

文章编号: 1001- 4322(2000)02- 0181- 04

# 驱动光束不均匀性研究中的硅平面薄膜<sup>\*</sup>

周 斌<sup>1</sup>, 韩 明<sup>2</sup>, 陆卫昌<sup>1</sup>, 徐 平<sup>1</sup>, 赖珍荃<sup>1</sup>, 沈 军<sup>1</sup>,  
邓忠生<sup>1</sup>, 吴广明<sup>1</sup>, 张勤远<sup>1</sup>, 陈玲燕<sup>1</sup>, 王 珏<sup>1</sup>

(1. 同济大学波耳固体物理研究所, 上海 200092; 2. 中科院上海冶金所, 上海 200050)

**摘 要:** 介绍以氧化、扩散、光刻等现代半导体技术结合化学腐蚀工艺实现对 Si 片的定向自截止腐蚀, 制备获得用于研究驱动光束不均匀性的自支撑 Si 平面薄膜的工艺。通过台阶仪测量厚度在 3~ 4 $\mu\text{m}$  的 Si 平面薄膜, 在扫描范围为 1000 $\mu\text{m}$  时, 它的表面粗糙度为几十纳米; SEM 测量表明, Si 薄膜表面颗粒度在纳米量级; 探讨了采用控制扩散、腐蚀参数和表面修饰处理来降低 Si 膜表面粗糙度的方法。

**关键词:** Si 平面薄膜; 瑞利-泰勒不稳定性; ICF 分解实验; 驱动光束不均匀

**中图分类号:** O484.5 **文献标识码:** A

高增益直接驱动惯性约束聚变实验成功与否的关键问题, 是要以均匀的驱动激光光束辐照充有氘和氚燃料的球形靶丸, 实现聚心压缩。困扰实验的两个重要问题是靶丸表面的不均匀性和驱动光束的空间不均匀性, 引起的激光烧蚀后的瑞利-泰勒流体力学不稳定性 (R-T. Instability) 的增长, 导致对核燃料聚心压缩的破坏, 使点火失败。

采用分解实验是研究 R-T 不稳定性的重要方法, 已研制具有正弦起伏图形的掺溴聚苯乙烯平面调制箔靶用于模拟靶丸表面不均匀对 R-T 不稳定性的作用<sup>[1,2]</sup>。近年来, 国外已有报道<sup>[3,4]</sup>开展对驱动光束不均匀性的分解实验研究, 实验利用 X 光激光作为探针研究平面薄膜在驱动激光作用下的演变过程, 获得驱动激光光束不均匀性对 R-T 不稳定性的作用。在国内, 因此, 用于分解实验的平面薄膜的研究与制备, 便十分需要。确定以基频光 (1.06 $\mu\text{m}$ ) 辐照银 (Ag) 靶产生的波长为 14.0nm 的 X 光激光作为探测激光, 以低强度的 1.06 $\mu\text{m}$  基频光辐照烧蚀 Si 平面薄膜, 测量激光烧蚀引起的 Si 膜的变化, 成像于图像传感器 (CCD), 获得激光烧蚀不均匀的信息从而获得驱动激光空间不均匀性的信息。

实验对 Si 平面薄膜的要求是: 自支撑, 厚度在 3~ 4 $\mu\text{m}$ , Si 薄膜的表面粗糙度小, 在 1000 $\mu\text{m}$  范围内力争控制表面粗糙度在 10nm 内。针对这一要求, 开展对 Si 薄膜制备工艺的研究, 克服 Si 膜性脆、成膜性能差的缺点, 以现代半导体工艺中的氧化、扩散、光刻技术结合化学腐蚀工艺实现对 Si 片的定向自截止腐蚀, 获得自支撑 Si 平面薄膜, 并对 Si 平面薄膜的各项参数进行测量。

## 1 实验与测量

Si 是一种性脆易碎的半导体材料, 成膜性能较差, 采用常规的热蒸发、溅射结合脱膜工艺制备的 Si 膜, 当厚度达到 200nm 以上就会出现膜层剥落的现象, 无法制备微米量级的自支撑 Si 膜。但是, 80 年代以来, 人们在应用 Si 的电学性能的同时, 也开始将 Si 作为一种具有良好的机械性能的材料, 采用现代半导体工艺制备大量 Si 的微机械结构, 如应用于传感器中的 Si 膜<sup>[5]</sup>。借鉴 Si 微结构传感器的制备工艺, 将现代半导体技术与化学腐蚀工艺结合, 制备获得了 Si 平面薄膜。

### 1.1 Si 平面薄膜的制备工艺 (流程)

(1) Si 片选择: 选用经过抛光的厚度为 (260 $\pm$ 10) $\mu\text{m}$ 、电阻率  $\rho$  为 3~ 6 $\Omega \cdot \text{cm}$  的 n 型 Si 片, 以晶面

\* 国家 863 惯性约束聚变领域 (863-416-3-6 6) 和中物院外基金资助课题 (970213)  
1999 年 11 月 18 日收到原稿, 2000 年 1 月 13 日收到修改稿。  
周 斌, 男, 1970 年 3 月出生, 讲师, 在职博士生

(100) 作为扩散和腐蚀平面。

(2) Si 片清洗: 表面清洁的 Si 片是实验成功的基础。清洗的步骤是: 先去油脂, 以  $\text{H}_2\text{SO}_4$  -  $\text{H}_2\text{O}_2$  (90% - 10%) 的洗液浸泡, 加热至沸腾后用去离子水冲洗 15 分钟; 加入  $\text{H}_2\text{O}$  -  $\text{H}_2\text{O}_2$  - 氨水 (5 - 2 - 1) 溶液烧至沸腾后以去离子水冲洗 15 分钟; 再加入  $\text{H}_2\text{O}$  -  $\text{H}_2\text{O}_2$  -  $\text{HCl}$  (8 - 2 - 1) 溶液烧至沸腾后再用去离子水冲洗 15 分钟后, 烘干备用。

(3) 硼(B)扩工艺: 在 Si 片的一面(B 扩面)扩 B, 以固态  $\text{B}_2\text{O}_3$  为源, 预淀积条件为 1080 °C 下 1 小时, 再以 1140 °C 再分布 3 小时, 获得杂质 B 的扩散深度为 3~ 4  $\mu\text{m}$ , 扩散深度即为最后获得 Si 平面薄膜的厚度。

(4) 钝化膜的生长: 取出扩散 Si 片, 先进行氧化工艺, 氧化后在 Si 片的正反两面生成厚度为 400nm 的氧化层, 氧化工艺为 1180 °C 下干氧氧化 15 分钟, 湿氧氧化 45 分钟和再干氧氧化 15 分钟。再采用 LPCVD 方法在  $\text{SiO}_2$  氧化层上长一层  $\text{Si}_3\text{N}_4$  层, 厚度为 150~ 200nm。  $\text{SiO}_2$  和  $\text{Si}_3\text{N}_4$  是用作定向腐蚀时的钝化保护层。

(5) 光刻工艺: 通过光刻在非 B 扩面(腐蚀面)的钝化层上获得腐蚀图形, 采用紫外曝光, 光刻胶为 A 1818 型正胶, 光刻板的基本尺寸为 7mm  $\times$  7mm, 其中腐蚀区域面积为 5mm  $\times$  5mm。

(6) Si 片的定向自截止腐蚀: 选用合适的腐蚀剂进行定向的自截止腐蚀, 通过控制腐蚀液的浓度和温度来控制腐蚀速率。当腐蚀液腐蚀至含有扩散 B 杂质的 Si 面时, 腐蚀速率急剧降低, 达到控制 Si 薄膜厚度的目的, 这一工艺称为自截止腐蚀。

(7) 去钝化层: 以热磷酸去除  $\text{Si}_3\text{N}_4$  层后, 再以 HF 漂去  $\text{SiO}_2$  层, 以大量去离子水冲洗。

(8) 划片: Si 片经清洗后划片, 获得 Si 平面薄膜, 有效面积为 5mm  $\times$  5mm, 四周以 1mm 宽度的未腐蚀的 Si 材料为支撑。

采用此工艺获得的自支撑 Si 平面薄膜的厚度在 3~ 4  $\mu\text{m}$ , 样品尺寸为 7mm  $\times$  7mm, 其中 Si 平面薄膜的有效面积为 5mm  $\times$  5mm, 薄膜呈棕色, 半透明。

## 1.2 测量

以  $\alpha$ -step 500 型台阶仪测量 Si 平面薄膜的厚度和 B 扩面、腐蚀面上的表面粗糙度; 采用 SEM 获得 Si 薄膜的表面形貌和微结构。

## 2 结果与讨论

### 2.1 Si 平面薄膜的表面粗糙度

表面粗糙度是 Si 平面薄膜的一个重要参数, 采用台阶仪测量 Si 薄膜正、反两面(B 扩面、腐蚀面)的粗糙度。测量用 Si 薄膜的厚度为 4.037  $\mu\text{m}$ , 测量参数为: 探针压力是 17.9 mN, 扫描范围为 3000  $\mu\text{m}$ 、1500  $\mu\text{m}$ 、1000  $\mu\text{m}$  和 600  $\mu\text{m}$ 。

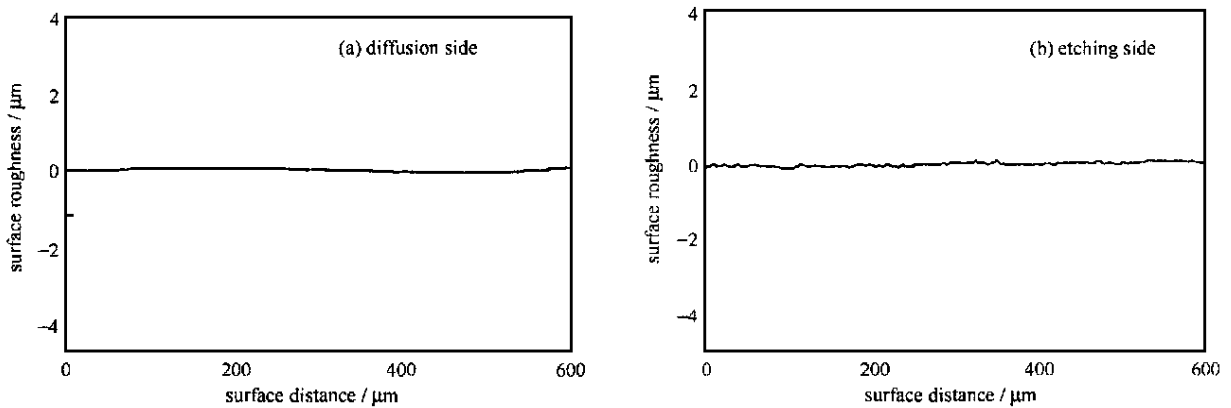
表 1 是 Si 平面薄膜表面粗糙度的测量结果。测量显示, Si 平面薄膜的表面粗糙度在几十 nm 至 100nm 的范围。在扩 B 的一面, 扫描范围越大, 表面粗糙度越大, 这与扩散过程引起的对 Si 衬底材料的晶格结构的损伤有关; 在腐蚀的一面, 其表面粗糙度在 25 nm 左右, 表明自截止腐蚀过程的均匀性较好。图 1 是 Si 平面薄膜的 B 扩面和腐蚀面的表面粗糙度测量结果, 测量扫描范围为 1000  $\mu\text{m}$ 。

### 2.2 Si 平面薄膜的表面形貌

以 SEM 观察 Si 平面薄膜中 B 扩面和腐蚀面的表面形貌和微结构, 用 SEM 观察了 4.037  $\mu\text{m}$  的 Si 平面薄膜的 B 扩面和腐蚀面的表面形貌。测量结果表明: 在 5000 倍放大下, Si 膜表面平整, Si 膜颗粒尺寸在纳米量级。

表 1 Si 平面薄膜的表面粗糙度

sweep range/ $\mu\text{m}$	surface roughness/nm	
	diffusion side	etching side
3000	130.0	25.1
1500	101.1	22.7
1000	48.3	29.4
600	31.4	20.2

Fig 1 Surface roughness of thin silicon foil(600 $\mu\text{m}$ )图1 Si平面薄膜的表面粗糙度测量(600 $\mu\text{m}$ )

### 3 讨论

#### 3.1 腐蚀参数的选择

Si膜的制备是利用掺有B杂质的Si的自截止腐蚀机制<sup>[6]</sup>实现的,即在掺杂浓度超过 $N_0$ (恒定腐蚀速率区和快速下降区渐近线的交点对应的掺杂浓度)时,腐蚀速率快速降低使腐蚀截止。常用的腐蚀液有有机腐蚀剂和无机腐蚀剂,由于有机腐蚀剂有一定的毒性,在Si平面薄膜的制备中采用无机的KOH系列腐蚀剂。KOH腐蚀剂的浓度、温度和掺杂B的浓度对腐蚀速率有很大影响。

通过实验摸索,确定KOH腐蚀剂的浓度为50%,温度为50,掺杂B的浓度为 $10^{19}\text{cm}^{-3}$ 。在这一条件下, Si的(100)晶面的腐蚀速率约为 $7\mu\text{m}/\text{h}$ , Si的(100)晶面与(111)晶面的腐蚀速率比为400<sup>[6]</sup>。按此条件,腐蚀厚度为 $(260 \pm 10)\mu\text{m}$ 、电阻率为 $3\sim 6\Omega \cdot \text{cm}$ 的n型(100)晶面Si片至 $3\sim 4\mu\text{m}$ ,需30~40小时。

#### 3.2 表面粗糙度的控制

由表1可知, Si薄膜的扩B面上表面粗糙度较大(约几十纳米),在腐蚀面上表面粗糙度小于30nm。分析实验的流程对这一现象的解释是:在扩B面,由于经历高温的B扩散过程且掺杂B的浓度较高( $10^{19}\text{cm}^{-3}$ 量级),对Si材料的晶格结构产生破坏,导致Si薄膜上这一面的粗糙度较大;而在腐蚀面,由于腐蚀速率慢,化学腐蚀均匀性好,使获得的腐蚀面整个的均匀性较好,表面粗糙度较小。

表面粗糙度是Si平面薄膜的重要参数,控制表面粗糙度应从几个方面着手:(a).采用抛光更好的衬底Si片,实验所用的Si片仅由一般化学抛光处理,它的表面粗糙度在几十纳米量级;(b).进一步优化实验参数,如掺杂浓度、扩散条件和腐蚀剂配比来改善表面粗糙度;(c).对现有条件下获得的Si薄膜,进行后处理修饰其表面来改善它的表面粗糙度,采用的方法可用在Si膜表面再以溅射工艺沉积一薄层的Si膜,厚度可控制在100nm,对其表面进行修饰以降低Si平面薄膜的表面粗糙度。这几个方面的实验工作目前正在进行中。

### 4 结论

以现代半导体制备工艺结合自截止腐蚀工艺,已制备获得厚度在 $3\sim 4\mu\text{m}$ 的自支撑Si平面薄膜。对Si平面薄膜的测量表明:在1000 $\mu\text{m}$ 扫描范围内, Si平面薄膜的B扩面和腐蚀面的表面粗糙度分别在50nm和20nm左右;SEM测量显示, Si薄膜的颗粒尺寸在纳米量级。进一步改善其表面粗糙度的几种方法正在探索中。

#### 参考文献:

- [1] 周斌,王珏,沈军等. ICF分解实验中的平面调制靶[J]. 强激光与粒子束, 1997, 9(4): 636~640
- [2] 周斌,王珏,沈军等. 用于ICF实验的掺溴聚苯乙烯平面调制箔靶[J]. 物理, 1998, 27(11): 687~690

- [3] Kalantar D H, Da Silva L B, Glendinning S G et al Extreme ultraviolet probing of laser imprint in a thin foil using an X-ray laser backlighter [J]. *Rev Sci Instrum*, 1997, **68**(1): 802~ 805.
- [4] Kalantar D H, Key M H, Da Silva L B, et al Measurement of 0.35  $\mu\text{m}$  laser imprint in a thin Si foil using an X-ray laser backlighter [J]. *Phys Rev Lett*, 1996, **76**(19): 3574~ 3577.
- [5] Petersen K E. Silicon as a mechanical material [J]. *Proceedings of the IEEE*, 1982, **70**(5): 420~ 457.
- [6] 黄庆安 硅微机械加工技术[M], 北京: 科学出版社, 1996

## THIN SILICON FOIL USED TO STUDY THE SPATIAL NONUNIFORMITY IN THE DRIVEN INTENSITY

ZHOU Bin<sup>1</sup>, HAN Ming<sup>2</sup>, LU Weichang<sup>1</sup>, XU Ping<sup>1</sup>, LAI Zhenquan<sup>1</sup>, SHEN Jun<sup>1</sup>, DENG Zhongsheng<sup>1</sup>,  
WU Guangming<sup>1</sup>, ZHANG Qin-yuan<sup>1</sup>, CHEN Ling-yan<sup>1</sup>, WANG Jue<sup>1</sup>

1. *Pohl Institute of Solid State Physics, Tongji University, Shanghai 200092 China*

2. *Shanghai Institute of Metallurgy, Chinese Academy of Science, Shanghai 200050 China*

**ABSTRACT:** The preparation process of thin silicon foil used to study the spatial nonuniformity in the laser driven intensity was introduced. Oxidation, diffusion, photoetching process and etching technology were adopted to achieve thin silicon foil with a thickness of 3 to 4 micrometers. The surface roughness was about 10nm and the grain size of silicon foil was nanometer scale. The preparation parameters were studied to control the roughness of thin silicon foil.

**KEY WORDS:** thin silicon foil; Rayleigh-Taylor instability; ICF; spatial nonuniformity