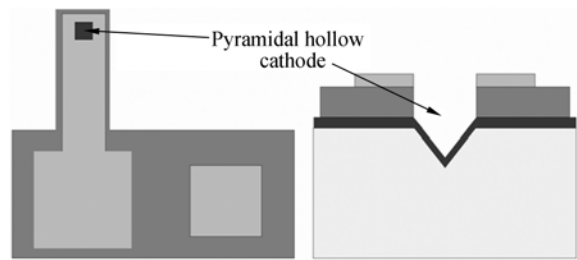
Fig.1 Structure of scanning plasma etching system

当电压达到气体的击穿电压后,反应器空心阴极内部的反应气体即在电场的作用下电离,并产生稳定的辉光放电。在空心阴极内部产生的微小等离子体中含有较高浓度的正离子和中性的反应性粒子(如用于硅刻蚀的 F 原子),且主要集中在空心阴极空心底部微喷嘴的上部区域内^[11]。在探针针尖和硅基底之间加载偏置电场(针尖为阳极、硅基底为阴极),在微喷嘴上部附近的正离子则在该电场的作用下加速,向基底方向移动,同时由于空心阴极内部的气体压力较高,正离子和中性反应粒子之间存在大量的分子间碰撞。在导引电场的作用下,微喷嘴附近区域的正离子产生向下的定向运动,同时将其部分能量通过碰撞传递给中性反应粒子,使其向硅基底运动,喷射至待加工的样品表面,从而实现微纳米尺度的扫描刻蚀加工。

3 微小等离子体反应器的制作

微小等离子体反应器是扫描刻蚀加工系统中

的关键器件,其内产生的微小等离子体参数的诊断和调控是实现扫描刻蚀加工系统的关键。



(a)微小等离子体反应器结构示意图 (b)倒金字塔结构空心阴极截面图
(a) Configuration of microplasma reactor (b) Cross section of inverted pyramidal hollow cathode structure

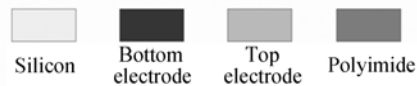


图 2 倒金字塔结构微小等离子体反应器

Fig.2 Structure of microplasma reactor for diagnostic

为了研究反应器的特性,设计了如图 2 所示的原型器件。该倒金字塔结构的反应器主要包括金属、绝缘层、金属 3 层结构,其特征尺寸为 $30 \sim 150 \mu\text{m}$,槽深约为 $21 \sim 70 \mu\text{m}$ 。微放电器电极金属选择 Ni,厚度为 200 nm 。绝缘层材料选择具有优越绝缘性能、机械性能和热稳定性的聚酰亚胺 ZKPI-305,厚度为 $10 \mu\text{m}$ 。基片选择 $\langle 100 \rangle$ 晶向的硅片。

图 3 是倒金字塔形微小等离子体反应器的加工工艺总流程,首先将 100 晶向的硅片双面氧化获得 $1.2 \mu\text{m}$ 厚的 SiO_2 ,在正面光刻图形化获得窗口,用反应离子刻蚀法(RIE)刻蚀 SiO_2 ,获得倒金字塔刻蚀掩模;接着用 KOH 湿法刻蚀获得倒金字塔槽,并用氢氟酸去掉 SiO_2 。然后利用双面氧化得到 SiO_2 层,在正面 SiO_2 薄膜上利用磁控溅射阴极 Ni 并对其图形化,然后涂覆一层聚酰亚胺(ZKPI-305)并对其固化,随后采用图像反转法剥离工艺实现 PI 刻蚀 Ni 掩模图形化,再用 RIE 法刻蚀 PI,接着将 Ni 掩模图形化形成上电极。

经过上述加工工艺流程,最终获得微小等离子体测试器件的光学显微图片如图 4 所示。

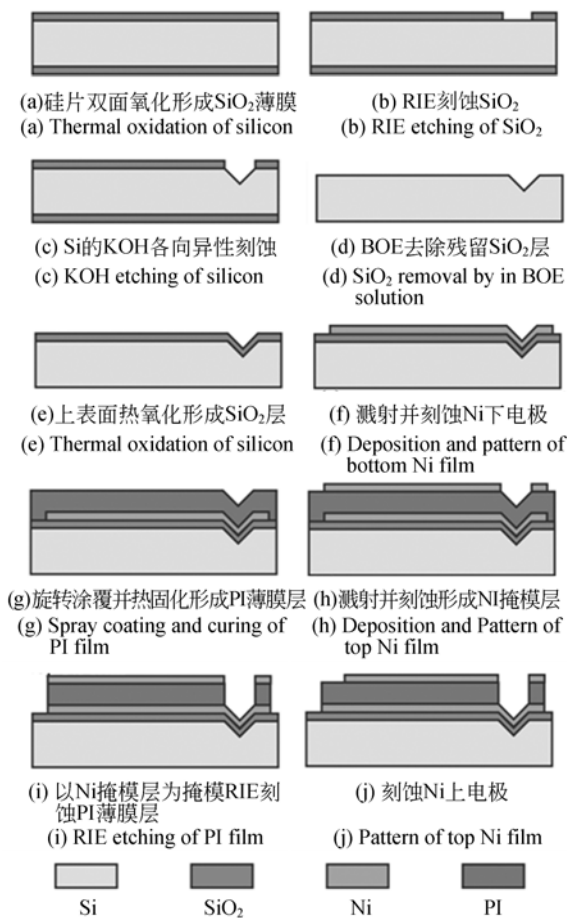


图 3 微小等离子体反应器加工工艺

Fig. 3 Fabrication flow of microplasma reactor

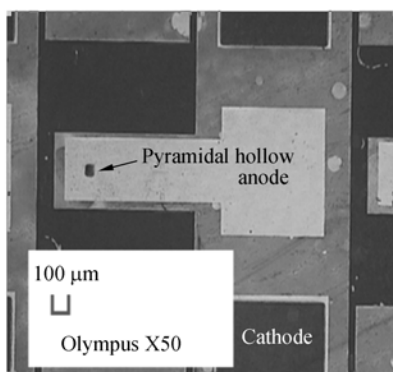


图 4 加工后的微小等离子体反应器光学显微图像

Fig. 4 Optical microscope image of microplasma reactor device after fabrication

4 微小等离子体反应器性能测试

微小等离子体反应器中产生的反应等离子体尺度在几十微米至几百微米之间,因此不适合用

朗缪尔探针的手段直接测量等离子体参数。微小等离子体在产生过程中,会伴随有辉光放电,因此通过测量其发射光谱可以间接测量等离子体参数的变化规律。为此搭建了一套等离子体诊断测试系统用来测量微小等离子体反应器中产生的微小等离子体。该等离子体诊断系统主要包括电学性能测试模块和光学发射光谱测试模块。不同于文献[12-14]中的等离子体诊断系统,本系统中,微小等离子体的电学性能和光谱特性可以同时获取。

如图 5 所示,该系统可以用于测量微等离子体的 $V-I$ 曲线和发射光谱。2 个主要部分为 $V-I$ 曲线测试模块和发射光谱测试模块。

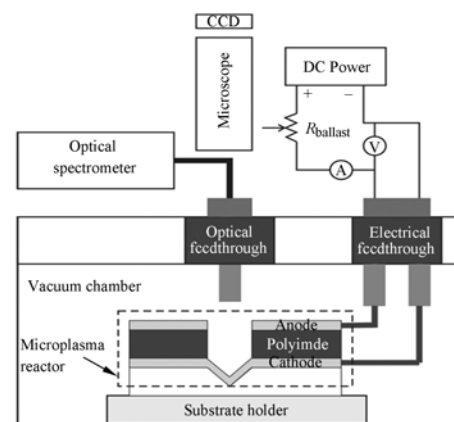


图 5 微小等离子体诊断系统示意图

Fig. 5 Schematic of microplasma diagnostic system

系统采用直流放电模式,使用直流稳压电源($0\sim 1\text{ kV}$ 、 $0\sim 100\text{ mA}$)供电。在电源和光谱仪之间串联一个阻值为 $400\text{ k}\Omega$ 的限流电阻,串联一个电流表测量电路中的放电电流,再并联一个电压表测量放电电压。从微等离子体反应器的倒金字塔结构阴极所发射出来的光谱,通过石英光纤耦合到标准 SMA-905 光纤接口再传输给光谱仪 AQ 6317C(Ando 公司),然后就可以获得微等离子体的发射光谱。为了观察微等离子体反应器的运行状况,在观察窗上放置一台带有 CCD 摄像机的显微镜。

测试过程如下:搭好实验系统后,将真空腔内真空度控制在低于 10^{-3} Pa 。然后关闭真空泵,往腔内充 SF_6 气体,充气至压力为 $5\sim 12\text{ kPa}$ 。然后,在微小等离子体反应器的电极两端加载电压。随着外加电压的增加,同时记录电压表和电流表的读数。当测试系统产生微等离子体时,通过显微镜观察放电时产生的辉光放电区域,并利用器

件上部的光纤将辉光放电的发射光谱传送给光谱仪进行分析。

5 实验结果与分析

图 7 中亮点是微小等离子体反应器装置空心倒金字塔结构器件放电时的 CCD 图片。器件的尺寸为 50 μm,工作气压为 5 kPa,电压为 450 V。在空心阴极区域可以观察到一个明显的辉光放电区域。

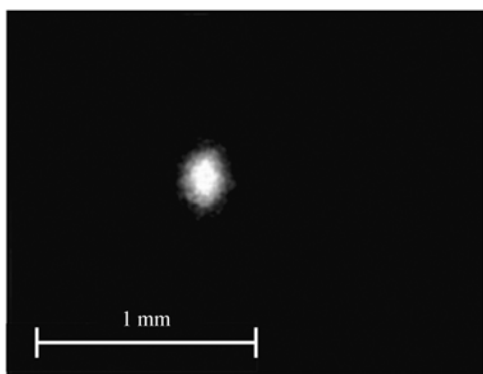


图 6 微小等离子体反应器放电

Fig. 6 Photo of microplasma light spot

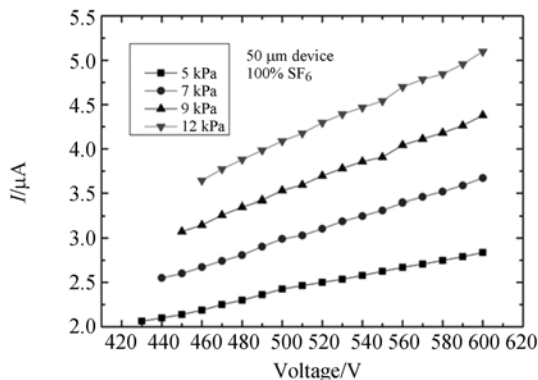


图 7 50 μm 特征尺寸反应器在不同气压下的伏安特性曲线

Fig. 7 V-I curve of microplasma generated in 50 μm reactor at different pressures

图 7 所示的是微小放电器件尺寸为 50 μm,在 4 种不同气压下的 V-I 特性曲线。当放电气压为 5 kPa 时,放电电流在 2.1~2.82 μA 间变化,放电电流随着放电电压增大而增大。当放电气压为 7 kPa 时,放电电流在 2.5~3.7 μA 间变化。当放电气压为 9 kPa 时,放电电流在 3.1~4.4 μA 间变化。当放电气压为 12 kPa 时,放电电流在 3.6~5.2 μA 间变化。放电电流随着放电电

压的增加而增加,即微等离子体处于异常辉光放电模式。此外,在同一放电电压下,放电电流随气压增大而增大,即较高气压下能获得更高的等离子体密度。因此,在今后的等离子体刻蚀扫描实验中,气压可以作为调控刻蚀速率的一个主要参数。

图 8 所示为微小等离子体反应器的 SF6 放电发射光谱,在电压为 450 V,气压为 7 kPa,波长为 680~730 nm,器件尺寸为 30~150 μm 的情况下,氟原子的特征谱线波长分别为:683.4,685.6,687.0,690.3,696,703.7,712.8 nm。

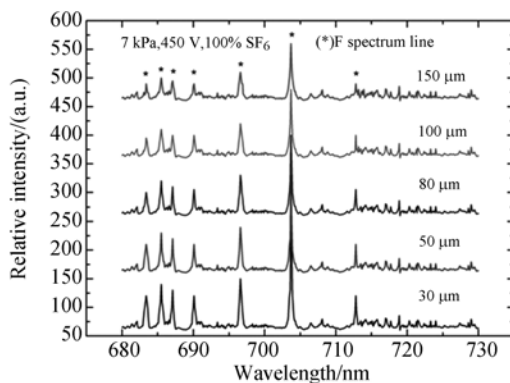


图 8 器件尺寸为 30~150 μm 的微小等离子体反应器的发射光谱图(气体:SF6,气压:7 kPa,电压:450 V)

Fig. 8 Optical emission spectra of microplasma in pure SF6. (with size of 30-150 μm, applied voltage of 450 V and discharge at 7 kV)

如图 9 所示,在 703.7 nm 的氟原子的特征谱线附近,当器件尺寸由 30 μm 增大到 150 μm 时,

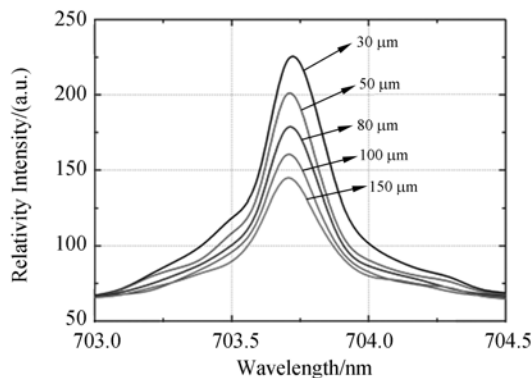


图 9 器件尺寸为 30~150 μm 的微小等离子体反应器在 F 特征光谱处(703.7 nm)的发射光谱图

Fig. 9 Optical emission spectra of F line (703.7 nm) of microplasma reactor with 30-150 μm opening

谱线峰值强度降低了约 56%。随着微小等离子体反应器的特征尺寸的缩小,其空心阴极内部的局域化电场强度提高,因此激发后产生的微小等离子体的功率密度增大,所产生的活性粒子的浓度也相应增加。

6 结 论

本文利用 MEMS 加工工艺制备出了用于扫描刻蚀加工用微小等离子体反应器的原型器件,并设计了等离子体诊断系统,用于测量微小等离

子体反应器的电学性能和发射光谱特性。

实验结果表明,该微小等离子体反应器可在气压为 5~12 kPa 的 SF₆ 气体氛围下产生稳定的辉光放电。该等离子体的 V-I 曲线显示放电处于异常辉光放电模态。其发射光谱在原子 F 的特征谱线上具有明显的峰值,显示激发产生的等离子体具有较高浓度,可以满足后续扫描刻蚀加工对等离子体浓度的基本要求。微小等离子体反应器在实际微纳米器件的刻蚀加工实验将在后续研究中进行。

参考文献:

- [1] 任延同. 离子刻蚀技术现状与未来发展[J]. 光学精密工程, 1998, 6(2): 7-14.
REN Y T. Presence and future developing tendency of ion-etching technology [J]. *Opt. Precision Eng.*, 1998, 6(2): 7-14. (in Chinese)
- [2] BECKER K H, SCHOENBACH K H, EDEN J G. Microplasmas and applications [J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2007, 39(3): 55-70.
- [3] SCHOENBACH K H, VERHAPPEN R, TESSNOW T, et al.. Microhollow cathode discharges [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1996, 68(1): 13-15.
- [4] 张巨帆, 王波, 董申. 大气等离子体抛光技术在超光滑硅表面加工中的应用 [J]. 光学精密工程, 2007, 15(11): 1749-1755.
ZHANG J F, WANG B, DONG SH. Application of atmospheric pressure plasma polishing method in machining of silicon ultra-smooth surface [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(11): 1749-1755. (in Chinese)
- [5] FELIPE I, GON J K, SEUNG M L, et al.. Microplasmas: sources, particle kinetics, and biomedical applications [J]. *Plasma Process. Polym.* 2008, 5: 322-344.
- [6] YOSHIKI H, IKEDA K, WAKAKI A, et al.. Localized plasma processing of materials using atmospheric-pressure microplasma jets [J]. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 2003, 42: 4000-4003.
- [7] YOSHIKI H. Localized etching of an insulator film coated on a copper wire using an atmospheric-pressure microplasma jet [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2007, 78(4): 3510.
- [8] SANKARAN R M, GIAPIS K P. Maskless etching of silicon using patterned microdischarges [J]. *Applied Physics Letters*, 2001, 79(5): 593-595.
- [9] LIU CH. Parallel scanning probe arrays: their applications [J]. *Materials Today*, 2008, 11: 22-29.
- [10] 王海. 基于并行探针驱动的扫描等离子体加工技术的研究 [D]. 中国科学技术大学, 2005.
WANG H. *Research of scanning plasma etching based on parallel probe actuation* [D]. University of Science and Technology of China, 2005. (in Chinese)
- [11] 王海, 童云华, 文莉. 微小等离子体反应器的导出机理研究 [J]. 核聚变和等离子体物理, 2011, 31(1): 91-96.
WANG H, TONG Y H, WEN L. Research of extraction mechanism for microplasma reactor [J]. *Nuclear Fusion and Plasma Physics*, 2011, 31(1): 91-96. (in Chinese)
- [12] BENEDIKT J, HOFMANN S, KNAKE N, et al.. Phase resolved optical emission spectroscopy of coaxial microplasma jet operated with He and Ar [J]. *Eur. Phys. J. D*, 2010, 60(3): 539-546.
- [13] READLE J D, TOBIN K E, KIM K S, et al.. Flexible lightweight arrays of microcavity plasma devices: control of cavity geometry in thin substrates [J]. *IEEE Trans. Plasma Sci.*, 2009, 37(6): 1045-1054.
- [14] 王洪建, 肖沙里, 施军, 等. 激光等离子体 X 射线极化光谱研究 [J]. 光学精密工程, 2008, 16(5): 822-826.

WANG H J, XIAO SH L, SHI J, *et al.*. X-ray polarization spectroscopy in laser-produced plasmas

[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2008, 16(5):822-826. (in Chinese)

作者简介:



王海(1976—),男,安徽马鞍山人,博士,副教授,硕士生导师,2005年于中国科学技术大学获得博士学位,主要从事微纳米加工技术领域的研究。E-mail: wanghai.20000@163.com



周荣荻(1982—),男,安徽合肥人,硕士研究生,2004年于铜陵学院获得学士学位,主要从事微纳米测控技术等方面的研究。E-mail: zhourd@163.com



夏小品(1987—),女,安徽安庆人,硕士研究生,2011年于合肥学院获得学士学位,主要从事微纳米加工工艺的研究。E-mail: 573237467@qq.com

(本栏目编辑:马 健)

●下期预告

CCD 辐射响应函数矩阵的建立与应用

任建伟¹,张艳琪^{1,2},叶 钊^{1,2},全先荣^{1,2}

(1. 中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所,吉林 长春 130033;

2. 中国科学院 研究生院,北京 100039)

CCD(Charge Coupled Device)作为一个从光学图像到电学图像的转换器件集,其辐射响应性能参数与成像质量密切相关。为直观实现对面阵 CCD 的辐射性能评价,本文提出利用“辐射响应函数矩阵”的概念和方法,表述 CCD 每个像元的辐射性能参量。首先,分析该矩阵各元素的物理意义,提出对 CCD 每个像元的绝对辐射响应度、响应非线性度、暗噪声、信噪比以及非均匀性的描述方法。其次,对面阵 CCD KAI-16000 进行辐射性能检测,并利用回归分析计算出各像元的响应系数。最后,以测试结果为例,讨论和描述该矩阵的应用和结果。实验结果表明:该 CCD 近似成线性响应,通过矩阵函数可以计算出 CCD 非均匀性为 3.1%,暗噪声为 3.84。此方法实用,满足对大格式 CCD 的直观表述。