

# 确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法

申请号：[201310251594.9](#)

申请日：2013-06-24

申请(专利权)人 [中国科学院长春光学精密机械与物理研究所](#)

地址 [130033 吉林省长春市东南湖大路3888号](#)

发明(设计)人 [焦庆斌](#) [谭鑫](#) [巴音贺希格](#) [齐向东](#)

主分类号 [G01N30/02\(2006.01\)I](#)

分类号 [G01N30/02\(2006.01\)I](#)

公开(公告)号 [103344716A](#)

公开(公告)日 [2013-10-09](#)

专利代理机构 [长春菁华专利商标代理事务所 22210](#)

代理人 [王丹阳](#)



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103344716 B

(45) 授权公告日 2014. 11. 19

(21) 申请号 201310251594. 9

审查员 陈慧慧

(22) 申请日 2013. 06. 24

(73) 专利权人 中国科学院长春光学精密机械与  
物理研究所

地址 130033 吉林省长春市东南湖大路  
3888 号

(72) 发明人 焦庆斌 谭鑫 巴音贺希格  
齐向东

(74) 专利代理机构 长春菁华专利商标代理事务  
所 22210

代理人 王丹阳

(51) Int. Cl.

G01N 30/02 (2006. 01)

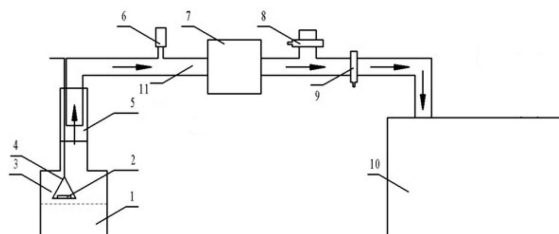
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

### (54) 发明名称

确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀  
截止点的方法

### (57) 摘要

确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,属于光谱技术领域,解决了现有技术确定单晶硅湿法刻蚀刻蚀截止点重复性差、精度低的问题。本发明的方法包括以下步骤:(1) 构建一套包括单晶硅湿法刻蚀反应以及检测痕量氢气的装置;(2) 在反应未开始时通过机械泵对装置抽真空,通过真空规及真空计测量氢气输送管内的真空度;(3) 真空度达到 10Pa 以下时开始反应,通过机械泵将反应生成的氢气抽至痕量氢气检测装置,得到痕量氢气检测装置中氢气总量的原子吸收光谱峰值随反应时间的关系曲线;(4) 当关系曲线的变化趋缓时任意时刻停止反应过程,此时即为刻蚀截止点。本发明能够精确确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅的刻蚀截止点。



1. 确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤一、配置一套单晶硅湿法刻蚀反应装置:氢气输送管(11)的两端分别连接痕量氢气检测装置(10)和冷凝管(5)的一端,冷凝管(5)的另一端连接反应容器(3),氢气输送管(11)上依次设有真空规及真空计(6)、机械泵(7)、第一电磁阀(8)和第二电磁阀(9),吊篮(4)悬于反应容器(3)内,反应容器(3)内装有刻蚀液(1),吊篮(4)内装有带有掩模层的单晶硅(2),所述的带有掩模层的单晶硅(2)悬于刻蚀液(1)液面之上,所述的吊篮(4)为耐碱腐蚀材料制作的容器;

步骤二、关闭第二电磁阀(9),开启第一电磁阀(8),通过机械泵(7)对反应容器(3)抽真空,通过真空规及真空计(6)测量并读取氢气输送管(11)内的真空度;

步骤三、当氢气输送管(11)内的真空度达到10Pa以下,开启第二电磁阀(9),关闭第一电磁阀(8),通过吊篮(4)将带有掩模层的单晶硅置于刻蚀液(1)之中,开始反应,同时通过机械泵(7)将反应生成的氢气抽至痕量氢气检测装置(10)中,得到痕量氢气检测装置(10)中氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线;

步骤四、当氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线变化趋缓时任意时刻停止反应过程,此时即为刻蚀截止点。

2. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的氢气输送管(11)的材料为聚氯乙烯。

3. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的反应容器(3)的材料为石英玻璃。

4. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的冷凝管(5)为蛇形冷凝管。

5. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的痕量氢气检测装置(10)包括气相色谱-原子吸收光谱联用氢气分析仪。

6. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的机械泵(7)为真空泵。

7. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的第一电磁阀(8)和第二电磁阀(9)均为手动电磁阀。

8. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的耐碱腐蚀材料为铂。

9. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的刻蚀液(1)为质量分数为20%的KOH溶液。

10. 根据权利要求1所述的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,其特征在于,所述的刻蚀截止点为氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线出现拐点时的 $\pm 5s$ 处。

## 确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,属于光谱技术领域。

### 背景技术

[0002] 中阶梯光栅是一种用于高衍射角以及高光谱衍射级次的闪耀光栅,因其具有高色散、高分辨率等特性,故其对光栅槽型的精度要求极高,所以要保证中阶梯光栅制作中刻蚀截止点的准确性。

[0003] 现有技术中,闪耀光栅的制作方法主要有全息离子束闪耀刻蚀和单晶硅湿法刻蚀,小闪耀角、高刻线密度的闪耀光栅主要采用全息离子束闪耀刻蚀制作,在刻蚀过程中,为获得高质量的光栅掩模,通常引入实时监测装置对光栅正一级衍射效率进行检测,当衍射效率曲线达到最高峰值时停止对光栅的刻蚀,此时获得的光栅槽型即为最佳刻蚀槽型,而这一时刻则称为刻蚀截止点;中阶梯光栅主要采用单晶硅湿法刻蚀制作,在刻蚀过程中,引入光栅衍射效率实时监测装置虽在原理上成立,但由于单晶硅与碱性刻蚀液反应时会随机产生大量氢气气泡,直接导致检测光接收器无法接收经光栅衍射后的激光,故实时监测装置无法应用于单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅的工艺中来。

[0004] 现有技术中,确定单晶硅湿法刻蚀中刻蚀截止点的方法主要是依赖时间控制法来粗略估计刻蚀截止点的范围,此方法由于需要进行大量实验反复估计刻蚀截止点,所以其重复性较差,精度较低。

### 发明内容

[0005] 为解决现有技术中单晶硅湿法刻蚀刻蚀截止点的确定重复性差,精度低的技术问题,本发明提供一种确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法。

[0006] 本发明确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,包括以下步骤:

[0007] 步骤一、配置一套单晶硅湿法刻蚀反应装置:氢气输送管的两端分别连接痕量氢气检测装置和冷凝管的一端,冷凝管的另一端连接反应容器,氢气输送管上依次设有真空规及真空计,机械泵,第一电磁阀和第二电磁阀,吊篮悬于反应容器内,反应容器内装有刻蚀液,吊篮内装有带有掩模层的单晶硅,所述的带有掩模层的单晶硅悬于刻蚀液液面之上,所述的吊篮为耐碱腐蚀材料制作的容器;

[0008] 步骤二、关闭第二电磁阀,开启第一电磁阀,通过机械泵对反应容器抽真空,通过真空规及真空计测量并读取氢气输送管内的真空度;

[0009] 步骤三、当氢气输送管内的真空度达到 10Pa 以下,开启第二电磁阀,关闭第一电磁阀,通过吊篮将带有掩模层的单晶硅置于刻蚀液之中,开始反应,同时通过机械泵将反应生成的氢气抽至痕量氢气检测装置中,得到痕量氢气检测装置中氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线;

- [0010] 步骤四、当氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线变化趋缓时任意时刻停止反应过程,此时即为刻蚀截止点。
- [0011] 优选的,所述的氢气输送管的材料为聚氯乙烯 (PVC)。
- [0012] 优选的,所述的反应容器的材料为石英玻璃。
- [0013] 优选的,所述的冷凝管为蛇形冷凝管。
- [0014] 优选的,所述的痕量氢气检测装置包括气相色谱-原子吸收光谱联用氢气分析仪。
- [0015] 优选的,所述的机械泵为真空泵。
- [0016] 优选的,所述的第一电磁阀和第二电磁阀均为手动电磁阀。
- [0017] 优选的,所述的耐碱腐蚀材料为铂 (Pt)。
- [0018] 优选的,所述的刻蚀液为质量分数为 20% 的 KOH 溶液。
- [0019] 优选的,所述的刻蚀截止点为氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线出现拐点时的  $\pm 5s$  处。
- [0020] 本发明的有益效果是:
- [0021] (1) 本发明通过痕量氢气检测装置对反应过程中产生的氢气的量的微小变化进行检测来确定刻蚀截止点,具体过程是置于吊篮中的带有掩模层的单晶硅与置于反应液中的刻蚀液发生反应,生成氢气,氢气经过痕量氢气检测装置处理后与氧化汞发生反应生成汞蒸气,通过原子吸收方法检测汞蒸气含量来间接得到氢气含量,再通过氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线寻找拐点,停止反应过程;
- [0022] (2) 本发明的方法能够精确的确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅过程中的刻蚀截止点,重复性强,并制作出高质量的中阶梯光栅。

## 附图说明

- [0023] 图 1 为本发明确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法采用的单晶硅湿法刻蚀反应装置的结构示意图;
- [0024] 图 2 为本发明确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法的氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线;
- [0025] 图 3 为本发明制作的中阶梯光栅槽型的电镜照片。
- [0026] 图中,1、刻蚀液,2、带有掩模层的单晶硅,3、反应容器,4、吊篮,5、冷凝管,6、真空规及真空计,7、机械泵,8、第一电磁阀,9、第二电磁阀,10、痕量氢气检测装置,11、氢气输送管。

## 具体实施方式

- [0027] 下面结合附图对本发明做进一步说明。
- [0028] 确定单晶硅湿法刻蚀制作中阶梯光栅中刻蚀截止点的方法,包括以下步骤:
- [0029] 步骤一、配置一套单晶硅湿法刻蚀反应装置,如图 1 所示,包括反应容器 3, Pt 吊篮 4, 冷凝管 5, 真空规及真空计 6, 机械泵 7, 第一电磁阀 8, 第二电磁阀 9, 痕量氢气检测装置 10, 氢气输送管 11, 氢气输送管 11 的两端分别连接痕量氢气检测装置 10 和冷凝管 5 的一端, 冷凝管 5 的另一端连接反应容器 3, 氢气输送管 11 上依次设有真空规及真空计 6, 机

械泵 7, 第一电磁阀 8 和第二电磁阀 9, Pt 吊篮 4 悬于反应容器 3 内, 反应容器 3 内装有质量分数为 20% 的刻蚀液 1, Pt 吊篮 4 内装有带有掩模层的单晶硅 2, 带有掩模层的单晶硅 2 悬于刻蚀液 1 液面之上; Pt 吊篮 4 控制带有掩模层的单晶硅 2 与刻蚀液 1 反应与否, 真空规及真空计 6 测量并读取氢气输送管 11 中真空情况, 当带有掩模层的单晶硅 2 与刻蚀液 1 未反应时, 机械泵 7 对反应容器 3 抽真空, 当带有掩模层的单晶硅 2 与刻蚀液 1 反应时, 机械泵 7 将反应产生的氢气抽至痕量氢气检测装置 10, 痕量氢气检测装置 10 测定氢气总量的原子吸收光谱峰值并得到氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线;

[0030] 其中, 真空规及真空计 6 采用型号为 zj-52T/15.5 的电阻规, 测量范围为  $10^5\text{Pa} \sim 0.1\text{Pa}$ ; 反应容器 3 由石英玻璃制作而成, 口径  $\Phi 29\text{mm}$ ; 刻蚀液 1 采用质量分数为 20% 的 KOH 溶液; 带有掩模层的单晶硅 2 采用已做好氧化层掩模的 (100) 单晶硅片; 第一电磁阀 8 和第二电磁阀 9 均采用手动电磁阀; 机械泵 7 采用真空泵; 氢气输送管 11 采用 PVC 管制作而成, 公称外径 16mm; 为防止 KOH 溶液蒸气以及水蒸气等杂质混入待测氢气中, 冷凝管 5 采用蛇形冷凝管, 内径  $\Phi 24\text{mm}$ ;

[0031] 步骤二、关闭第二电磁阀 9, 开启第一电磁阀 8, 通过机械泵 7 对反应容器 3 抽真空, 通过真空规及真空计 6 测量并读取氢气输送管 11 内的真空度;

[0032] 步骤三、当氢气输送管 11 内的真空度达到  $10\text{Pa}$  以下, 开启第二电磁阀 9, 关闭第一电磁阀 8, 通过 Pt 吊篮 4 将带有掩模层的单晶硅 2 置于刻蚀液 1 之中, 开始反应, 同时通过机械泵 7 将反应生成的氢气抽至痕量氢气检测装置 10 中, 得到痕量氢气检测装置 10 中氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线, 横坐标为反应时间, 纵坐标为氢气总量的原子吸收光谱峰值;

[0033] 步骤四、当氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线变化趋缓时, 即氢气总量的原子吸收光谱峰值随反应时间的变化趋缓时, 任意时刻停止反应过程, 此时即为刻蚀截止点。

[0034] 本发明所述的痕量氢气检测装置 10 是本领域公知技术, 能够实现痕量的氢气变化的检测, 主要通过测定氢气总量的原子吸收光谱, 由光谱峰值的变化反应氢气总量的变化, 一般主要包括气相色谱-原子吸收光谱联用氢气分析仪 (Takao Kawano, Naohiro Tsuboi, Hirotsugu Tsujii, Takahiko Sugiyama, Yamato Asakura, Tatsuhiko Uda. Stability test and improvement of hydrogen analyzer with trace reduction detector, Journal of chromatography A, 1023 (2004) 123-127), 本实施方式采用的气相色谱-原子吸收光谱联用氢气分析仪是由型号为 6890 的气相色谱仪和型号为 GFU-202 的原子吸收光谱仪组合而成。

[0035] 如图 2 所示, 在反应开始阶段, 氢气总量的原子吸收光谱峰值随反应时间的增加呈上升趋势, 当反应进行一段时间后, 氢气总量的原子吸收光谱峰值随反应时间的增加变化趋于平缓, 超过某一时刻后, 氢气总量的原子吸收光谱峰值将会持续随反应时间的增加而增加, 无其他变化趋势, 其中氢气总量的原子吸收光谱峰值随时间的变化由平缓变为增加的时刻称为拐点; 所以当氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线变化趋缓时即可在趋缓的任意时刻停止反应过程, 此时即为刻蚀过程中的刻蚀截止点, 一般刻蚀截止点为氢气总量的原子吸收光谱峰值与反应时间的关系曲线出现拐点时刻处的  $\pm 5\text{s}$ 。

[0036] 如图 3 所示, 采用本发明的刻蚀截止点制作的光栅槽型精确, 光栅槽型电镜照片

由型号为 6700F 的电镜测试。

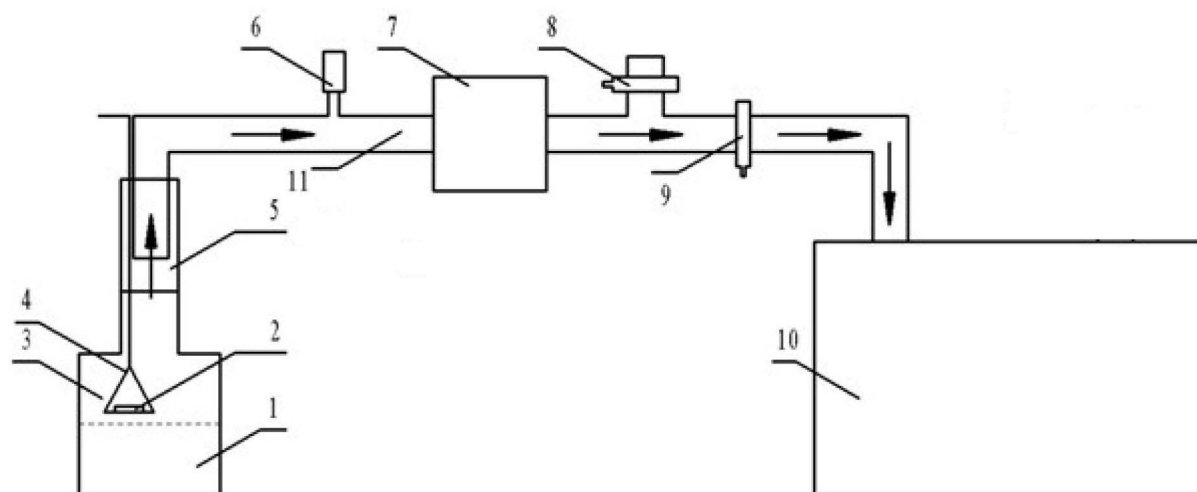


图 1

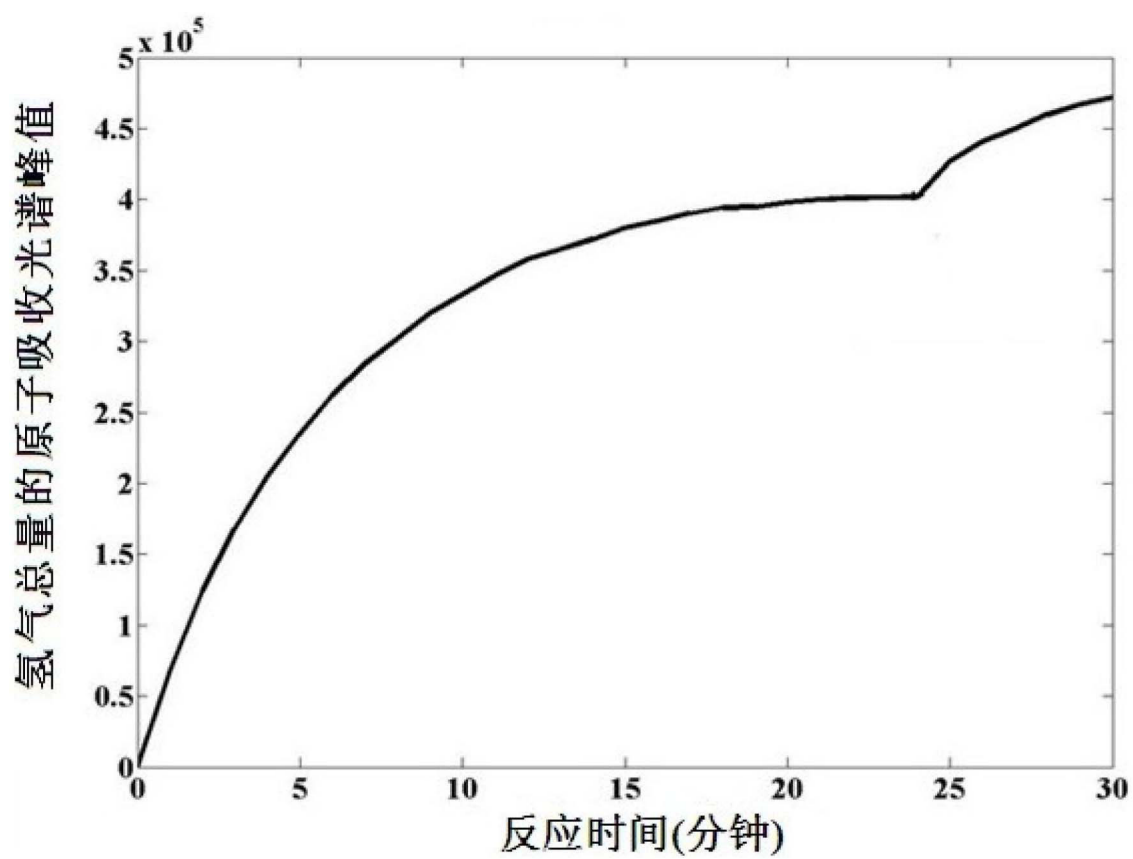


图 2



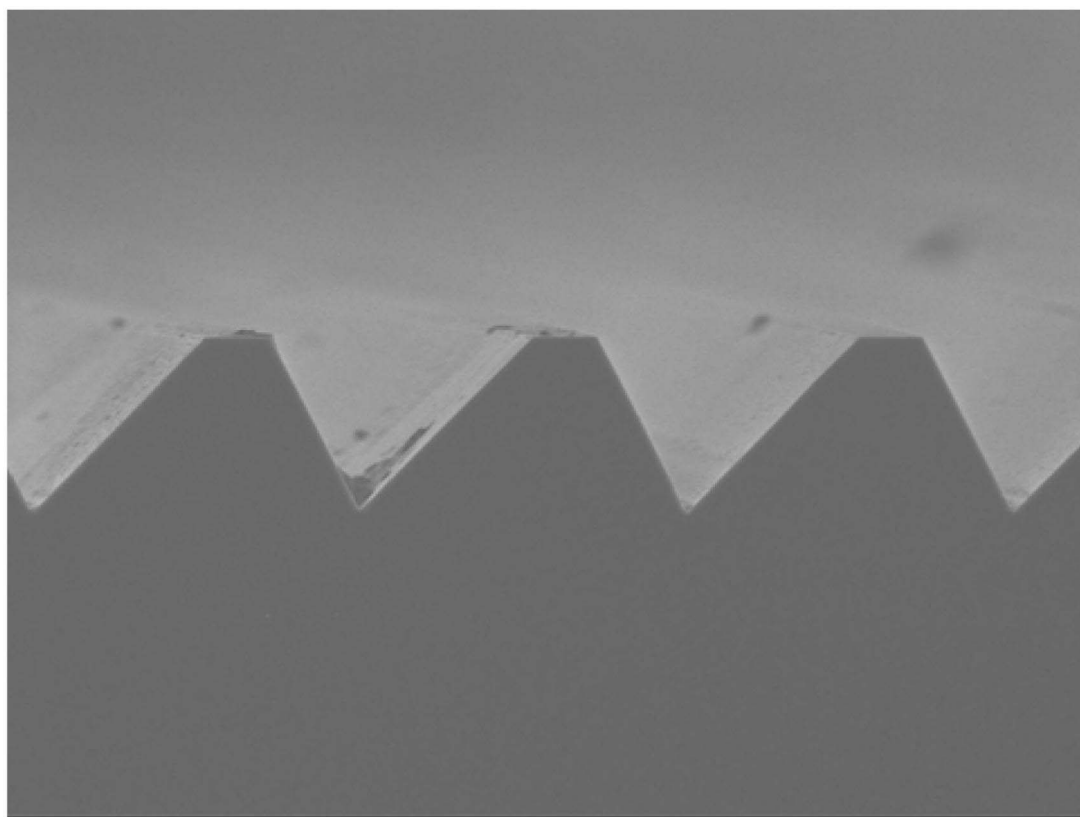


图 3