



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105914121 A

(43)申请公布日 2016.08.31

(21)申请号 201610265059.2

(22)申请日 2016.04.26

(71)申请人 苏州原位芯片科技有限责任公司  
地址 215000 江苏省苏州市工业园区仁爱路150号第二教学楼

(72)发明人 王建平

(74)专利代理机构 北京同辉知识产权代理事务所(普通合伙) 11357

代理人 刘洪勋

(51) Int. Cl.

H01J 35/18(2006.01)

G23C 16/34(2006.01)

G23F 1/02(2006.01)

G23F 1/12(2006.01)

G21K 7/00(2006.01)

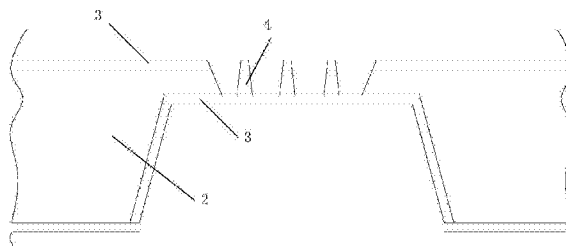
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

## (54)发明名称

三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造及其制备方法

## (57)摘要

本发明涉及一种三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造及其制造方法,其特点是通过掩膜层氮化硅膜生长,光刻与刻蚀,湿法刻蚀,氮化硅膜生长,背面套刻与刻蚀,湿法刻蚀工艺来获得最终产品,构成薄层三角形结构框架阵列,在框架阵列之间形成氮化硅窗口。由此,可实现更粗的支撑梁,支撑梁结构稳定,实施制备工艺简单。



1. 三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造, 其特征在于: 包括有单晶硅外框(1), 所述单晶硅外框(1)下方分布有硅垫底(2), 所述硅垫底(2)上分布有深四棱凹槽, 所述深四棱凹槽上分布有氮化硅膜(3), 所述氮化硅膜(3)上方, 排布有单晶硅支撑梁(4), 所述单晶硅支撑梁(4)间隔排布, 构成薄层三角形结构框架阵列, 所述框架阵列之间形成氮化硅窗口。

2. 根据权利要求1所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述单晶硅外框(1)的尺寸为10mm×10mm, 所述氮化硅窗口区域尺寸为5.5mm×5.5mm, 所述薄层三角形结构框架阵列中单个窗格尺寸为200um×660um, 所述氮化硅膜(3)位于硅衬底构成的四棱凹槽的底部, 所述薄层三角形结构框架阵列的厚度为30um。

3. 三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于包括以下步骤:

步骤一, 掩膜层氮化硅膜生长;

步骤二, 光刻与刻蚀;

步骤三, 湿法刻蚀;

步骤四, 氮化硅膜生长;

步骤五, 背面套刻与刻蚀;

步骤六, 湿法刻蚀工艺。

4. 根据权利要求3所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述步骤一中, 选用中阻硅片, 对硅片进行标准半导体清洗, 使用LPCVD在硅片两侧生长氮化硅薄膜。

5. 根据权利要求3所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述步骤二中, 对硅背面进行光刻, 并采用反应离子刻蚀设备(RIE)将未被保护的氮化硅膜刻蚀掉, 使用热丙酮溶液去胶。

6. 根据权利要求3所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述步骤三中, 将硅片装入腐蚀液中, 加热至70摄氏度至90摄氏度, 刻蚀3至5个小时后, 使用台阶仪跟踪测量, 控制刻蚀深度, 制备出四棱凹槽结构。

7. 根据权利要求6所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述腐蚀液为KOH, 加热至80摄氏度, 刻蚀4个小时。

8. 根据权利要求3所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述步骤四中, 将湿法刻蚀过的硅片进行清洗, 并整齐排列在石英舟内, 放入LPCVD设备中, 通过低应力氮化硅工艺, 生成氮化硅膜, 即在硅片两面生长50nm氮化硅膜, 此时四棱凹槽内部也生长出50nm低应力氮化硅膜。

9. 根据权利要求3所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述步骤五中, 采用氮化硅薄膜做掩膜, 进行光刻胶, 在硅片背面实现双面套刻工艺, 之后通过RIE工艺, 刻蚀正面的氮化硅层。

10. 根据权利要求3所述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法, 其特征在于: 所述步骤六中, 将刻蚀过的硅片去胶, 装入石英花篮中, 放入腐蚀液中, 刻蚀至窗口部分全部透光。

## 三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种氮化硅窗口及其制备方法,尤其涉及一种三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造及其制备方法。

### 背景技术

[0002] X射线荧光分析仪、SEM的能量色散谱分析系统(EDS)、X射线仪器的太空应用和许多其他X射线设备均需要优质的耐压及耐受高低能量X射线(软X射线)的透过率窗口。X射线窗口需要满足超薄、耐高温、耐振动、机械强度高、支撑结构所占面积小于25%以及能够耐受至少一个大气压强差等要求,以保证X射线的透射率和X射线设备的真空要求。这就对X射线窗口的材料性能、结构与制备工艺提出了较高的要求。

[0003] 低原子序数的金属铍具有良好的X射线透过率,但是其机械强度较差,薄膜厚度至少要达到1 $\mu\text{m}$ ,导致整体的X射线透过率极低。另外,铍的耐腐蚀性较差,钝化后会导致X射线透过率进一步降低。

[0004] 人造金刚石薄膜是另一种X射线窗口,相对于金属,它有很多优点。例如机械强度高并且能够耐受高温。但是人造金刚石薄膜的厚度仍然是几百个纳米量级,导致X射线在282eV到800eV部分具有显著的吸收。聚合物也可作为X射线窗口的常用材料,其优点在于几百纳米厚的柔性聚合物可以很好地透过X射线,并且能够耐受不同的气压差。

[0005] 但是,聚合物的耐温性较差,极大限制了其应用条件。同时由于聚合物对于气体扩散的阻挡性较差,不能保证窗口的气密性。

[0006] 进一步来看,半导体行业使用的氮化硅薄膜,不仅具有非常好的强度、均匀性、耐温性和气密性,并且可以耐受900摄氏度的高温。由于氮化硅薄膜可以薄至100nm以内,软X射线透过率远高于聚合物、人造金刚石和铍薄膜窗口。近年来,由氮化硅膜制程的非耐压X射线窗口已经广泛应用于搭载同步辐射软X射线样品中。

[0007] 目前,耐压氮化硅膜X射线窗口的关键技术在于支撑氮化硅膜的梁结构和微纳米制备方法,以确保其强度的同时,具有较小的支撑面积。

[0008] 2013年Pekka课题组利用LPCVD沉积多晶硅作为薄支撑梁的氮化硅膜X射线窗口,再对多晶硅进行图形化和刻蚀,以制备出支撑梁结构。这也是目前氮化硅膜X射线窗口的主要制备方法。

[0009] 但是,该技术获取的窗口的结构复杂且成本高,其多晶硅支撑梁需要使用LPCVD沉积而成,LPCVD高昂的沉积成本导致10 $\mu\text{m}$ 以上厚度的支撑梁基本不可实现。

[0010] 同时,采用该现有技术还有如下缺点:

[0011] 1、获取的外延生长的多晶硅支撑梁,由于成本和工艺限制,多晶硅层5 $\mu\text{m}$ 以上高成本,只能实现20 $\mu\text{m}$ 以内的支撑梁结构。

[0012] 2、延生长的多晶硅,在微米级的厚度上则存在应力分布不均匀和缺陷多等问题,直接影响支撑梁的强度稳定性。

[0013] 3、制造外延式多晶硅支撑梁还涉及10um厚LPCVD多晶生长工艺,外延式多出的高温工艺,使整个工艺流程的不确定性增加,且成品率降低。

[0014] 有鉴于上述的缺陷,本设计人,积极加以研究创新,以期创设一种三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造及其制备方法,使其更具有产业上的利用价值。

[0015] 因此,急需一种简洁、可靠的工艺来制备支撑氮化硅膜窗口的支持梁结构,使其可以耐受一个以上的大气压强差。

## 发明内容

[0016] 为解决上述技术问题,本发明的目的是提供一种三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造及其制备方法。

[0017] 本发明的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造,其特征在于:包括有单晶硅外框,所述单晶硅外框下方分布有硅垫底,所述硅垫底上分布有深四棱凹槽,所述深四棱凹槽上分布有低应力LPCVD生长的氮化硅膜,所述氮化硅膜上方,排布有单晶硅支撑梁,所述单晶硅支撑梁间隔排布,构成薄层三角形结构框架阵列,所述框架阵列之间形成氮化硅窗口。

[0018] 进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造,其中,所述单晶硅外框的尺寸为10mm×10mm,所述氮化硅窗口区域尺寸为5.5mm×5.5mm,所述薄层三角形结构框架阵列中单个窗格尺寸为200um×660um,所述氮化硅膜位于硅衬底100um至200um深的四棱凹槽的底部,所述薄层三角形结构框架阵列的厚度为30um。

[0019] 三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其包括以下步骤:

[0020] 步骤一,掩膜层氮化硅膜生长;

[0021] 步骤二,光刻与刻蚀;

[0022] 步骤三,湿法刻蚀;

[0023] 步骤四,氮化硅膜生长;

[0024] 步骤五,背面套刻与刻蚀;

[0025] 步骤六,湿法刻蚀工艺。

[0026] 进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其中,所述步骤一中,选用100晶相,200um厚的中阻硅片,对硅片进行标准半导体清洗,使用LPCVD在硅片两侧生长氮化硅薄膜。

[0027] 更进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其中,所述步骤二中,对硅背面进行光刻,并采用反应离子刻蚀设备(RIE)将未被保护的氮化硅膜刻蚀掉,使用热丙酮溶液去胶。

[0028] 更进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其中,所述步骤三中,将硅片装入腐蚀液中,加热至70摄氏度至90摄氏度,刻蚀3至5个小时后,使用台阶仪跟踪测量,控制刻蚀深度,制备出四棱凹槽结构。

[0029] 更进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其中,所述腐蚀液为KOH,加热至80摄氏度,刻蚀4个小时。

[0030] 更进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其中,所述步骤四中,将湿法刻蚀过的硅片进行清洗,并整齐排列在石英舟内,放入LPCVD设

备中,通过低应力氮化硅工艺,生成氮化硅膜,即在硅片两面生长50nm氮化硅膜,此时四棱凹槽内部也生长出50nm低应力氮化硅膜。

[0031] 更进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其中,所述步骤五中,采用氮化硅薄膜做掩膜,使用型号为AZ5214的光刻胶进行相关光刻胶步骤,在硅片背面实现双面套刻工艺,之后通过RIE工艺,刻蚀正面的氮化硅层。

[0032] 更进一步地,上述的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其中,所述步骤六中,将刻蚀过的硅片去胶,装入石英花篮中,放入腐蚀液中,刻蚀至窗口部分全部透光。

[0033] 借由上述方案,本发明至少具有以下优点:

[0034] 1、可实现更粗的支撑梁:一体式的结构可以通过调整湿法腐蚀深度,控制单晶硅支撑梁的高度和宽度,可以实现从5um到80um不同高度的支撑梁结构。由此,能够避免外延生长的多晶硅支撑梁,由于成本和工艺限制,多晶硅层5um以上高成本,只能实现20um以内的支撑梁结构的缺陷。

[0035] 2、支撑梁结构稳定,一体式的支撑梁采用的单晶硅材料是晶圆厂通过高纯度拉晶制成,结构单一、稳定。避免出现外延生长的多晶硅,在微米级的厚度上则存在应力分布不均匀和缺陷多等问题,直接影响支撑梁的强度稳定性的缺陷。

[0036] 3、实施制备工艺简单:一体式支撑梁结构的制备工艺只有光刻、氮化硅生长和湿法腐蚀硅这三个标准工艺。

[0037] 上述说明仅是本发明技术方案的概述,为了能够更清楚了解本发明的技术手段,并可依照说明书的内容予以实施,以下以本发明的较佳实施例并配合附图详细说明如后。

## 附图说明

[0038] 图1是三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造侧面的结构示意图。

[0039] 图2是三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造的正面结构示意图。

[0040] 图3是氮化硅窗口在掩膜层氮化硅膜生长后的结构示意图。

[0041] 图4是氮化硅窗口在光刻与刻蚀后的结构示意图。

[0042] 图5是氮化硅窗口在湿法刻蚀后的结构示意图。

[0043] 图6是氮化硅窗口在氮化硅膜生长后的结构示意图。

[0044] 图7是氮化硅窗口在背面套刻与刻蚀后的结构示意图。

[0045] 图8是氮化硅窗口在湿法刻蚀工艺后的结构示意图。

[0046] 图中各附图标记的含义如下。

[0047] 1 单晶硅外框 2 硅垫底

[0048] 3 氮化硅膜 4 单晶硅支撑梁

## 具体实施方式

[0049] 下面结合附图和实施例,对本发明的具体实施方式作进一步详细描述。以下实施例用于说明本发明,但不用来限制本发明的范围。

[0050] 如图1、图2的三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造,其与众不同之处在于:其包括有单晶硅外框1,在单晶硅外框1下方分布有硅垫底2。同时,硅垫底2上分布有

深四棱凹槽,该深四棱凹槽上分布有低应力LPCVD生长的氮化硅膜3。并且,氮化硅膜3上方,排布有单晶硅支撑梁4,所述单晶硅支撑梁4间隔排布,构成薄层三角形结构框架阵列,所述框架阵列之间形成氮化硅窗口。

[0051] 结合本发明一较佳的实施方式来看,为了实现超薄化的设计,且拥有较佳的稳定性,本发明的成品的单晶硅外框的尺寸为10mm×10mm,氮化硅窗口区域尺寸为5.5mm×5.5mm,薄层三角形结构框架阵列中单个窗格尺寸为200um×660um,氮化硅膜位于硅衬底的四棱凹槽的底部,薄层三角形结构框架阵列的厚度为30um。

[0052] 结合实际实施来看,如图3-8所示,本发明提供了一种三角形单晶硅支撑梁结构式X射线氮化硅窗口构造制备方法,其特别之处在于包括以下步骤:

[0053] 首先,掩膜层氮化硅膜生长。可选用100晶相,200um厚的中阻硅片,对硅片进行标准半导体清洗,使用LPCVD在硅片两侧生长氮化硅薄膜。该氮化硅薄膜经膜厚仪检测厚度为101.4nm,薄膜均匀性为1.31%。

[0054] 之后,进行光刻与刻蚀。在此期间,对硅背面进行光刻,并采用反应离子刻蚀设备(RIE)将未被保护的氮化硅膜刻蚀掉,使用热丙酮溶液去胶。

[0055] 接着,采用湿法刻蚀进行处理。具体来说,将硅片装入一定比例的KOH腐蚀液中(优选30%),配合80摄氏度的温度进行。刻蚀3至5个小时后,使用台阶仪跟踪测量,精确控制刻蚀深度至100um至200um制备出四棱凹槽结构。具体来说,实际实施的时候可优选为170um。其原因在于,本实施例中采用200um厚硅片作为原材料,大致比例在硅材料厚度到50%到98%之间即可。在此期间,通过多次对比试验后发现,根据常规的加工处理量,刻蚀4小时,即可起到较佳的效果。

[0056] 随后,开始氮化硅膜生长。在此期间,首先将湿法刻蚀过的硅片进行清洗。清洗完毕后,将硅片整齐排列在石英舟内,放入LPCVD设备中。接着,通过低应力氮化硅工艺,生成氮化硅膜。具体来说,就是在硅片两面生长50nm氮化硅膜,此时四棱凹槽内部也生长出50nm低应力氮化硅膜。结合LPCVD沉积氮化硅的反应式来看:

[0057]  $3\text{SiH}_2\text{Cl}_2(\text{气态})+4\text{NH}_3(\text{气态})\rightarrow\text{Si}_3\text{N}_4(\text{固态})+6\text{HCl}(\text{气态})+6\text{H}_2(\text{气态})$ 。

[0058] 然后,进行背面套刻与刻蚀。在此期间,本发明采用氮化硅薄膜做掩膜,使用型号为AZ5214的光刻胶进行相关光刻胶步骤。同时,在硅片背面实现双面套刻工艺。之后,通过RIE工艺,刻蚀正面的氮化硅层。

[0059] 最后,采用湿法刻蚀工艺完成后续步骤。具体来说,针对刻蚀过的硅片去胶。之后,装入石英花篮中,放入腐蚀液中,刻蚀至窗口部分全部透光皆可。考虑到窗口成型的完整性需要,采用的腐蚀液为优选25%含量的KOH,可以起到较佳的效果。

[0060] 实际制备完成后,可获取宽34um、高30um的三角形超窄支撑梁,单个窗格尺寸为234×694微米。由此,可利用三角形最稳定的特点,实现单晶硅支撑梁的耐真空膜。

[0061] 针对氮化硅窗口进行的耐压测试来看,在大气环境中用环氧树脂真空胶将X射线窗口和硅基底密封起来。再将封有常压气体的X射线窗口放置在真空腔中。使用分子泵提高真空度至 $1\times 10^{-5}\text{Bar}$ 。本发明制得的5个测试窗口均保持超过了24小时未破裂。

[0062] 进一步结合实际制备和测试来看,发现虽然本发明获取的超小占比支撑梁结构具有较好的支撑性能,但是,由LPCVD生长的氮化硅膜的强度还需要进一步提高,而应力较高的氮化硅膜强度较差,会导致制备的产品率较低。因此,本发明还同时对氮化硅窗口的制备

工艺进行了改进,对影响氮化硅膜应力的气流、压力和温度等LPCVD工艺参数进行了调整,如表1所示。

[0063]

序号	气体流量 (sccm) (NH <sub>3</sub> :S iH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> )	压力 (mtorr )	温度 (°C )	生长时间 (min)	膜厚 (nm)	应力 (MPa)
1	54:180	300	830	7	40	174
2	54:180	300	830	8	75	624
3	90:180	300	830	40	300	391
4	40:160	300	850	7.4	50	522
5	40:240	300	850	7.4	51.5	152
6	40:320	300	850	7.4	49	72
7	40:160	300	780	7.4	50.3	-467

[0064] 表1:不同氨气和二氯二氢硅比例和温度参数下,氮化硅膜应力数据。

[0065] 由上述表1,可得到适用于X射线窗口的低应力氮化硅的LPCVD参数。具体来说,沉积温度850°C,NH<sub>3</sub>和SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>的比例至1:8,气体流量为360sccm,制备出的氮化硅膜应力最低。

[0066] 通过上述的文字表述并结合附图可以看出,采用本发明后,拥有如下优点:

[0067] 1、可实现更粗的支撑梁:一体式的结构可以通过调整湿法腐蚀深度,控制单晶硅支撑梁的高度和宽度,可以实现从5um到80um不同高度的支撑梁结构。由此,能够避免外延生长的多晶硅支撑梁,由于成本和工艺限制,多晶硅层5um以上高成本,只能实现20um以内的支撑梁结构的缺陷。

[0068] 2、支撑梁结构稳定,一体式的支撑梁采用的单晶硅材料是晶圆厂通过高纯度拉晶制成,结构单一、稳定。避免出现外延生长的多晶硅,在微米级的厚度上则存在应力分布不均匀和缺陷多等问题,直接影响支撑梁的强度稳定性的缺陷。

[0069] 3、实施制备工艺简单:一体式支撑梁结构的制备工艺只有光刻、氮化硅生长和湿法腐蚀硅这三个标准工艺。

[0070] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,并不用于限制本发明,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明技术原理的前提下,还可以做出若干改进和

变型,这些改进和变型也应视为本发明的保护范围。



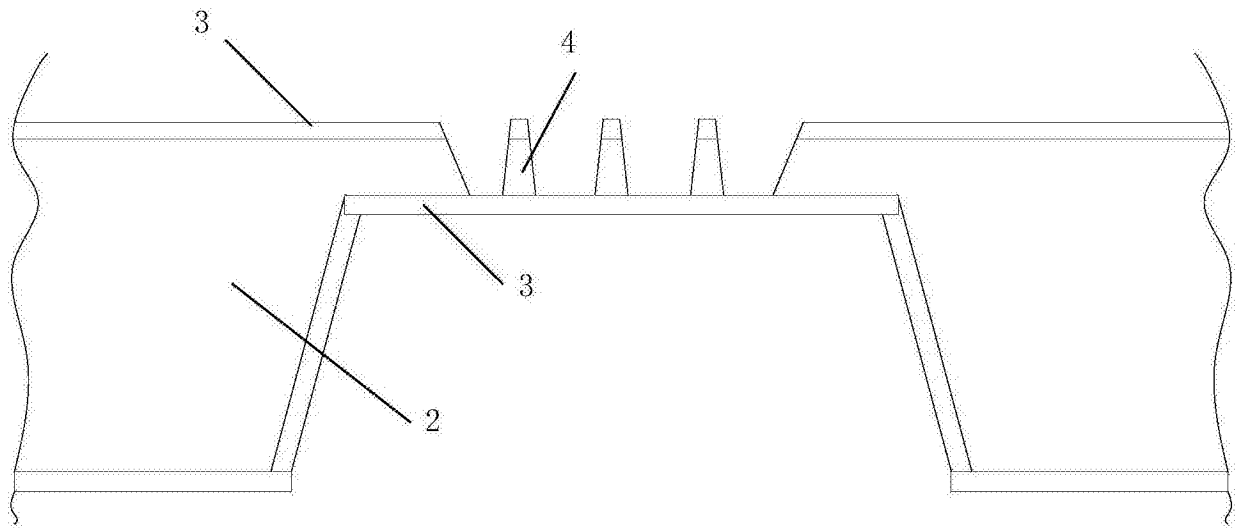


图1

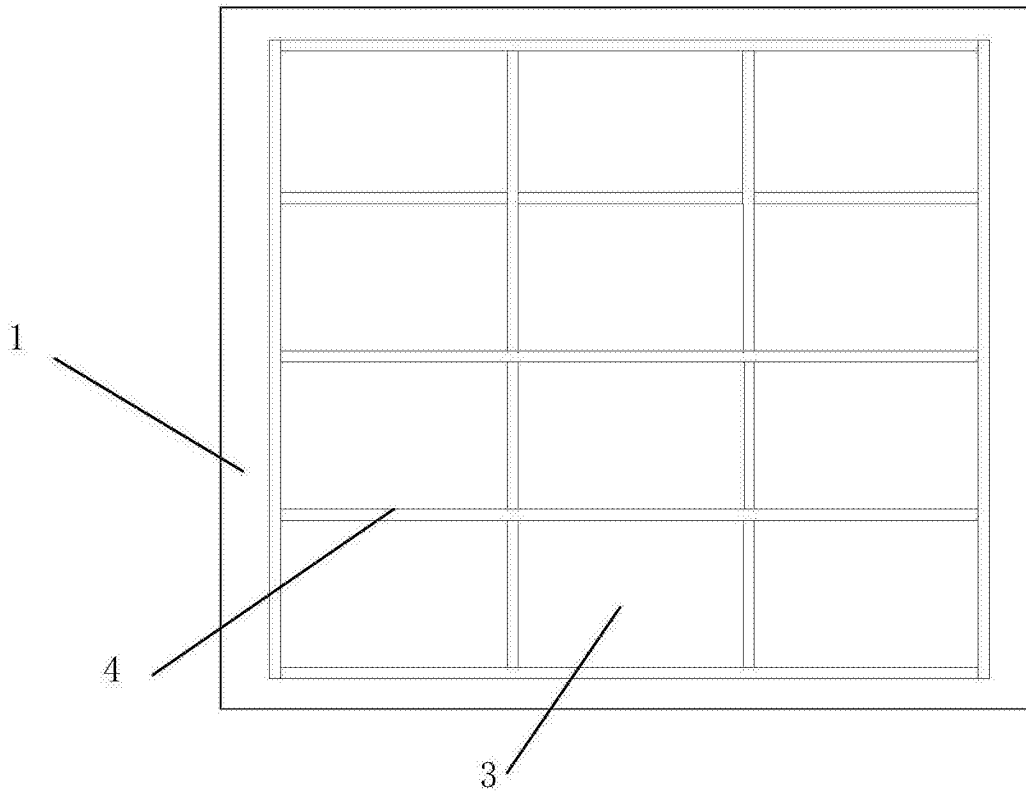


图2

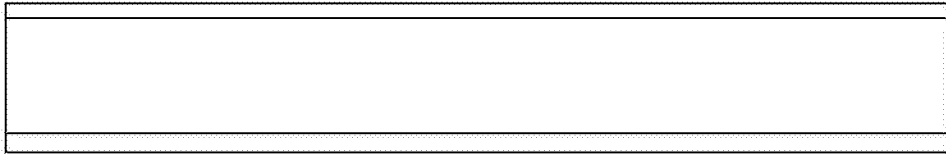


图3

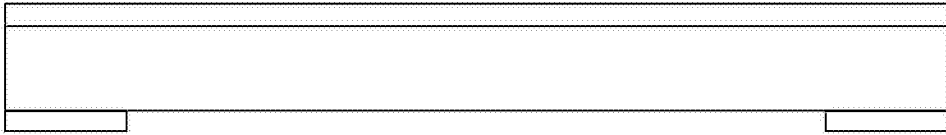


图4

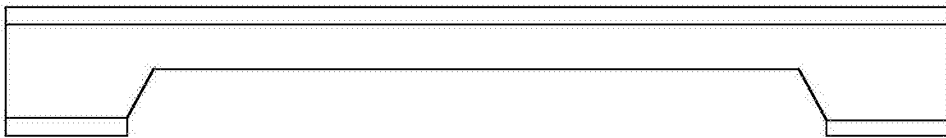


图5

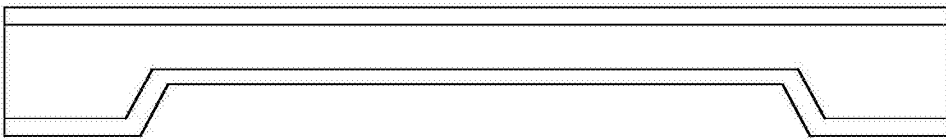


图6

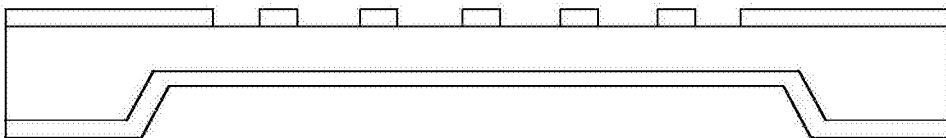


图7

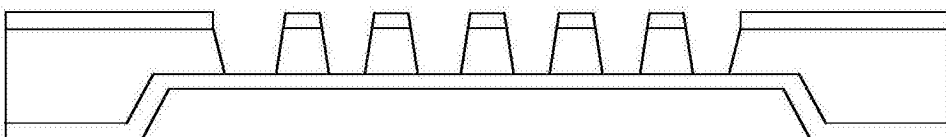


图8