



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103803484 B

(45) 授权公告日 2016. 02. 03

(21) 申请号 201310732868. 6

(22) 申请日 2013. 12. 27

(73) 专利权人 西南交通大学

地址 610031 四川省成都市二环路北一段  
111 号

(72) 发明人 钱林茂 郭剑 余丙军 王晓东  
宋晨飞

(74) 专利代理机构 成都博通专利事务所 51208  
代理人 陈树明

(51) Int. Cl.

B81C 1/00(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101549853 A, 2009. 10. 07,  
US 2012/0167262 A1, 2012. 06. 28,  
CN 101973507 A, 2011. 02. 16,  
US 2003/0182993 A1, 2003. 10. 02,

审查员 郭研岐

权利要求书1页 说明书5页 附图3页

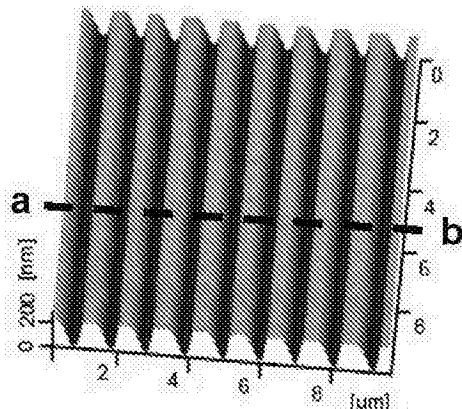
(54) 发明名称

基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微  
纳米加工方法

(57) 摘要

一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 /  
硅微纳米加工方法, 其操作是: 将尖端为球状的  
探针安装在扫描探针显微镜或多点接触微纳  
米加工设备上, 将氮化硅膜 / 硅固定在样品台上,  
给探针施加不低于临界载荷的法向载荷, 并使探  
针沿着设定的轨迹, 进行刻划; 刻划后置于 HF 溶液  
中刻蚀一定的时间, 使得刻划区硅基底暴露, 然后使  
用 KOH 溶液及异丙醇的混合溶液进行刻蚀, 即可  
加工出所需的微纳米结构。该方法通过摩擦诱导  
刻划改变材料刻蚀特性, 进而形成特定溶液的选  
择性刻蚀。该方法对硅基底无损伤, 得到的微纳米  
结构具有更可靠的服役能力; 能加工出更深 / 更  
高的微纳米结构, 提高微纳米结构的深宽比 / 高  
宽比, 适用范围宽; 且其加工简单, 加工成本低。

B  
CN 103803484 B  
CN



1. 一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法, 其具体操作步骤依次为 :

A、将尖端为球状的探针安装在扫描探针显微镜或多点接触微纳米加工设备上, 再将清洗过的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底固定在样品台上, 启动设备, 控制探针按照设定的法向载荷和预定轨迹在氮化硅薄膜 / 单晶硅基底表面进行刻划 ;

B、将刻划后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于质量浓度为 1-5% 的 HF 溶液中刻蚀 30-50 分钟 ;

C、将异丙醇加入到质量浓度为 10-25% 的 KOH 溶液中得混合溶液, 加入时异丙醇与 KOH 溶液的体积比为 1:4-6 ; 再将 B 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于混合溶液中刻蚀 2-60 分钟 ;

D、将 C 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底重新置于 1-5% 的 HF 溶液中刻蚀 10-20 分钟, 即可。

## 基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及单晶硅表面的微纳米加工方法。

### 背景技术

[0002] 纳米科技开创了 21 世纪人类生活的新时代,而纳米制造是支撑纳米科技走向应用的基础。我国受到纳米制造技术落后的限制,微 / 纳机电系统(MEMS/NEMS) 的实用化较为滞后。在改进原有加工工艺的同时,寻求新的纳米加工技术迫在眉睫。因此,开展纳米加工方面的基础及应用研究,无论对于 MEMS/NEMS 的发展,还是对于我国在新一轮科技竞争中保持有利地位,都具有十分重要的意义。

[0003] 单晶硅因其出色的机械性能和物理性能,被广泛地应用于 MEMS/NEMS。根据不同的原理,目前应用于单晶硅表面的微纳米加工方法主要有光刻技术、纳米压印技术等等。随着加工精度的不断提高,光刻加工的成本越来越高,局限性越来越大。例如,深紫外光刻技术加工的最小线宽可达 24nm,但深紫外光易被空气吸收,该技术目前还不成熟;此外,纳米压印技术目前也面临诸多技术瓶颈和挑战,比如脱模过程对压印效果、模具寿命等影响严重,另外压印过程容易对基体材料造成损伤。

[0004] 近年来,由于扫描探针技术具有高精度,多功能等优势,适用于微纳米加工领域。常见的基于单晶硅的扫描探针加工方法一般依赖于阳极氧化或摩擦作用进行局部“掩膜”,阳极氧化的控制因素繁杂,对环境的要求高,这大大降低了加工的可控性;而摩擦诱导的“掩膜”强烈依赖于摩擦化学反应或者结构变形,摩擦诱导的“掩膜”不够致密,抗化学刻蚀能力有限,束缚了所加工微纳米结构的高度 / 深度。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法,该方法对硅基底无损伤,得到的微纳米结构具有更可靠的服役能力;能加工出更深 / 更高的微纳米结构,提高微纳米结构的高宽比,适用范围宽;且其加工简单,加工成本低。

[0006] 本发明为实现其发明目的,所采用的技术方案为,一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法,其具体操作步骤依次为:

[0007] A、将尖端为球状的探针安装在扫描探针显微镜或多点接触微纳米加工设备上,再将清洗过的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底固定在样品台上,启动设备,控制探针按照设定的法向载荷和预定轨迹在氮化硅薄膜 / 单晶硅基底表面进行刻划;

[0008] B、将刻划后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于质量浓度为 1-5% 的 HF 溶液中刻蚀 30-50 分钟;

[0009] C、将异丙醇加入到质量浓度为 10-25% 的 KOH 溶液中得混合溶液,加入时异丙醇与 KOH 溶液的体积比为 1:4-6;再将 B 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于混合溶液中刻蚀 2-60 分钟;

[0010] D、将 C 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底重新置于 1-5% 的 HF 溶液中刻蚀 10-20

分钟，即可。

[0011] 本发明方法的过程和机理是：

[0012] 沉积在单晶硅表面的氮化硅薄膜在探针的刻划过程中，在残余应力的作用下产生了微裂纹，在后续的 HF 溶液刻蚀中，刻划区域氮化硅薄膜微裂纹促进刻蚀剂的扩散，因此其刻蚀速率大于未刻划区的刻蚀速率而优先被选择性地去除，从而暴露出硅基底。刻划区的硅被后续的 KOH 溶液快速刻蚀，而仍具有稳定氮化硅薄膜层的未刻划区不被刻蚀。即可在氮化硅薄膜出色的掩膜能力下，加工出更深的微纳米结构，最后再通过 HF 溶液将残余的氮化硅掩膜去除。

[0013] 与现有的技术相比，本发明的有益效果是：

[0014] 一、探针在氮化硅薄膜上进行刻划，对硅基底无损伤，因此最终得到的微纳米结构无损伤，具有可靠的服役能力。

[0015] 二、加工在常温、常压环境下即可进行，不需要真空、恒温等特殊环境，加工简单，加工成本低。刻蚀过程中的 KOH 溶液与 HF 溶液易于得到。

[0016] 三、氮化硅薄膜结构致密，抗 KOH 溶液腐蚀能力强，KOH 溶液长时间也难以腐蚀掉氮化硅掩膜，从而在其掩膜作用下，KOH 溶液能对去掉掩膜的单晶硅区域刻蚀出更深的微纳米凹结构。

[0017] 下面结合附图和具体的实施方式对本发明作进一步的详细说明。

## 附图说明

[0018] 图 1 为实施例一加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0019] 图 2 为实施例二加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0020] 图 3 为实施例三加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0021] 图 4 为实施例四加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0022] 图 5a 为实施例五加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0023] 图 5b 为实施例五加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。

[0024] 图 6a 为实施例六加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0025] 图 6b 为实施例六加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。

[0026] 图 7a 为实施例七加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0027] 图 7b 为实施例七加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。

[0028] 图 8a 为实施例八加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0029] 图 8b 为实施例八加工得到的单晶硅沿沟槽轴线的截面轮廓图。

[0030] 图 9a 为实施例九加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。

[0031] 图 9b 为实施例九加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。

[0032] 图 10 为实施例十加工得到的单晶硅表面大面积线阵列结构局部的扫描电镜图。

## 具体实施方式

[0033] 实施例一

[0034] 一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法，其具体操作步骤依次为：

[0035] A、将尖端为球状的探针安装在扫描探针显微镜上,再将清洗过的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底固定在样品台上,启动设备,控制探针按照设定的法向载荷和预定轨迹在氮化硅薄膜 / 单晶硅基底表面进行刻划;本例的金刚石球形探针尖端的曲率半径为  $1.5 \mu\text{m}$ , 设定的法向载荷  $F$  为  $3\text{mN}$ , 预定轨迹为直线。

[0036] B、将刻划后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于质量浓度为 2% 的 HF 溶液中刻蚀 30 分钟;

[0037] C、将异丙醇加入到质量浓度为 20% 的 KOH 溶液中得混合溶液,加入时异丙醇与 KOH 溶液的体积比为 1:5;再将 B 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于混合溶液中刻蚀 30 分钟;

[0038] D、将 C 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底重新置于 2% 的 HF 溶液中刻蚀 10 分钟,即可。

[0039] 图 1 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。图 1 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.5 \mu\text{m}$ 、深约  $200\text{nm}$  的沟槽。

#### [0040] 实施例二

[0041] 本例的操作与实施例一基本相同,不同的仅仅是法向载荷改为  $4\text{mN}$ 。

[0042] 图 2 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。图 2 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.6 \mu\text{m}$ 、深约  $300\text{nm}$  的沟槽。

#### [0043] 实施例三

[0044] 本例的操作与实施例一基本相同,不同的仅仅是法向载荷改为  $4.5\text{mN}$ 。

[0045] 图 3 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。图 3 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.75 \mu\text{m}$ 、深约  $360\text{nm}$  的沟槽。

#### [0046] 实施例四

[0047] 本例的操作与实施例一基本相同,不同的仅仅是法向载荷改为  $5\text{mN}$ 。

[0048] 图 4 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。图 4 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.95 \mu\text{m}$ 、深约  $400\text{nm}$  的沟槽。

[0049] 实施例一至实施例四表明:载荷越大,最终获得的沟槽结构越深。

#### [0050] 实施例五

[0051] 一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法,其具体操作步骤依次为:

[0052] A、将尖端为球状的探针安装在扫描探针显微镜上,再将清洗过的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底固定在样品台上,启动设备,控制探针按照设定的法向载荷和预定轨迹在氮化硅薄膜 / 单晶硅基底表面进行刻划;本例的金刚石球形探针尖端的曲率半径  $R=1.5 \mu\text{m}$ , 设定的法向载荷  $F$  为  $4\text{mN}$ , 预定轨迹为直线。

[0053] B、将刻划后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于质量浓度为 1% 的 HF 溶液中刻蚀 40 分钟;

[0054] C、将异丙醇加入到质量浓度为 10% 的 KOH 溶液中得混合溶液,加入时异丙醇与 KOH 溶液的体积比为 1:4;再将 B 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于混合溶液中刻蚀 5 分钟;

[0055] D、将 C 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底重新置于 1% 的 HF 溶液中刻蚀 15 分

钟,即可。

[0056] 图 5a 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图,图 5b 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。图 5a 和图 5b 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.6 \mu m$ 、深约 100nm 的沟槽。

#### [0057] 实施例六

[0058] 本例的操作与实施例五基本相同,不同的仅仅是 C 步中的刻蚀时间为 15 分钟。

[0059] 图 5a 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图,图 5b 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。图 5a 和图 5b 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.6 \mu m$ 、深约 150nm 的沟槽。

#### [0060] 实施例七

[0061] 本例的操作与实施例五基本相同,不同的仅仅是 C 步中的刻蚀时间为 30 分钟。

[0062] 图 5a 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图,图 5b 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。图 5a 和图 5b 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.6 \mu m$ 、深约 240nm 的沟槽。

[0063] 实施例五至实施例七表明 :KOH、异丙醇混合溶液的刻蚀时间越长,加工出的沟槽结构越深。

#### [0064] 实施例八

[0065] 一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法,其具体操作步骤依次为 :

[0066] A、将尖端为球状的探针安装在扫描探针显微镜上,再将清洗过的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底固定在样品台上,启动设备,控制探针按照设定的法向载荷和预定轨迹在氮化硅薄膜 / 单晶硅基底表面进行刻划;本例的金刚石球形探针尖端的曲率半径  $R=1.5 \mu m$ ,设定的法向载荷 F 为从 3mN 线性地变化到 6mN 的变载荷,预定轨迹为直线。

[0067] B、将刻划后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于质量浓度为 5% 的 HF 溶液中刻蚀 30 分钟;

[0068] C、将异丙醇加入到质量浓度为 25% 的 KOH 溶液中得混合溶液,加入时异丙醇与 KOH 溶液的体积比为 1:6;再将 B 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于混合溶液中刻蚀 35 分钟;

[0069] D、将 C 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底重新置于 5% 的 HF 溶液中刻蚀 20 分钟,即可。

[0070] 图 8a 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。图 8b 为本例加工得到的单晶硅沿沟槽轴线的截面的轮廓图。图 8a 和图 8b 表明本例在单晶硅表面加工出了沿载荷加大方向,宽从约  $0.5 \mu m$  到  $1 \mu m$ 、深从约 120nm 到 380nm 连续变化的沟槽。

#### [0071] 实施例九

[0072] 一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法,其具体操作步骤依次为 :

[0073] A、将尖端为球状的探针安装在扫描探针显微镜上,再将清洗过的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底固定在样品台上,启动设备,控制探针按照设定的法向载荷和预定轨迹在氮化硅薄膜 / 单晶硅基底表面进行刻划;本例设定的法向载荷 F 为 3.5mN,预定轨迹为多条平行直

线构成的线阵列。

[0074] B、将刻划后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于质量浓度为 3% 的 HF 溶液中刻蚀 50 分钟；

[0075] C、将异丙醇加入到质量浓度为 20% 的 KOH 溶液中得混合溶液，加入时异丙醇与 KOH 溶液的体积比为 1:5；再将 B 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于混合溶液中刻蚀 30 分钟；

[0076] D、将 C 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底重新置于 4% 的 HF 溶液中刻蚀 13 分钟，即可。

[0077] 图 9a 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的原子力显微镜图。图 9b 为本例加工得到的单晶硅表面沟槽结构的横截面轮廓图。图 9a 和图 9b 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $0.55 \mu\text{m}$ 、深约 300nm 的多个沟槽组成的线阵列结构。

[0078] 实施例十

[0079] 一种基于摩擦诱导选择性刻蚀的氮化硅膜 / 硅微纳米加工方法，其具体操作步骤依次为：

[0080] A、将尖端为球状的探针安装在多点接触微纳米加工设备上，再将清洗过的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底固定在样品台上，启动设备，控制探针按照设定的法向载荷和预定轨迹在氮化硅薄膜 / 单晶硅基底表面进行刻划；本例的金刚石球形探针尖端的曲率半径  $R=5 \mu\text{m}$ ，设定的法向载荷  $F$  为 50mN。预定轨迹为  $5\text{mm} \times 5\text{mm}$  范围内多条直线同时刻划的线阵列；使用的多点接触微纳米加工设备为 ZL201220331439.9 专利公开的“多点接触模式下的大面积摩擦诱导微米级加工装置”。

[0081] B、将刻划后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于质量浓度为 2% 的 HF 溶液中刻蚀 30 分钟；

[0082] C、将异丙醇加入到质量浓度为 20% 的 KOH 溶液中得混合溶液，加入时异丙醇与 KOH 溶液的体积比为 1:5；再将 B 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底置于混合溶液中刻蚀 60 分钟；

[0083] D、将 C 步刻蚀后的氮化硅薄膜 / 单晶硅基底重新置于 2% 的 HF 溶液中刻蚀 10 分钟，即可。

[0084] 图 10 为本例加工得到的单晶硅表面大面积线阵列结构局部的扫描电镜图。图 10 表明本例在单晶硅表面加工出了宽约  $1.8 \mu\text{m}$ 、深约  $0.7 \mu\text{m}$  的多个沟槽组成的大面积线阵列结构。阵列中沟槽的深宽比接近 0.4。

[0085] 上述实施例表明，通过控制刻划轨迹、刻划范围、刻划载荷、刻蚀时间等参数，可以在单晶硅表明加工出各种微纳米结构，如深度恒定的结构，斜面结构，线阵列结构、大面积织构化结构等等。实验证明，刻划载荷、刻蚀时间均与加工深度正相关，实际加工应用中可以通过合理控制刻划载荷与刻蚀时间来获得所需深度的微纳米沟槽结构。

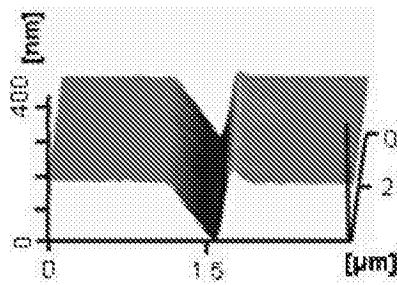


图 1

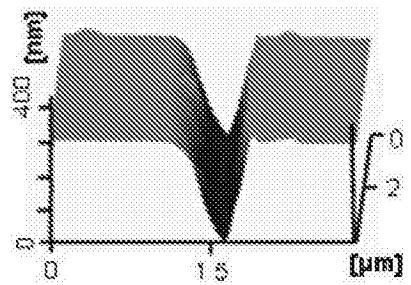


图 2

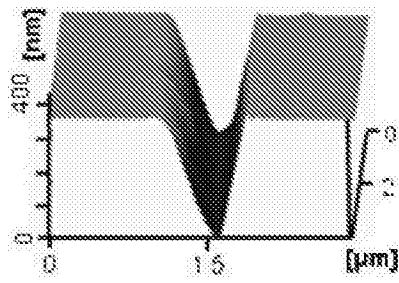


图 3

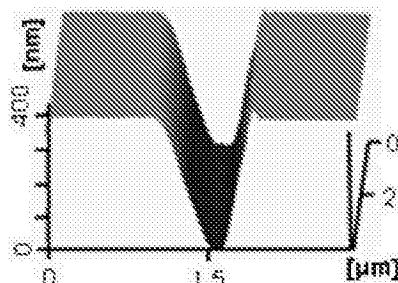


图 4

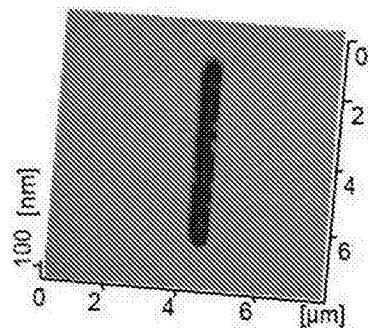


图 5a

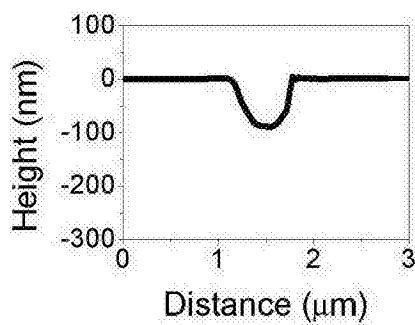


图 5b

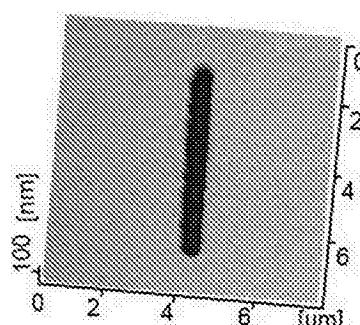


图 6a

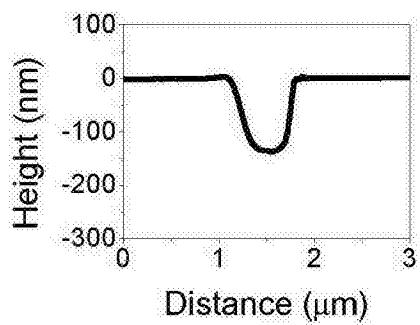


图 6b

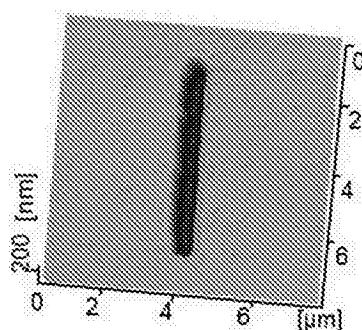


图 7a

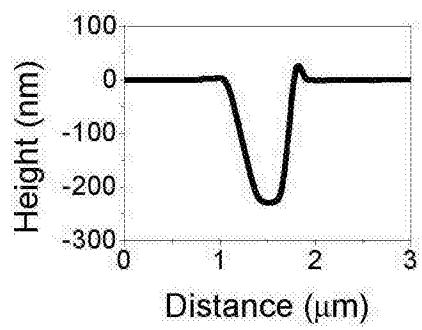


图 7b

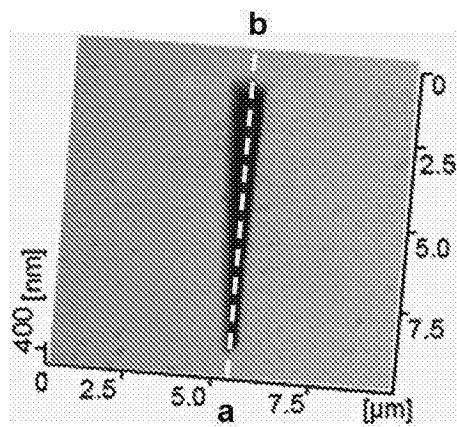


图 8a

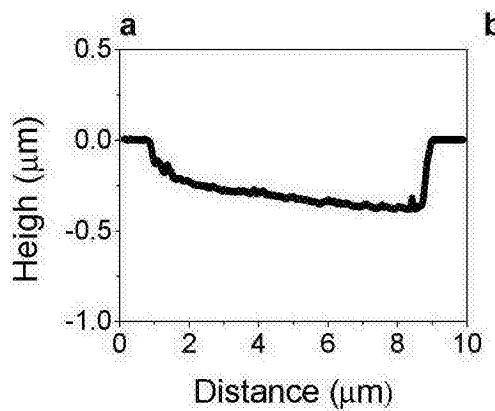


图 8b

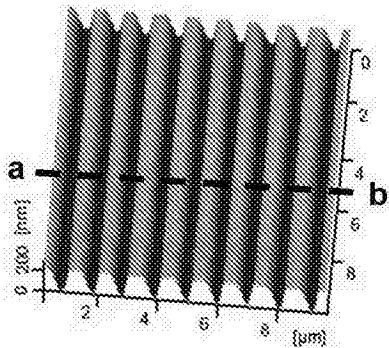


图 9a

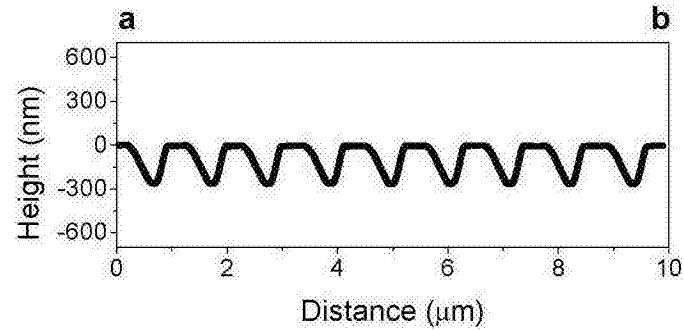


图 9b

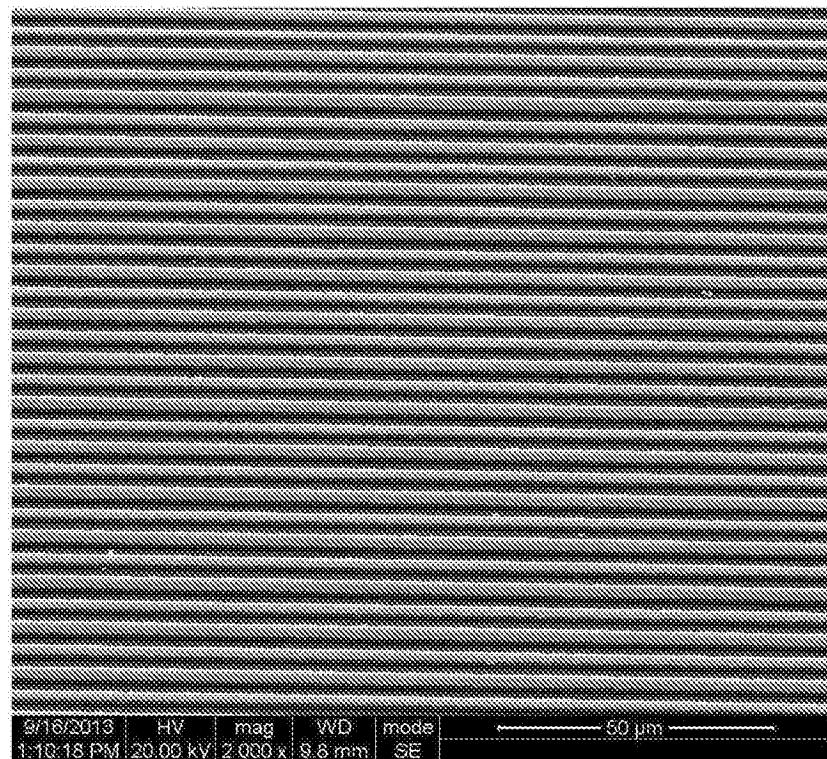


图 10