

文章编号: 0253-2239(2006)09-1350-4

# 湿法腐蚀进程的红外热像学研究\*

范 超 叶玉堂 刘 霖 陈镇龙 焦世龙 吴云峰 王昱琳 田 晓

(电子科技大学光电信息学院, 成都 610054)

**摘要:** 提出了一种研究湿法腐蚀进程的新方法——红外热像法。在湿法腐蚀中,金属或半导体基片浸泡在化学试剂中,由于化学能的作用,会在溶剂中产生热能,从而发出红外辐射,利用红外热像仪,将探测到的红外辐射信号送至计算机进行处理,得到热像图,从而可以对湿法腐蚀的进程进行分析。理论分析和实验结果都表明,红外热像法可以直观地观测到湿法腐蚀时显著的热扩散过程,从而对湿法腐蚀进程的监测、控制具有指导意义,同时也是红外技术应用的扩展。

**关键词:** 成像系统; 红外热像; 湿法腐蚀; 半导体

中图分类号: TN3 文献标识码: A

## Study of Infrared Thermal Image in Process of Wet Etching

Fan Chao Ye Yutang Liu Lin Chen Zhenlong Jiao Shilong Wu Yunfeng

Wang Yulin Tian Xiao

(School of Optoelectronic Information, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054)

**Abstract:** A new method to study wet-etching process, infrared thermal image, is proposed. In wet-etching process, the substrate of metal or semiconductor is dipped in chemical reagent, and the thermal energy and infrared emission are released because of the chemical energy. The signal of infrared emission is detected and sent to computer to be processed, the infrared thermal image is obtained, and process of wet etching can be analyzed by the signal. Theoretical analysis and experimental results show that the thermal diffusion can be monitored by the new infrared thermal image method directly, which is useful for monitoring and controlling wet-etching. And it is also an expansion of infrared technology.

**Key words:** imaging systems; infrared thermal image; wet etching; semiconductor

## 1 引 言

腐蚀技术在半导体工艺中占有很重要的地位,对诸如半导体激光器<sup>[1]</sup>等半导体器件的性能有着非常大的影响,它包括干法腐蚀和湿法腐蚀。干法腐蚀具有明显的各向异性,并且具有较好的可重复性、可控性及在半导体加工中易实现连续生产等优点,但其对样品有很强的物理作用,会造成离子轰击引起的损伤,而且干法腐蚀对不同材料的选择性腐蚀

比较差。湿法腐蚀由于其所用设备简单,对样品的低损伤和高选择性,并且又是显示晶体非完整性(如位错、层错、晶界等)的有效方法,从而在 III-V 族化合物的器件工艺和材料缺陷评价中得到广泛的应用<sup>[2]</sup>。因此,湿法腐蚀的研究具有非常重要的意义。

国内外学者在研究湿法腐蚀时,重点放在了溶剂及其配比以及不同外界条件下的腐蚀研究。例如,Donald 和 Kenneth 等<sup>[3~5]</sup>对硅的各向异性腐蚀

\* 国家自然科学基金(60277008)、教育部重点项目(03147)、四川省科技厅资助课题(04GG021-020-01)和国防科技重点实验室基金(514910501005DZ0201)资助课题。

作者简介: 范 超(1980~),男,四川人,电子科技大学光学工程专业硕博连读研究生,主要从事 OEICS 工艺及电路、红外热图像处理方面的研究。E-mail: fanchao41@126.com

导师简介: 叶玉堂(1946~),教授,博士生导师,主要从事 OEIC、红外热图像处理等方面的研究。  
E-mail: ytye@uestc.edu.cn

收稿日期: 2005-08-25; 收到修改稿日期: 2006-01-07

的论述;Mailis<sup>[6]</sup>和Minsky<sup>[7]</sup>等对激光诱导腐蚀的研究;通过偏振红外吸收光谱技术发现化学制备的呈台阶状的Si(111)的表面结构受到缓冲的HF溶液的PH值的影响<sup>[8]</sup>;电化学腐蚀方法制备多孔硅<sup>[9]</sup>;选择腐蚀制备InP基于谐振腔增强的光探测器等<sup>[10]</sup>。在腐蚀的机理研究方面,有利用晶体生长理论来分析单晶的湿法化学腐蚀数据;Seidel等<sup>[11]</sup>提出的结合固体物理能带理论和电化学理论描述硅各向异性腐蚀过程等。

对国内外学者的研究进行分析可知,他们的研究均没有涉及到腐蚀本身的过程,也就不利于腐蚀中间过程的分析<sup>[12]</sup>。同时由于腐蚀现象本身是不可见的,这也加大了腐蚀进程研究的难度,而腐蚀进程的研究,对腐蚀的监测和控制有着重大的指导意义。本文提出的红外热像法可以有效地解决以上的问题,将腐蚀的进程可视化,为腐蚀进程的理解提供了一种参考依据,是对腐蚀机理研究的有益补充,同时,这也是红外技术应用的一种扩展。

## 2 实验方法

红外热像法观测腐蚀进程的实验装置如图1所示,是腐蚀、红外、机械、计算机的综合。它主要分为腐蚀装置、红外热像仪及三维平台和计算机等三大部分。红外热像仪安置在三维平台上,由计算机控制,通过空间位置的调节来提高观测范围;腐蚀进程中的红外辐射信号通过红外热像仪传输到计算机进行实时处理;计算机同打印机相连,可以即时打印红外图像。

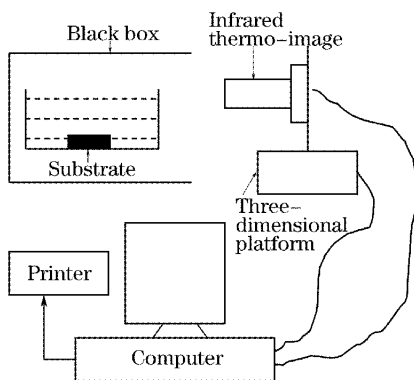


图1 红外热像法观测腐蚀进程实验装置

Fig.1 Schematic of infrared thermo-image method in wet-etching monitoring

红外热像仪的性能参量决定了实验效果的优劣,灵敏度越高越能反映腐蚀进程的真实过程。这里我们采用的是SAT-HY600红外热像仪,其基本

性能参量是响应率为4 mV/K,温度分辨力可达到0.1 °C。本实验进行了应用较为广泛的GaAs基片在稀H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>中的腐蚀研究,选用了体积比为 $x(\text{H}_2\text{SO}_4):x(\text{H}_2\text{O}_2):x(\text{H}_2\text{O})=1:1:18$ 的腐蚀液。

实验的具体步骤是:按照实验规程,先将GaAs依次用丙酮、酒精和去离子水等进行清洗后放置在腐蚀剂中,然后通过计算机软件控制红外热像仪,使其每5 s采集一幅图像,连续采集120 min,共计1440幅图像。为了减少外界因素的影响而真实反映基片本身的腐蚀进程,腐蚀是在无搅动情况下进行的,并且还要注意对红外噪声的去除,因为我们在实际操作中发现,人体温度、太阳辐射等都将影响到最后图像的效果,这里我们采取的措施是设置黑箱,如图1所示。

## 3 实验结果及讨论

所采集的1440幅图像按时间顺序直观地再现了整个腐蚀过程的变化。从中截取了有明显颜色深浅(即灰度)变化的14幅图加以分析,如图2所示。图下方标注了该反应的时刻,作为研究腐蚀进程规律的重要参量。

从这一系列图中可以观察到在腐蚀过程中有以下几个特点:

1) 红外热图可以很直观地反映腐蚀的进程:从把GaAs基片放入腐蚀溶剂中开始,在第50 s的时刻可以观察到出现了明显的变化,如图2(a)所示。图中右下角的深色的位置是基片的位置,也是反应的核心所在,周围的浅色区域是从反应的核心通过腐蚀剂向外扩散的区域。图中的颜色深浅反映的是灰度的梯度,也就是热扩散的梯度。反应由开始到结束,先是图像颜色深度逐渐加深,然后再逐渐减退。整个过程在持续了6225 s后腐蚀反应几乎停止(主要是腐蚀剂的消耗),从该时刻起就没有热能产生,也就没有红外辐射的产生,图像恢复到同图2(a)相似的状态,亦即初始环境状态,如图2(n)所示。

2) 红外热图还直观地反映了腐蚀反应的剧烈程度,反应核心处深色区域的大小标明了反应的强弱。在相同实验条件下,通过与同一时刻腐蚀的基片的实际图像相对比,甚至可以分析腐蚀反应所进行到的具体阶段,图2(d)所示实验进行到410 s时反应还比较缓和,此时观测到基片实际图像如图3(a)所示;到如图2(f)所示实验进行到1350 s时,反应已比较剧烈,此时观测到基片实际图像如

图 3(b)所示;当实验进行到第 1800 s 时,腐蚀反应进入了最剧烈的阶段,如图 2(g)所示;而当颜色消退时表明反应开始减弱,直至反应结束时反应核心

处的深色也消失掉了。可以说,红外热图实际上就是腐蚀进程的客观反映。

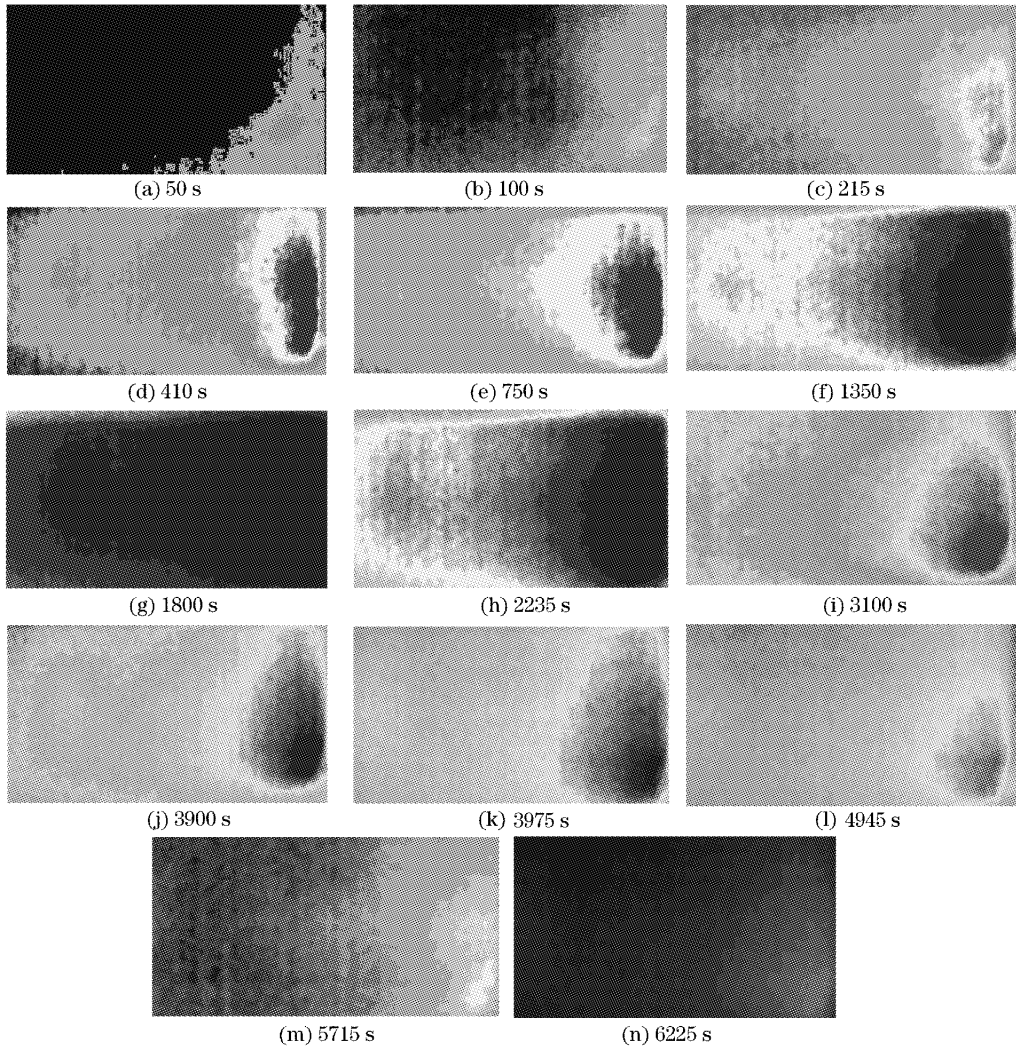


图 2 红外热像灰度图

Fig. 2 Picture of infrared thermo-image

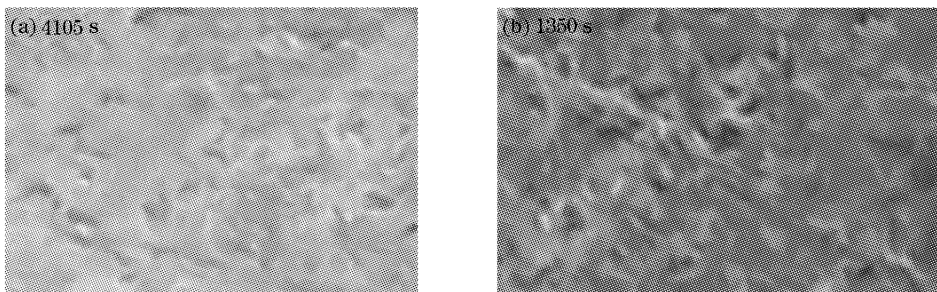


图 3 实测基片腐蚀情况

Fig. 3 Picture of substrate in wet-etching

3)分析整个腐蚀的过程,从开始到反应最剧烈的时间远远短于从最剧烈时刻到消退结束的时间,后者所需时间几乎是前者的 2 倍。同时,腐蚀消退

过程产生的图像可以看作是腐蚀反应过程产生图像的逆过程,只是达到同一颜色深度(即灰度)所需要的时间更长。这是因为:在实验的开始阶段,由于腐

蚀剂的浓度很高,因此反应很快,热能被迅速积累并通过腐蚀剂以热源(基片)为中心向外扩散,由此显出热的梯度,直至反应的最剧烈阶段。之后腐蚀进程仍然没有结束,热量继续产生,只是由于腐蚀剂浓度的降低加上基片表面生成物的影响等而使反应逐步减弱、速度减缓,红外热像图开始消退。因此从反应最剧烈时刻到消退结束的时间要远远大于从开始到反应最剧烈的时刻。

4) 实验中还可以发现图像颜色深浅总的规律是先增强后减弱。但是,在某些时间段内会有反复,即在图像中体现在颜色减弱之后会突然再增强,如图 2(j)和图 2(k)所示。而且这不是偶然的,在实际的实验过程中发现了这类现象随机地发生,分析其原因是由于在反应过程当中,会有某些离子随机地吸附在基片的表面,阻碍腐蚀的持续进行,导致了腐蚀进程的的不均匀性。

## 4 结 论

综上所述,理论分析和实验结果都表明,红外热像法可以客观地反映整个腐蚀的进程。随着腐蚀过程的进行,浸泡在腐蚀剂中基片的红外辐射随之发生变化,对应地表现在红外热图的变化,通过计算机对红外热图的采集和处理,从而将不可见的腐蚀过程转变为对腐蚀可视化地实时监测。这对理解腐蚀的机理,研究腐蚀的进程提供了又一种可行、有效的方法。红外热像法现在处于实验的初期,主要在于证明方法的切实可行。在以后的工作中将进一步的对腐蚀进程的定标甚至对腐蚀进程的控制等进行更深入地研究。

## 参 考 文 献

- 1 Wu Genzhu, Du Baoxun, Yang Jinhua *et al.*. Design principle and fabrication of semiconductor microdisk lasers[J]. *Acta Optica Sinica*, 2002, **22**(5): 563~567 (in Chinese)  
吴根柱,杜宝勋,杨进华等. 半导体微碟激光器设计原理与工艺制作[J]. 光学学报, 2002, **22**(5): 563~567
- 2 Notten P H L, Van den Meerakker Jeam, Kelly J J. *Etching of III-V Semiconductors, an Electrochemical Approach* [M]. Oxford: Elsevier Advanced Technology, 1991
- 3 Donald F. Weirauch. Correlation of the anisotropic etching of single-crystal silicon spheres and wafers[J]. *J. Appl. Phys.*, 1975, **46**(4): 1478~1483
- 4 Kenneth E. Bean. Anisotropic etching of silicon [J]. *IEEE Transactions on Electron Device*, 1978, **ED-25**(10): 1185~1193
- 5 Kurt E. Petersen. Silicon as a mechanical material[J]. *Proc. IEEE*, 1982, **70**(5): 420~452
- 6 S. Mailis, G. W. Ross, L. Reekie *et al.*. Fabrication of surface relief gratings on lithium niobate by combined UV laser and wet etching[J]. *Electron. Lett.*, 2000, **36**(21): 1801~1803
- 7 M. S. Minsky, M. White, E. L. Hu. Room-temperature photoenhanced wet etching of GaN[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1996, **68**(11): 1531~1533
- 8 P. Jakob, Y. J. Chabal. Chemical etching of vicinal Si(111): dependence of the surface structure and the hydrogen termination on the PH of the etching solutions[J]. *J. Chem. Phys.*, 1991, **95**(4): 2897~2909
- 9 Ren Bingyan, Liu Caichi, Zhang Yinhuai *et al.*. Nonlinear optical characteristic of photo-luminescence from porous silicon[J]. *Acta Optica Sinica*, 1999, **19**(8): 1138~1141 (in Chinese)  
任丙彦,刘彩池,张颖怀等. 多孔硅光致发光的非线性光学特性[J]. 光学学报, 1999, **19**(8): 1138~1141
- 10 Wang Qi, Huang Hui, Wang Xinyan *et al.*. Novel InP-based resonant cavity enhanced photodetectors for long-wavelength applications[J]. *Chin. J. Lasers*, 2004, **31**(12): 1487~1490 (in Chinese)  
王琦,黄辉,王兴妍等. 新型长波长 InP 基谐振腔增强型光探测器[J]. 中国激光, 2004, **31**(12): 1487~1490
- 11 H. Seidel. The mechanism of anisotropic, electrochemical silicon etching in alkaline solutions[J]. *IEEE*, 1990. 86~91
- 12 Dragan V. Podlesnik, Heinz H. Gilgen, Richard M. Osgood *et al.*. Waveguiding effects in laser-induced aqueous etching of semiconductors[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1986, **48**(7): 496~498