

ИССЛЕДОВАНИЕ ТРАВЛЕННОЙ В РАСТВОРЕ ГИДРОКСИДА КАЛИЯ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ

В. Е. ПАУТКИН, Ф. А. АБДУЛЛИН, И. Р. ВЕРГАЗОВ, А. Е. МИШАНИН

АО „Научно-исследовательский институт физических измерений“, 440026, Пенза, Россия
E-mail: inercial@niifi.ru

Проведена экспериментальная оценка влияния глубины анизотропного травления кремния на шероховатость травленной поверхности в растворе гидроксида калия. Проводилось травление пластин кремния на различную глубину (30 и 180 мкм) с последующим измерением параметров шероховатости на оптическом профилографе-профилометре PF-60. Показано, что при этом способе травления меняются такие параметры шероховатости поверхности, как R_a , R_z , R_{max} . Для улучшения качества поверхности (снижения вышеуказанных параметров) применялось химическое полирование в изотропном травителе. Проведенные исследования имеют практическое значение для изготовления кремниевых структур микромеханических систем.

Ключевые слова: микромеханические датчики, анизотропное травление, шероховатость поверхности, химическая полировка, гидромеханические условия

Введение. Кремниевые микромеханические датчики — акселерометры, датчики угловой скорости, датчики давления — получили широкое распространение благодаря уникальным свойствам кремния как конструкционного материала: отсутствию механического гистерезиса, усталости, высокой прочности на растяжение и пр. При этом для получения необходимых конструктивных форм кремний может быть подвергнут обработке распространенными в микроэлектронике методами [1]. Это особенно важно при создании малогабаритных микромеханических датчиков, предназначенных для использования на борту космических аппаратов [2, 3].

Одним из самых распространенных методов формообразования чувствительных элементов датчиков является анизотропное травление кремния, характеризующееся доступностью метода, простотой реализации, отсутствием необходимости в дорогостоящем оборудовании [4—6]. Качество травленной поверхности кремния оказывает существенное влияние на параметры формируемых микроструктур, таких как адгезия напыленных слоев, прочность соединения элементов микроконструкций, сопротивление волноводов, оптические свойства [7—9]. Кроме того, с понижением шероховатости поверхностей облегчается очистка микроструктур от адсорбированных газов, паров и пыли.

Конструкция чувствительных элементов микромеханических МЭМС-датчиков, в особенности акселерометров и датчиков угловой скорости, предполагает формирование микроструктур с различной глубиной травления (многоуровневые 3D-структуры). В таких структурах каждый уровень имеет свое функциональное назначение, например соединение с другими деталями чувствительных элементов, металлизация и пр., поэтому исследование качества морфологии поверхности, подвергшейся травлению на различную глубину, является актуальной практической задачей [10—12].

Точность воспроизведения геометрических размеров (длины и ширины) упругих подвесов (элементов) микромеханических приборов зависит от точности изготовления фотошаблонов, совмещения элементов топологии, выполнения защитных покрытий при анизотропном травлении. В то же время качество поверхности формируемых упругих элементов зависит от предыстории исходных кремниевых пластин и операций технологического процесса

(шлифовки и полировки кремниевых пластин, глубокого анизотропного и плазмохимического травления).

Известно, что шероховатость поверхности оказывает влияние на эксплуатационные показатели, например на прочность детали. Разрушение детали, особенно при переменных нагрузках, объясняется концентрацией механических напряжений вследствие микронеровностей на ее поверхности. Чем меньше шероховатость, тем меньше возможность возникновения механических напряжений на поверхности детали и ее разрушения. Кроме того, различные микродефекты поверхности могут удерживать загрязнения и препятствовать очистке [13].

Для функционирования кремниевых МЭМС-приборов наибольшее значение имеют следующие параметры текстуры поверхности* [13].

1. R_a — среднее арифметическое отклонение профиля. От данного параметра зависят такие эксплуатационные свойства поверхности, как виброустойчивость, прочность соединения элементов конструкции, герметичность соединения.

2. R_z — высота неровностей профиля по десяти точкам, определяет те же характеристики поверхности, что и параметр R_a .

3. R_{max} — наибольшая высота профиля, характеризует такие параметры поверхности, как герметичность соединения и прочность конструкции при циклических нагрузках.

В настоящей работе исследовались исходные кремниевые пластины и профили микромеханических структур, полученные путем анизотропного травления на различную глубину. Схема сформированных профилей на рис. 1.

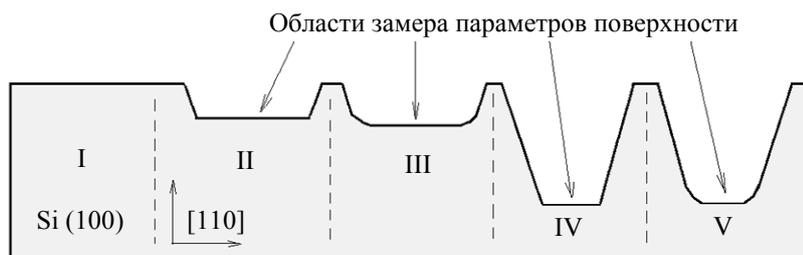


Рис. 1

Профили получены путем анизотропного травления (АТ) кремния в 25 %-ном растворе КОН по методу водяной бани при температуре 96—98 °С. Заготовка — полированные пластины ЭКЭС-0,01, ориентации (100), окна под травление ориентированы по кристаллографическим направлениям [110], толщина пластин 380 ± 10 мкм. Защитная маска при травлении представляла собой термически выращенный диоксид кремния. Пластины при травлении располагались вертикально. Режимы травления — концентрация и температура — были выбраны исходя из соотношений скоростей травления кремния и диоксида кремния при данных условиях, а также глубины травления. Выбор гидроксида калия обусловлен доступностью материала, нетоксичностью, а также тем фактором, что указанный раствор прозрачен: это позволяет визуально контролировать процесс травления. Различные добавки, улучшающие поверхность кремния при травлении, например изопропиловый спирт, в раствор КОН не добавлялись, так как при этом снижается скорость травления [14—16].

Размер окон под травление составлял 2×2 мм, что по порядку величин соответствует размерам кристаллов микромеханических датчиков, кроме того, такой размер окон позволял измерять глубину травления индикатором стрелочным 1 МИГ ГОСТ 9696-82. Скорость травления составляла 2,5—2,8 мкм/мин.

Полученные профили характеризуются следующим:

* ГОСТ Р ИСО 4287:1997. Геометрические характеристики изделий (GPS). Структура поверхности. Профильный метод. Термины, определения и параметры структуры поверхности.
ГОСТ 2789-73. Шероховатость поверхности. Термины и определения.

- участок I — исходная поверхность кремниевых пластин;
- участок II — углубление в пластине после АТ на глубину 30 мкм ($H_{\text{тр}}=30$ мкм);
- участок III — углубление после АТ на $H_{\text{тр}}=30$ мкм и химического полирования;
- участок IV — углубление после АТ на $H_{\text{тр}}=180$ мкм;
- участок V — углубление после АТ на $H_{\text{тр}}=180$ мкм и химического полирования.

Данные профили формировались последовательно путем анизотропного травления и химического полирования. Химическим полирующим раствором являлся изотропный травитель состава $\text{HNO}_3:\text{HF}:\text{CH}_3\text{COOH} = (2-4):(5-7):(11-15)$. Время химического полирования участков III и V — 1 мин, толщина удаляемого слоя кремния при этом 4—6 мкм.

После формирования профилей измерялись параметры текстуры поверхности (контролировались такие параметры, как R_a , R_z , R_{max}). На рис. 2 представлены примеры полученных профилограмм.

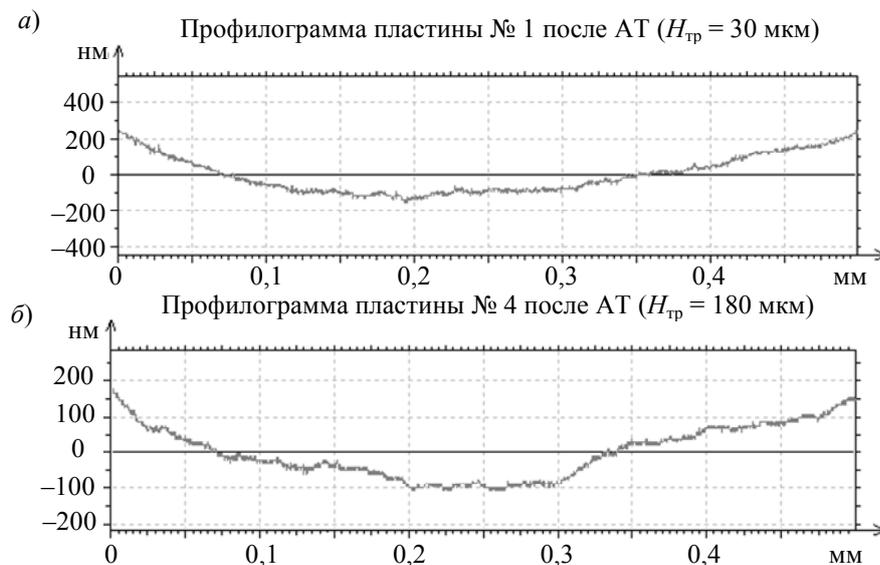


Рис. 2

Параметры поверхности измерялись профилометром *PF-60* (*Mitaka Kohki Co., Ltd*, Япония) с датчиком точной автофокусировки для измерения текстуры поверхности, с формированием по результатам измерений трехмерной топографии поверхности, согласно ГОСТ Р ИСО 4287:1997.

Измерения проводились в помещении, свободном от пыли, вибраций и прямых солнечных лучей, при температуре окружающей среды 21—24 °С, относительной влажности 50±10 % [17]. Измеряемая поверхность предварительно обдувалась сжатым воздухом.

Параметры профилометра

При проведении измерений задавались следующие параметры**:

- базовая длина 0,08 мм;
- длина оценки 0,4 мм;
- полная длина трассировки 0,5 мм;
- шаг (*pitch*) 0,2 мкм;
- 50 %-ный гауссов фазокорректированный фильтр.

На рис. 3 представлены зависимости параметров сформированных поверхностей от режимов формирования профилей.

Также построены графики изменения параметров поверхности сформированных профилей на каждом образце — пластине — в зависимости от этапа травления (рис. 4).

** ГОСТ 12.1.005-88. Требования к воздуху производственных помещений.

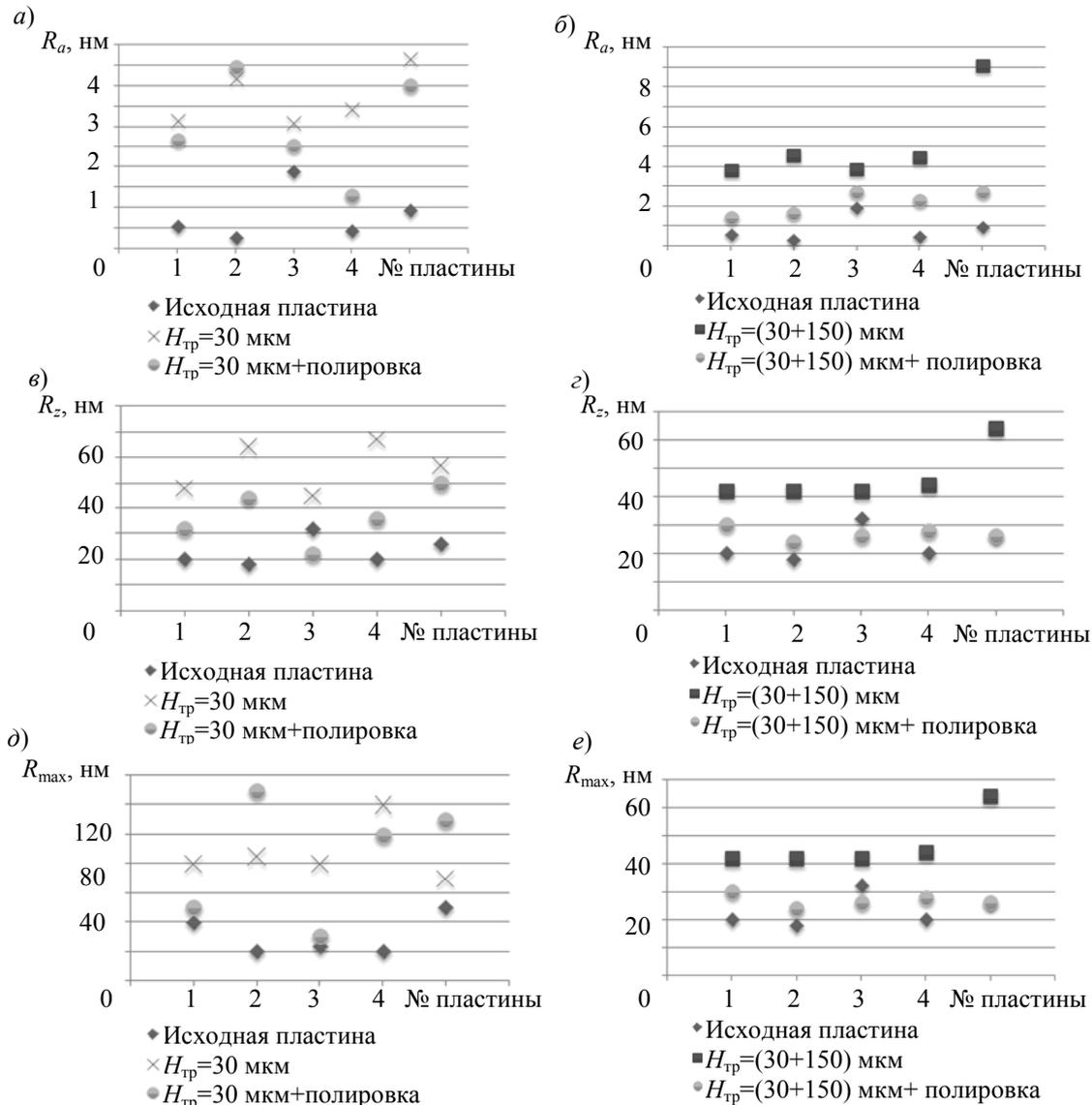


Рис. 3

Из данных рис. 3 и 4 видно, что среднее арифметическое отклонение профиля по пластинам увеличивается при анизотропном травлении исходной пластины на глубину 30, 180 мкм (рис. 3, а, б, рис. 4, а). Так, при $H_{тр}=30$ мкм среднее значение R_a составляет 3,69 нм. При травлении на 180 мкм значение $R_a = 5,16$ нм (на исходной пластине — 0,81 нм).

Высота неровностей профиля также увеличивается при травлении (рис. 3, в, г, рис. 4, б). При $H_{тр}=30$ мкм среднее значение R_z по пластинам составляет 56,2 нм (на исходных — 30,8 нм). При травлении на глубину до 180 мкм среднее значение R_z по пластинам составило 46,8 нм.

Аналогичные результаты получены для R_{max} : происходит увеличение параметра при травлении на глубину 30 мкм при снижении в случае $H_{тр}=180$ мкм (рис. 3, д, е, рис. 4, в). Объяснить этот эффект возможно тем, что при увеличении травления на глубину уменьшается площадь дна травления, из-за формирования сходящихся граней (111) образуются углубления пирамидальной формы, при этом изменяются гидромеханические условия травления. Однако данное предположение требует дальнейшей проработки.

Также, как видно из рис. 3, применение химического полирования уменьшает значение R_a , R_z , R_{max} после анизотропного травления на глубину 30, 180 мкм. Особенно ярко это проявилось при $H_{тр}=180$ мкм и химическом полировании (рис. 3, б, г, е), значения параметров R_a , R_z , R_{max} приблизились к значениям для исходных пластин. Увеличение параметра R_a для пластины

№ 2 после полирования (рис. 3, д) могло быть вызвано некорректно проведенным измерением.

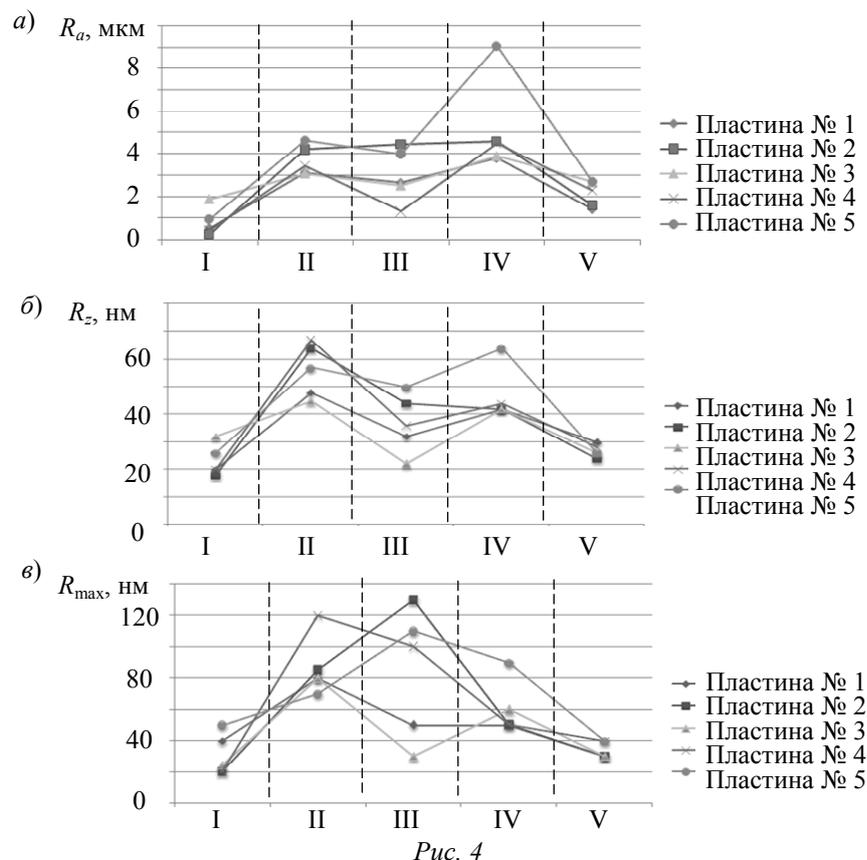


Рис. 4

Заключение. Проведена экспериментальная оценка влияния глубины анизотропного травления кремния на шероховатость травленной поверхности в 25 %-ном растворе гидроксида калия, не содержащего добавки для улучшения параметров поверхности, при температуре 96—98 °С.

Установлено, что в таких условиях при травлении на различную глубину меняются параметры шероховатости поверхности: R_a , R_z , R_{max} . Применение химического полирования позволяет снизить значения этих параметров и повысить качество формируемой поверхности, что может оказаться важным при создании кремниевых микромеханических датчиков.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Petersen K. E. Silicon as a Mechanical Material // Proc. of the IEEE. 1982. Vol. 70, N 5. P. 420—457.
2. Аванесов Г. А., Бессонов Р. В., Фориш А. А., Куделин М. И. Анализ современного состояния и перспектив развития приборов звездной ориентации семейства БОКЗ // Изв. вузов. Приборостроение. 2015. Т. 58, № 1. С. 3—13.
3. Афиногенов И. А., Конькин А. В., Эннс П. Б., Капустин А. Н. Электростатические реле на базе МЭМС-технологии // Изв. вузов. Приборостроение. 2011. Т. 54, № 4. С. 18—23.
4. Соколов Л. В., Парфенов Н. М. Технологические особенности формирования трехмерных МЭМС // Нано- и микросистемная техника. 2011. № 11. С. 19—26.
5. Пауткин В. Е., Аверин И. А. Особенности формирования микроэлектромеханических элементов первичных преобразователей информации // Изв. вузов. Поволжский регион. Технические науки. 2014. № 2(30). С. 24—32.
6. Han Lu, Hua Zhang, Mingliang Jin, Tao He, Guofu Zhou and Lingling Shui. Two-Layer Microstructures Fabricated by One-Step Anisotropic Wet Etching of Si in KOH Solution // Micromachines. 2016. Vol. 7. P. 19. DOI:10.3390/mi7020019

7. Пат. 2207658 РФ, МПК H01L 21/02, H01L 29. Способ изготовления микромеханического инерциального чувствительного элемента емкостного типа / Е. А. Мокров, Ю. А. Зеленцов, С. А. Козин, И. Г. Акимов, А. В. Федулов, Т. Г. Чистякова, Ю. С. Ануфриев. Заяв. №2001119005/28 от 09.07.2001. Опубл. 27.06.2003.
8. Tripathi C. C. et al. Development of low cost set up for anodic bonding and its characterization // Indian J. of Pure & Applied Physics. 2008. Vol. 46, October. P. 738—743.
9. Cianci E. et al. Silicon grisms fabricated by anisotropic wet etching and direct silicon bonding for high-resolution IR spectroscopy // Micromachining and Microfabrication Process Technology VII. Proc. SPIE. 2001. Vol. 4557. P. 201—209.
10. Пат. 2526789 РФ, МПК G01P15/08, G01P15/125. Чувствительный элемент интегрального акселерометра / В. Е. Пауткин, С. В. Прилуцкая. Заяв. 2013110978/28 от 12.03.2013. Опубл. 27.08.2014.
11. Wei Xu, Jie Yang, Guofen Xie, Bin Wang, Mingshan Qu, Xuguang Wang, Xianxue Liu, and Bin Tang. Design and Fabrication of a Slanted-Beam MEMS Accelerometer // Micromachines. 2017. N 8. P. 77. DOI:10.3390/mi8030077
12. Zhu Li, Wen Jie Wu, Pan Pan Zheng, Jin Quan Liu, Ji Fan, and Liang Cheng Tu. Novel Capacitive Sensing System Design of a Microelectromechanical Systems Accelerometer for Gravity Measurement Applications // Micromachines. 2016. N 7. P. 167. DOI: 10.3390/mi7090167
13. Федоренко В. А., Шошин А. И. Справочник по машиностроительному черчению / Под ред. Г. Н. Поповой. Л.: Машиностроение, 1981. 416 с.
14. Готра З. Ю. Технология микроэлектронных устройств: Справочник. М.: Радио и связь, 1991. 528 с.
15. Monteiro T. S., Kastytis P., Goncalves L. M., Minas G. and Cardoso S. Dynamic Wet Etching of Silicon through Isopropanol Alcohol Evaporation // Micromachines. 2015. N 6. P. 1534—1545. DOI:10.3390/mi6101437
16. Campbell S. A., Cooper K., Dixon L., Earwaker R., Port S. N., and Schiffrin D. J. Inhibition of pyramid formation in the etching of Si p(100) in aqueous potassium hydroxide-isopropanol // J. of Micromechanics and Microengineering. 1995. Vol. 5, N 3. DOI: 10.1088/0960-1317/5/3/002
17. Bressers P. M. M. C., Kelly J. J., Gardeniers J. C. E., Elwenspoek M. Surface Morphology of p-Type (100) Silicon Etched in Aqueous Alkaline Solution // J. of the Electrochemical Society. 1996. Vol. 143, N 5. P. 1744—1750.

Сведения об авторах

- Валерий Евгеньевич Пауткин** — канд. тех. наук; АО „НИИФИ“; главный специалист; E-mail: inercial@niifi.ru
- Фархад Анварович Абдуллин** — АО „НИИФИ“; инженер-конструктор; E-mail: farhad_58@mail.ru
- Ильяс Рашидович Вергазов** — АО „НИИФИ“; главный специалист; E-mail: inercial@niifi.ru
- Александр Евгеньевич Мишанин** — АО „НИИФИ“; ведущий инженер-технолог; E-mail: inercial@niifi.ru

Поступила в редакцию
06.03.18 г.

Ссылка для цитирования: Пауткин В. Е., Абдуллин Ф. А., Вергазов И. Р., Мишанин А. Е. Исследование травленной в растворе гидроксида калия поверхности кремния // Изв. вузов. Приборостроение. 2018. Т. 61, № 10. С. 915—921.

RESEARCH OF SILICON SURFACE ETCHED IN POTASSIUM HYDROXIDE SOLUTION

V. E. Pautkin, F. A. Abdullin, I. R. Vergazov, A. E. Mishanin

JSC Research Institute of Physical Measurements, 440026, Penza, Russia
E-mail: inercial@niifi.ru

The influence of the depth of anisotropic etching of silicon in KOH solution on the surface roughness is studied experimentally. Wire etching of silicon wafers at various depths was followed by measurement of roughness parameters with the PF-60 optical profilograph. It is shown that such parameters of surface roughness as Ra, Rz, Rmax vary with the depth. To improve the surface quality and reduce the above parameters, chemical polishing in an isotropic etchant was used. It is argued that the studies carried out have practical significance for the manufacture of silicon structures of micromechanical systems.

Keywords: micromechanical sensors, anisotropic etching, surface roughness, chemical polishing, hydromechanical conditions

REFERENCES

1. Petersen K.E. *Proceedings of the IEEE*, 1982, no. 5(70), pp. 420–457.
2. Avanesov G.A., Bessonov R.V., Forsh A.A., Kudelin M.I. *Journal of Instrument Engineering*, 2015, no. 1(58), pp. 3–13. (in Russ.)
3. Afinogenov I.A., Kon'kin A.V., Enns P.B., Kapustin A.N. *Journal of Instrument Engineering*, 2011, no. 4(54), pp. 18–23. (in Russ.)
4. Sokolov L.V., Parfenov N.M. *Nano- and Microsystems Technology*, 2011, no. 11, pp. 19–26. (in Russ.)
5. Averin I.A., Pautkin V.E. *University proceedings. Volga region. Technical sciences*, 2014, no. 2(30), pp. 24–32. (in Russ.)
6. Han Lu, Hua Zhang, Mingliang Jin, Tao He, Guofu Zhou, and Lingling Shui, *Micromachines*, 2016, no. 7, pp. 19. DOI:10.3390/mi7020019
7. Patent RU 2207658, H01L 21/02, H01L 29, *Sposob izgotovleniya mikromekhanicheskogo inertsiyal'nogo chuvstvitel'nogo elementa emkostnogo tipa* (Way of Production of a Micromechanical Inertial Sensitive Element of Capacitor Type), E.A. Mokrov, Yu.A. Zelentsov, S.A. Kozin, I.G. Akimov, A.V. Fedulov, T.G. Chistyakova, Yu.S. Anufriyev, Patent application no. 2001119005/28, Priority 09.07.2001, Published 27.06.2003. (in Russ.)
8. Tripathi C.C. et al. *Indian Journal of Pure & Applied Physics*, 2008, no. 46, October, pp. 738–743.
9. Cianci E. et al. *Micromachining and Microfabrication Process Technology VII, Proceedings of SPIE*, 2001, no. 4557, pp. 201–209.
10. Patent RU 2526789, G01P15/08, G01P15/125, *Chuvstvitel'nyy element integral'nogo akselerometra* (Sensitive Element of the Integrated Accelerometer), V.E. Pautkin, S.V. Prilutskaya, Patent application no. 2013110978/28, Priority 12.03.2013, Published 27.08.2014, Bulletin 24. (in Russ.)
11. Wei Xu, Jie Yang, Guofen Xie, Bin Wang, Mingshan Qu, Xuguang Wang, Xianxue Liu, and Bin Tang, *Micromachines*, 2017, no. 8, pp. 77. DOI:10.3390/mi8030077
12. Zhu Li, Wen Jie Wu, Pan Pan Zheng, Jin Quan Liu, Ji Fan, and Liang Cheng Tu, *Micromachines*, 2016, no. 7, pp. 167. DOI:10.3390/mi7090167
13. Fedorenko V.A., Shoshin A.I. *Spravochnik po mashinostroitel'nomu chercheniyu* (Handbook of Engineering Drawing), Leningrad, 1981, 416 p. (in Russ.)
14. Gotra Z.Yu. *Tekhnologiya mikroelektronnykh ustroystv* (Technology of Microelectronic Devices), Moscow, 1991, 528 p. (in Russ.)
15. Monteiro T.S., Kastytis P., Goncalves L.M., Minas G., and Cardoso S. *Micromachines*, 2015, no. 6, pp. 1534–1545. DOI:10.3390/mi6101437
16. Campbell S.A., Cooper K., Dixon L., Earwaker R., Port S.N., and Schiffrin D.J. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 1995, no. 3(5). DOI:10.1088/0960-1317/5/3/002
17. Bressers P.M.M.C., Kelly J.J., Gardeniers J.C.E., Elwenspoek M. *J. Electrochem. Soc.*, 1996, no. 5(143), pp. 1744–1750.

Data on authors

Valery E. Pautkin	— PhD; JSC Research Institute of Physical Measurements; Chief Specialist; E-mail: inercial@niifi.ru
Farhad A. Abdullin	— JSC Research Institute of Physical Measurements; Design Engineer; E-mail: farhad_58@mail.ru
Ilyas R. Vergazov	— JSC Research Institute of Physical Measurements; Chief Specialist; E-mail: inercial@niifi.ru
Alexander E. Mishanin	— JSC Research Institute of Physical Measurements; Leading Process Engineer; E-mail: inercial@niifi.ru

For citation: Pautkin V. E., Abdullin F. A., Vergazov I. R., Mishanin A. E. Research of silicon surface etched in potassium hydroxide solution. *Journal of Instrument Engineering*. 2018. Vol. 61, N 10. P. 915–921 (in Russian).

DOI: 10.17586/0021-3454-2018-61-10-915-921