

DOI:10.19651/j.cnki.emt.2105874

RIE 反应离子刻蚀氮化硅工艺的研究*

关一浩¹ 雷程¹ 梁庭¹ 白悦杭¹ 齐蕾² 武学占¹

(1. 中北大学 仪器科学与动态测试教育部重点实验室 太原 030051; 2. 北方自动控制技术研究所 太原 030006)

摘要: 氮化硅在红外热电堆中既充当钝化隔离层又充当红外吸收层,其薄膜刻蚀在 MEMS 工艺中至关重要。采用 RIE-10NR 反应离子刻蚀机以 SF_6 为主要刻蚀气体,通过改变氧气流量、射频功率、腔室压强对氮化硅薄膜进行刻蚀实验。通过台阶仪及共聚焦显微镜表征刻蚀形貌、速率及刻蚀均匀性。实验表明,在 SF_6 流量为 50 sccm, O_2 流量为 10 sccm,腔室压强为 11 Pa,射频功率为 250 W 的条件下,氮化硅刻蚀速率达到 509 nm/min,非均匀性可达 2.4%;在同样条件下,多晶硅的刻蚀速率达到 94.5 nm/min,选择比为 5.39 : 1。

关键词: 氮化硅;多晶硅;反应离子刻蚀;刻蚀速率;非均匀性

中图分类号: TN305 **文献标识码:** A **国家标准学科分类代码:** 510.3050

Study of RIE reactive ion etching of silicon nitride

Guan Yihao¹ Lei Cheng¹ Liang Ting¹ Bai Yuehang¹ Qi Lei² Wu Xuezhuan¹

(1. Key Laboratory of Instrumentation Science & Dynamic Measurement of Ministry of Education, North University of China, Taiyuan 030051, China; 2. North Automatic Control Technology Institute, Taiyuan 030006, China)

Abstract: Si_3N_4 acts as both passivation isolation layer and infrared absorber layer in infrared thermopiles, and its thin film etching is crucial in the MEMS process. The RIE-10NR reactive ion etcher was used to etch the silicon nitride film by varying the oxygen flow rate, RF power, and chamber pressure using SF_6 as the main etching gas. The etching rate and etching uniformity were characterized by step meter and confocal microscope. The experiments showed that the etching rate of silicon nitride reached 509 nm/min with a non-uniformity of 2.4% under the conditions of 50 sccm SF_6 flow rate, 10 sccm O_2 flow rate, 11 Pa chamber pressure and 250 W RF power, and the etching rate of polysilicon reached 94.5 nm/min with a selection ratio of 5.39 : 1 under the same conditions.

Keywords: silicon nitride; polysilicon; reactive ion etching; etching rate; heterogeneity

0 引言

氮化硅具备良好的化学稳定性、绝缘性以及红外吸收性,在 MEMS 微机械领域应用广泛,一般可作为钝化层、隔离层、支撑结构以及电容介质等^[1-4]。在红外热电堆传感器结构中,多晶硅刻蚀成作为热偶条结构,氮化硅覆盖在其表面既充当钝化保护作用,又起红外吸收作用^[5]。如果氮化硅干法刻蚀严重,会对多晶硅条造成损伤,从而影响性能;因此要求氮化硅刻蚀更快速率,较好的形貌,同时满足多晶硅较好的选择比。曲鹏程等^[6]针对刻蚀氮化硅过程中硅基底损伤问题,采用 CF_4 , CH_3F 和 O_2 这 3 种混合气体研究不同工艺菜单对氮化硅刻蚀影响。魏育才^[7]通过改变光刻条件以及刻蚀菜单设置,采用 CF_4 和 O_2 对氮化硅进行 ICP 刻蚀,使得因氮化硅刻蚀均匀性差造成的金属线路内部断

裂的问题得到改善。白金超等^[8]采用 SF_6 和 O_2 气体针对增强电容耦合等离子刻蚀氮化硅,得到氮化硅较好刻蚀参数,但是刻蚀速率较慢。

目前薄膜的干法刻蚀主要包括 RIE 反应离子刻蚀、ICP 等离子刻蚀、IBE 离子束溅射刻蚀^[9];其中 RIE 反应离子刻蚀属于物理和化学共同作用,同时具备溅射刻蚀和等离子刻蚀的刻蚀特点,具有良好的方向性以及较好的选择比^[10]。RIE 浅刻蚀一般情况下采用 CF_4 和 O_2 混合,刻蚀速率慢,且和多晶硅几乎无选择比,无法满足本研究设计的热电堆中钝化层的刻蚀。

1 热电堆中首层热偶条及钝化隔离层的制备及工艺需求

随着 MEMS 半导体器件的微型化发展,红外热电堆探

收稿日期:2021-03-02

* 基金项目:山西省自然科学基金项目(201801D221203)、山西省重点研发计划项目(201903D121123)、高等学校科技创新项目(1810600108MZ)资助

测器的热偶条一般选择双层排布,其有效区域可以减小一般,尺寸大大减小,但是双层结构的制备难度也大大增加。为了保证良好的器件性能,对第 1 层热偶层多晶硅和隔离保护层氮化硅的刻蚀制备要求大大提高,也是整个正面工艺中最关键的部分。如图 1 所示,为双层热电堆探测器中第 1 层电偶条及隔离层制备工艺,其中图 1(b)是制备第 1 层 poly-Si 热偶条,图 1(d)是在多晶硅两侧刻蚀 SiN_x 薄膜,露出多晶硅,以方便和第 2 层热偶条进行欧姆接触。因其多晶硅条设计的长宽比大,对其形貌要求较高;因此就需要在其后的氮化硅薄膜刻蚀露出欧姆接触区时保证多晶硅不受影响。

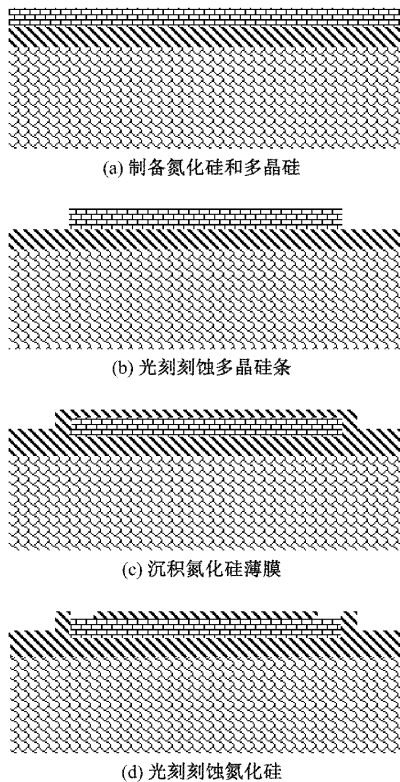


图 1 热电堆首层热偶条及隔离层制备工艺

晶圆中热偶条结构排列密集,尺寸小,长宽比大,其表面的氮化硅刻蚀时的均匀性也是制约器件成品率的关键因素之一。若均匀性差,则其晶圆上不同位置的热偶条结构受损情况不同,导致性能良莠不齐。

本文针对氮化硅的快速率的反应离子刻蚀工艺,主要刻蚀气体采用 SF₆,实验对比测量了不通氧气及通入不同氧气流量,射频功率以及腔室压强等关键参数对氮化硅刻蚀效果的影响,得到速率快,均匀性好,和多晶硅存在良好选择比的刻蚀工艺参数。

2 实验材料及装置

2.1 样品制备

实验采用样品为直径为 4 英寸,电阻率为 0.001~

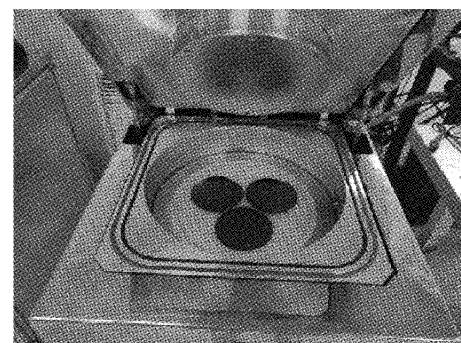
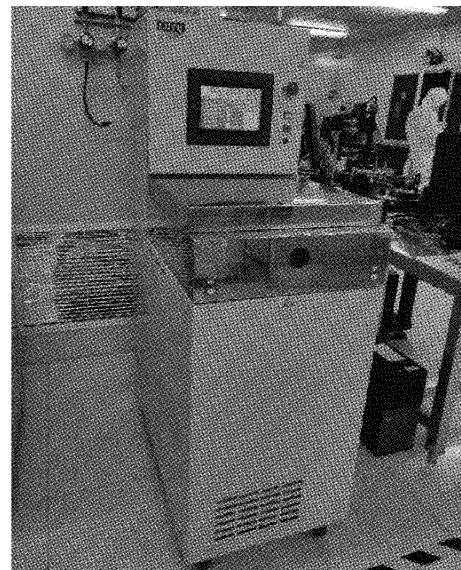
0.005 Ω/cm,晶向为<100>,厚度为 300 μm 的单晶硅晶圆。具体实验过程为:取单抛硅晶圆分别通过 #3 液(H₂SO₄:H₂O₂=3:1)加热至 150 °C 清洗 15 min,去离子水冲洗,随后再放入 #1 液(NH₃·H₂O:H₂O₂:H₂O=1:2:7)60 °C 水浴加热 5 min,去离子水喷淋冲洗,取出后使用氮气冲干。

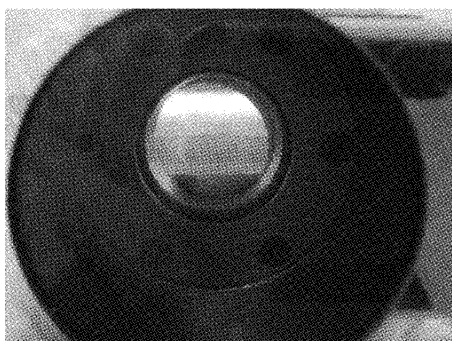
通过 SENTECH 公司的 SI500D 等离子体增强化学气相沉积 ICP-ECVD 设备,通入一定流量比的 SiH₄ 和 NH₃ 气体,在抛光面沉积一层 1 000 nm 厚的氮化硅薄膜^[11]。

通过烘箱 130 °C 烘涂 HMDS 增强光刻胶粘性,采用 AZ6130 型正胶作为刻蚀掩膜,经过前烘预处理、曝光、400K 显影、镜检、氧等离子体扫底膜去除残余浮胶、后烘坚膜等标准图形化工艺。

2.2 实验装置及研究方法

实验刻蚀设备采用的是日本莎姆克公司生产的 RIE-10NR 反应离子刻蚀系统,该刻蚀系统主要可以对氧化硅、氮化硅、硅等材料薄膜进行浅刻蚀,可以实现高精度的侧壁垂直度控制和不同材料之间良好的蚀刻选择性。其实物如图 2 所示,其中图 2(a)为 RIE 刻蚀系统,图 2(b)为刻蚀腔室,图 2(c)为刻蚀过程中反应腔室。





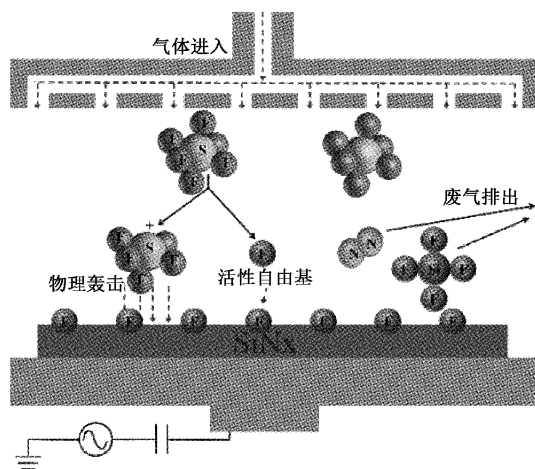
(c) 刻蚀过程中的反应腔室

图2 实验刻蚀机实物图

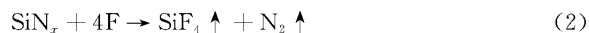
本文欲采用控制变量法进行单一变量实验,分别通过改变氧气流量、射频功率、腔室气压等来刻蚀,可以准确表达某一个工艺参数对刻蚀的影响趋势,还可以估计因素之间各级交互作用效应的大小。

2.3 刻蚀原理

反应离子刻蚀(reactive ion etching, RIE)是主要利用氟基气体,以及氧气氩气等组合,通过启辉放电,使得反应腔室气体产生等离子体,其主要包括分裂形成具有化学活性的活性自由基,电离形成更多的电子和离子^[16]。RIE系统原理如图3所示,启辉放电过程中,产生的活性自由基F到达薄膜表面进行化学反应,产生的挥发性物质随废气排出,而带电离子则对薄膜进行物理轰击,二者相互促进刻蚀,以得到良好的形貌^[12]。

图3 SF₆刻蚀原理

本实验刻蚀气体主要采用SF₆, SF₆与氮化硅进行化学反应,具体反应过程机理如下^[13]:



式中:SF₅⁺表示具有物理轰击作用的带电离子,F表示较强的化学反应性的活性自由基,反应产生的SiF₄是极易挥发的的气体,通过真空系统及尾气处理装置排出反应腔室,以达到刻蚀目的。

3 实验过程及分析

在RIE浅刻蚀过程中,刻蚀气体的不同流量比、腔室的压强、射频的功率等都会对薄膜图形微刻蚀形貌造成影响。不同的参数组合条件下刻蚀得到的图形形貌、速率、均匀性、选择比等都会有所区别。

每个刻蚀效果都存在影响该效果的条件或者因素。这些因素和条件的变化就会引起最终刻蚀效果的变化。实验中一般会采用控制单一变量法或者正交矩阵法来设计影响工艺的主要参数。正交矩阵实验设计所提供的数据分析方法所获得的优选值仅仅是实验所用水准的某种组合,具有很强的摸索性色彩,无法得到参数变化趋势^[14];而控制单一变量法可以准确表达某一个工艺参数对刻蚀的影响趋势,还可以估计因素之间各级交互作用效应的大小,因此本实验采用控制单一变量法。

通过控制单一变量法,主要采用SF₆为刻蚀主要气体,通过改变O₂的流量、射频功率以及腔室压强来分析刻蚀速率、刻蚀均匀性以及氮化硅和光刻胶选择比。最后在同一刻蚀条件下刻蚀多晶硅,得到多晶硅刻蚀的速率及多晶硅和光刻胶的选择比,保证良好的刻蚀形貌,得到氮化硅和多晶硅的较好的选择比。

为了追求高速率,如表1所示,初步设定主SF₆气体的流量为50 sccm;受本设备限制,O₂流量最大设置为40 sccm,功率最大限制为250 W;为了追求较好的均匀性,腔室气压不宜过大。

表1 控制变量实验参数设计

SF ₆ 流量/ sccm	O ₂ 流量/ sccm	射频功率/ W	腔室气压/ Pa
50	0	50	3
	10	100	5
	20	150	7
	30	200	9
	40	250	11

3.1 改变O₂流量刻蚀氮化硅

在O₂流量对刻蚀形貌影响的实验中,通过通入不同流量的O₂,从而改变SF₆和O₂的流量比,从而改变刻蚀过程中F原子的浓度对刻蚀造成影响。

表2 O₂流量的影响

O ₂ 流量/sccm	0	10	20	30	40
速率/(nm·min ⁻¹)	291	357	297	264	238
均匀性/%	4.3	2.9	3.9	3.2	2.3
选择比	2.40	1.55	1.19	1.03	0.93

如表2所示,初步设定SF₆的流量为50 sccm,刻蚀功

率固定为 200 W,腔室压强设置为 11 Pa,调整 O₂ 流量,分别设置为 0,10,20,30,40 sccm,刻蚀时间设置为 3 min 10 s,对氮化硅薄膜进行 RIE 刻蚀。图 4 为不同 O₂ 流量下刻蚀氮化硅的速率以及四寸晶圆均匀性。

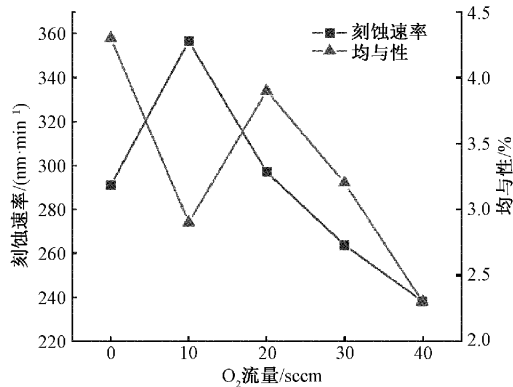


图 4 O₂ 流量与氮化硅刻蚀速率及均匀性的关系

可以看出,通入 O₂ 流量为 10 sccm 时,刻蚀速率相对于无 O₂ 时有所提高,此时刻蚀速率最快,通过分析这是因为 SF₅ 在和氮化硅反应刻蚀时,少量的 O₂ 可以促进 SF₅ 的解离过程,适当增大 F 原子的浓度增快化学反应,从而增大刻蚀速率,刻蚀均匀性得到改善;但随着 O₂ 流量的进一步增大,使得 O 等离子体和氮化硅发生反应产生 SiON 或 SiO_xN_y 的化合物,反应机理如式(3)所示,生成化合物成固体覆盖在氮化硅表面,阻碍 F 活性自由基对氮化硅进一步刻蚀,因此随着 O₂ 流量的进一步增大,氮化硅刻蚀速率降低。在 O₂ 流量增加到 40 sccm 时,因其覆盖的氮氧化物阻挡以及解离的 F 活性自由基与 O₂ 发生碰撞并形成 OF,降低 F 活性自由基浓度,刻蚀缓慢,因此测试显示此条件均匀性也较低^[10]。



3.2 改变射频功率刻蚀氮化硅

在射频功率对刻蚀影响效果的实验中,改变射频功率,就是改变辉光过程中对气体的分解作用,从而改变刻蚀过程中 F 原子的浓度对刻蚀造成影响。如表 3 所示,设定 SF₅ 的流量为 50 sccm, O₂ 的流量设置固定 40 sccm,腔室气压为 11 Pa,射频功率从 50,100,150,200,250 W,每次增加步长设置为 50 W,刻蚀时间 3 min 10 s。

表 3 射频功率的影响

射频功率/W	50	100	150	200	250
速率/(nm·min ⁻¹)	51	168	215	238	400
均匀性/%	12.0	4.5	3.4	2.3	2.0
选择比	0.90	4.30	4.30	0.93	0.90

通过台阶仪对刻蚀前后台阶高度进行测量,绘制不同功率条件下氮化硅刻蚀速率以及均匀性变化趋势,如图 5 所示。

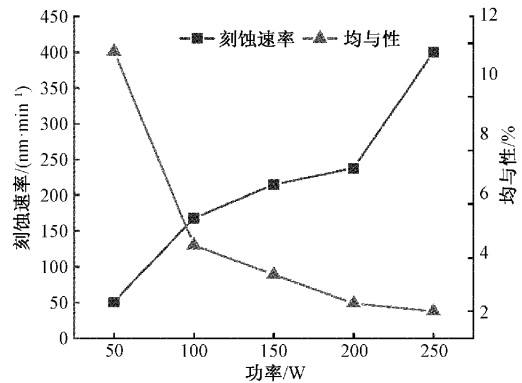


图 5 功率与氮化硅刻蚀速率及均匀性的关系

由图 5 观察可知,随着功率的提高,使得氮化硅的刻蚀速率也大大提高,非均匀性改善至 2% 左右。研究分析这是因为功率增大,使得电子和入射离子的能量增大,提高了物理轰击作用^[15];除此之外,在辉光放电中气体的离化作用和分解作用加剧,使得等离子体浓度增强,密度增大,因此刻蚀速率增大。物理作用和化学作用共同提高了刻蚀的速率。在辉光放电过程中,发现反应腔室的颜色也由浅红色变为紫红色,颜色加深,这也说明等离子浓度得到了提高。

3.3 改变腔室气压刻蚀氮化硅

在腔室压强对刻蚀影响效果的实验中,改变压强,换句话说也改变了刻蚀过程中 F 原子的浓度从而对刻蚀造成影响。如表 4 所示,设定 SF₅ 和 O₂ 的流量分别为 50 sccm 和 40 sccm,射频功率固定为 200 W,改变腔室压强,从 3 Pa 递增到 11 Pa,每次增加步长设置为 2 Pa,刻蚀时间 3 min 10 s。

表 4 腔室气压的影响

腔室气压/Pa	3	5	7	9	11
速率/(nm·min ⁻¹)	213	219	236	244	238
均匀性/%	4.2	2.4	3.5	2.9	2.3
选择比	0.65	0.69	0.73	0.88	0.93

通过台阶仪对刻蚀前后台阶高度进行测量,绘制不同压强条件下氮化硅刻蚀速率以及均匀性变化趋势,如图 6 所示。

腔室压强从 3 Pa 增大到 11 Pa,氮化硅的刻蚀速率先缓慢增大,在 9 Pa 时达到最高值,随后稍微降低。气压在 3~9 Pa 时刻蚀速率增大,是因为参与反应的气体浓度提高,使得电离的 F⁺ 增加,从而使得速率增大;从 9 Pa 继续增加到 11 Pa 时,反应离子浓度继续增大,但是他们的自由程减小,从而增加了粒子碰撞频率,使得粒子能量部分损失,物理轰击的作用大大减弱,刻蚀速率下降。反应离子刻蚀的均匀性与物理机制无关^[16]。压强增大,使得刻蚀腔室中气体浓度相对更加均匀,刻蚀均匀性整体呈改善趋势,压

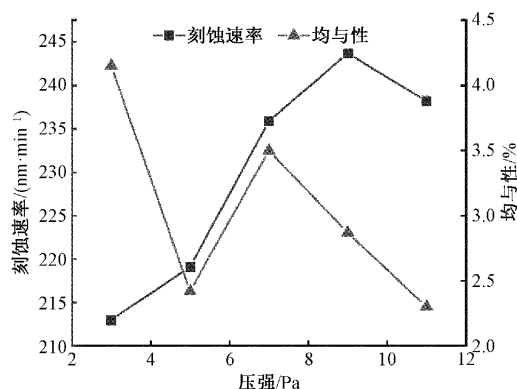


图6 腔室压强与氮化硅刻蚀速率及均匀性的关系

强为7 Pa左右时,出现转折点,分析原因可能是此时样品表面反应离子浓度梯度增大,均匀性较差。

结合以上实验数据,优化刻蚀条件,选择 SF_6 流量50 sccm, O_2 流量10 sccm,射频功率为250 W,腔室压强设置为11 Pa,分别对氮化硅和多晶硅分别进行刻蚀3 min,氮化硅刻蚀速率为509 nm/min,刻蚀均匀性为2.4%,其刻蚀形貌如图7所示;该刻蚀条件下,多晶硅刻蚀速率为94.5 nm/min,其刻蚀形貌如图8所示,氮化硅和多晶硅刻蚀选择比为5.39。也可以根据需求通过改变压强设置为5 Pa,其余参数不变,氮化硅刻蚀速率可以降低至297 nm/min,非均匀度为2.12%。

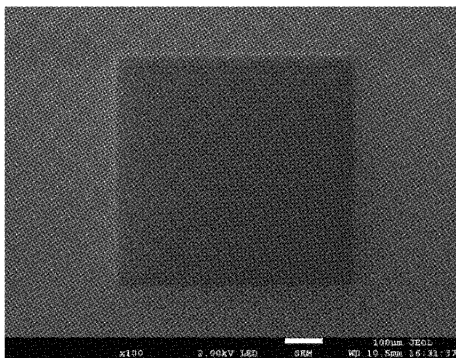


图7 氮化硅刻蚀后凸台表面SEM形貌

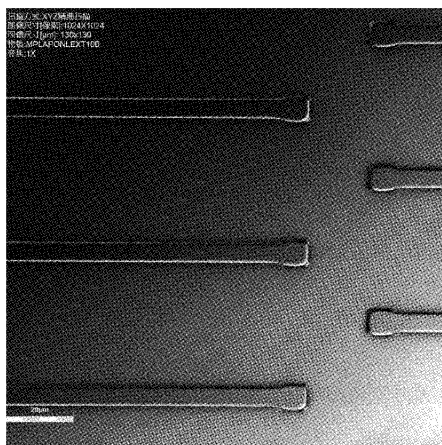


图8 超高长宽比结构刻蚀形貌

4 结 论

本文利用RIE-10NR反应离子刻蚀机,对ICPECVD制备的氮化硅薄膜进行刻蚀,采用 SF_6 气体为主刻蚀气体,研究了不同 O_2 流量、不同射频功率及不同腔室压强进行系列实验,研究不同工艺条件对氮化硅刻蚀形貌、速率以及均匀性的影响,最后整合优化工艺参数。研究表明不同氧气流量、腔室压强以及射频功率对刻蚀存在一定影响,可以通过不同参数配比得到需求菜单;本文实验可以通过RIE浅刻蚀在保证更快速率的情况下得到较好的均匀性,可对MEMS工艺加工以及其他材料刻蚀提供参考。

参考文献

- [1] 闻震利,曹晓宁,周春兰,等.沉积温度对等离子增强化学气相沉积法制备的 $\text{SiN}_x:\text{H}$ 薄膜特性的影响[J].物理化学报,2011,27(6):1531-1536.
- [2] 赵润,高鹏飞,刘浩,等.氩稀释无氢氮化硅薄膜的制备[J].微纳电子技术,2016,53(5):345-350.
- [3] 解占壹,蔡爱玲,孙荣霞.PECVD低功率沉积氮化硅薄膜研究[J].电子测量技术,2012,35(5):22-24.
- [4] 黎威志,陶毅,亢喆,等.流量及温度对低频PECVD氮化硅薄膜性能的影响[J].压电与声光,2010,32(4):634-637,641.
- [5] XU D, WANG Y L, XIONG B, et al. MEMS-based thermoelectric infrared sensors: A review [J]. Frontiers of Mechanical Engineering, 2017, 12(4): 557-566.
- [6] 曲鹏程,唐代飞,向鹏飞,等.氮化硅等离子体刻蚀工艺研究[J].电子科技,2017,30(8):153-155.
- [7] 魏育才. CF_4 和 O_2 等离子体刻蚀改善氮化硅薄膜形貌研究[J].集成电路应用,2019,36(7):40-43.
- [8] 白金超,王静,赵磊,等.氮化硅的ECCP刻蚀特性研究[J].液晶与显示,2017,32(7):533-537.
- [9] 严剑飞,袁凯,太惠玲,等.二氧化硅的干法刻蚀工艺研究[J].微处理机,2010(2):16-18,22.
- [10] GUZEL F D, PITCHFORD W H, KAUR J. Controlled gradual and local thinning of free-standing nanometer thick Si_3N_4 films using reactive ion etch [J]. Microsystem Technologies: Micro- and Nanosystems Information Storage and Processing Systems, 2020, 26(1): 1167-1172.
- [11] 王心心,梁庭,熊继军,等.ICPECVD制备氮化硅薄膜工艺的研究[J].仪表技术与传感器,2016(2):8-11.
- [12] 李佳青.氮化钽金属薄膜干法刻蚀的研究[D].上海:复旦大学,2011.
- [13] 苟君,吴志明,太惠玲,等.氮化硅的反应离子刻蚀研究[J].电子器件,2009,32(5):864-866,870.
- [14] 程敬丽,郑敏,楼建晴.常见的试验优化设计方法对比[J].实验室研究与探索,2012(7):7-11.

- [15] CHOUDHARY A, CUGAT J, PRADEESH K, et al. Single-mode rib waveguides in (Yb, Nb):RbTiOPO₄ by reactive ion etching [J]. Journal of Physics D Applied Physics, 2013, 46(14):145108.
- [16] 董璐,方华斌,刘景全,等. 压电型微悬臂梁制备中 RIE 刻蚀硅工艺的研究[J]. 微细加工技术, 2006(5): 47-50,54.

作者简介

关一浩, 硕士研究生, 主要研究方向为红外热电堆测温技术研究。

E-mail: guanyih19@163.com

雷程, 高级实验师, 主要研究方向为微纳红外传感、微纳压力传感及微纳器件制造与系统集成。

E-mail: leicheng@nuc.edu.cn