

# 超声波震荡法及润湿性增强法对单晶硅阶梯光栅闪耀面粗糙度的影响

焦庆斌<sup>1,2</sup> 巴音贺希格<sup>1</sup> 谭鑫<sup>1</sup> 李艳茹<sup>1</sup> 朱继伟<sup>1</sup> 吴娜<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所, 吉林 长春 130033)

<sup>2</sup> 中国科学院大学, 北京 100049

**摘要** 单晶硅阶梯光栅闪耀面表面粗糙度会引起入射光的散射形成杂散光,为获得低杂散光的阶梯光栅槽形,减小单晶硅阶梯光栅闪耀面表面粗糙度显得尤为重要。在单晶硅湿法刻蚀工艺中,阶梯光栅闪耀面表面粗糙度较大的原因是反应生成的氢气易在硅片表面停留,形成虚掩模,阻碍反应的进一步进行。基于超声波空化作用及异丙醇(IPA)增加单晶硅表面润湿性的原理,在单晶硅湿法刻蚀制作阶梯光栅工艺过程中分别利用超声波震荡法及润湿性增强法对所制阶梯光栅闪耀面表面粗糙度进行改善。利用超声波震荡法所制阶梯光栅闪耀面表面粗糙度小于 15 nm,利用润湿性增强法所制阶梯光栅闪耀面表面粗糙度小于 7 nm。同时施以超声波震荡法和润湿性增强法,在异丙醇质量分数范围为 5%~20%,超声波频率为 100 kHz,功率范围为 30~50 W 时,所制阶梯光栅闪耀面表面粗糙度小于 2 nm,而且当异丙醇质量分数为 20%、超声波频率为 100 kHz 以及超声波功率为 50 W 时,所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度达到 1 nm。实验结果表明,同时施以超声波震荡法及润湿性增强法,并优化实验参数可以制备更低粗糙度的阶梯光栅。

**关键词** 光栅;湿法刻蚀;表面粗糙度;超声波震荡;润湿性增强

中图分类号 O433.4 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS201434.0305001

## Effects of Ultrasonic Vibration and Wettability Enhancement on Surface Roughness on Blaze Plane of Silicon Echelon Grating

Jiao Qingbin<sup>1,2</sup> Bayanheshig<sup>1</sup> Tan Xin<sup>1</sup> Li Yanru<sup>1</sup> Zhu Jiwei<sup>1</sup> Wu Na<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun, Jilin 130033, China  
<sup>2</sup> University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

**Abstract** Surface roughness on blaze plane of silicon echelon grating can induce the scattering of incident light, which means that the size of surface roughness is important to the application of echelon grating in spectrometer industry. In order to reduce the scattering light of echelon grating, an important thing is to decrease the surface roughness on blaze plane of echelon grating. In the silicon wet etching process, the pseudo-mask is formed by the hydrogen bubbles generated during the etching process, which causes high surface roughness and poor surface quality. Based upon the ultrasonic cavitation and wettability enhanced by isopropanol (IPA), ultrasonic vibration and wettability enhancement are used to improve surface quality of echelon grating during silicon wet etching process. The surface roughness is smaller than 15 nm when using ultrasonic vibration and it is smaller than 7 nm when using wettability enhancement. Combining ultrasonic vibration and wettability enhancement, the surface roughness is smaller than 2 nm when the range of IPA mass fraction, ultrasound frequency and power is 5%~20%, 100 kHz and

收稿日期: 2013-07-30; 收到修改稿日期: 2013-08-28

基金项目: 国家 863 计划(2010AA 1221091001)、国家重大科研装备开发专项(2011YQ120023)

作者简介: 焦庆斌(1986—),男,博士研究生,主要从事单晶硅微结构的湿法刻蚀方面的研究。

E-mail: jqbyyawyx@163.com

导师简介: 巴音贺希格(1962—),男,博士,研究员,主要从事光栅理论、光栅制作技术及光谱技术等方面的研究。

E-mail: bayin888@sina.com(通信联系人)

30~50 W, respectively. The surface roughness is equal to 1 nm when the range of mass fraction of IPA and ultrasound power is 20% and 50 W and the ultrasound frequency is 100 kHz. The experimental results indicate that the combination of ultrasonic vibration, wettability and optimizing of experimental parameters can fabricate the echelon grating with lower surface roughness.

**Key words** gratings; wet etching; surface roughness; ultrasonic vibration; wettability enhancement

**OCIS codes** 050.1950; 050.2770; 230.1950

## 1 引 言

衍射光栅(简称光栅)是一种周期性微结构阵列,它作为光谱仪器的核心元件,其质量直接影响仪器的性能。光栅的传统制作方法主要有机械刻划法<sup>[1-3]</sup>和全息离子束刻蚀法<sup>[4-8]</sup>两种。光栅因其在微观结构上的周期性以及单晶硅在碱性溶液中所表现出来的各向异性使得人们开始尝试在单晶硅材料上制作光栅。1975年, Tsang等<sup>[9]</sup>首次报道了单晶硅光栅湿法刻蚀方法。由于光栅表面粗糙度会引起入射光的散射<sup>[10-11]</sup>,所以降低光栅表面粗糙度及其杂散光是光栅制作者需要攻克的难题之一。

在半导体行业,单晶硅湿法刻蚀工艺中一般应用磁力搅拌来减小表面粗糙度。这种方法的局限性在于溶液会出现分层和温度分布不均匀,难以实现微结构尺寸的精确控制和粗糙度均匀分布等目的<sup>[12]</sup>。研究表明,在单晶硅湿法刻蚀工艺中引入超声波可提高硅(100)以及(110)晶面的刻蚀速率及刻蚀表面的平滑度<sup>[13-15]</sup>。另一方面,通过使用不同种类的刻蚀液添加剂来改变硅片表面的润湿性,也可以减小表面粗糙度<sup>[16-24]</sup>。异丙醇(IPA)是一种最常用的刻蚀液添加剂,将其加入到KOH溶液中可以提升硅(100)晶面的表面质量并能减小凸角的侧蚀<sup>[25-26]</sup>。

上述文献对超声波频率功率、刻蚀液添加剂与粗糙度关系的研究集中于(100)和(110)晶面,而且对超声波空化作用的研究都是在单一频率条件下开展的。利用单晶硅湿法刻蚀工艺制作阶梯形光栅需要以(111)晶面作为光栅闪耀面,照搬(100)和(110)晶面的结论显然不可行。本文以(111)晶面作为研究对象,拟利用单晶硅湿法刻蚀工艺制作阶梯光栅,在工艺过程中分别从超声波震荡法、润湿性增强法以及超声波震荡-润湿性增强结合法三方面进行阶梯光栅闪耀面粗糙度的改善实验,并分析三种方法对光栅闪耀面粗糙度的影响规律,旨在研制出更低表面粗糙度的单晶硅阶梯光栅。

## 2 实验部分

实验中所制作光栅为周期 80 line/mm 的中阶

梯光栅(区别于-1级使用的小阶梯光栅)。根据光栅设计结果,当中阶梯光栅闪耀角等于 $63.4^\circ$ 时,其在衍射级次-42级,闪耀波长 534 nm 处能够达到最高衍射效率。单晶硅晶面与光栅闪耀角关系示意图如图 1 所示,图中虚线部分为单晶(111)晶面与(100)晶面的相对位置。根据理论设计,相对(100)晶面以切偏角 $8.66^\circ$ 对硅片进行切割,可以获得相对(111)晶面角度为 $63.4^\circ$ 的闪耀角,实线部分为切割后晶向之间的相对位置。

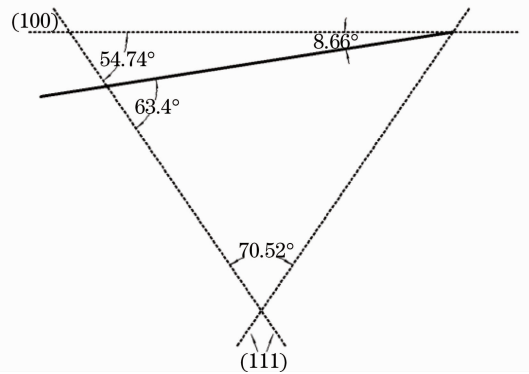


图 1 单晶硅晶面与光栅闪耀角关系示意图

Fig. 1 Relationship between silicon crystal planes and blaze angle

实验中所使用的硅基底是利用区熔法制作的电阻率大于等于 $2000 \Omega \cdot \text{cm}$ 的单晶硅,直径为 76.2 mm,厚度为 1 mm。硅片经过不同工序加工后,其表面会受到有机杂质及金属离子的沾污。利用 SC-1 液  $\text{H}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{NH}_4\text{OH}=5:1:1$ (体积比)和 SC-2 液  $\text{H}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{HCl}=6:1:1$ (体积比)分别对有机杂质及金属离子进行清洗,清洗后的硅基底其表面粗糙度  $R_q=0.95 \text{ nm}$ 。利用热氧化法在硅片表面生长厚度为 70 nm 的  $\text{SiO}_2$  层作为湿法刻蚀掩模层,其表面粗糙度  $R_q=1.01 \text{ nm}$ 。甩胶前按照甲苯 $\rightarrow$ 丙酮 $\rightarrow$ 乙醇 $\rightarrow$ 水的顺序对硅片  $\text{SiO}_2$  层表面进行清洗。清洗后的  $\text{SiO}_2$  层其表面粗糙度  $R_q=0.94 \text{ nm}$ 。

使用旋涂法对硅片进行光刻胶涂覆。旋涂转速为 3000 r/min,涂覆时间为 30 s,光刻胶厚度为 300 nm。涂覆光刻胶后,将硅片放入烤箱进行坚膜,坚膜温度为  $120^\circ\text{C}$ ,坚膜时间为 20 min。由于单晶硅

湿法刻蚀的晶向依赖性,使得掩模与晶向的对准变得十分重要。如果对准不好,所获得光栅槽面会异常粗糙且不完全准直<sup>[27]</sup>。当掩模与晶面错位小于 $0.01^\circ$ 时可以认为掩模与晶面完全对准<sup>[28]</sup>。利用型号为KARLSUSSMA6/BA6的紫外曝光机对光刻胶层进行曝光。因其对准精度为 $\pm 1 \mu\text{m}$ (所使用硅基底尺寸为 $76.2 \text{ mm}$ ,根据几何换算可以得出光刻机的角对准精度为 $\pm 7.5 \times 10^{-4} \text{ rad}$ ),所以可以实现光刻胶掩模条纹与硅基底晶向的精确对准,从而解决了因未对准所导致的光栅槽面粗糙度大的问题。采用质量分数为 $0.5\%$ 的NaOH显影液对光刻胶掩模进行显影并利用反应离子深刻蚀(RIE)技术对显影后的光刻胶进行灰化处理可以获得无残胶遗留的光刻胶掩模。再用BHF溶液对 $\text{SiO}_2$ 层进行刻蚀并最终在硅基底表面形成 $\text{SiO}_2$ 掩模层<sup>[29]</sup>,其槽底无底膜。因BHF溶液所包含的HF酸对单晶硅基底会有腐蚀作用<sup>[30]</sup>,所以光栅槽底表面粗糙度会有所增加,其值为 $1.98 \text{ nm}$ 。

单晶硅与KOH之间的反应在超声波反应器中进行,反应温度为 $60^\circ\text{C}$ ,温差为 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ ,KOH溶液质量分数为 $20\%$ ,为保证KOH溶液浓度保持均匀,在反应过程中加入冷凝管。实验过程中分别引入不同频率和功率的超声波震荡以及不同浓度的异丙醇。其中超声波频率分别为 $40, 60, 80, 100 \text{ kHz}$ ,超声波功率分别为 $10, 20, 30, 40, 50 \text{ W}$ 。异丙醇质量分数分别为 $5\%, 10\%, 15\%$ 和 $20\%$ 。单晶硅湿法刻蚀中阶梯光栅闪耀面粗糙度由美国Veeco公司制作的型号为“Dimension Icon”的原子力显微镜(AFM)测试,光栅槽形由日本电子制作的“JFM-6700F”的扫描电子镜(SEM)测试。实验装置示意图如图2所示。

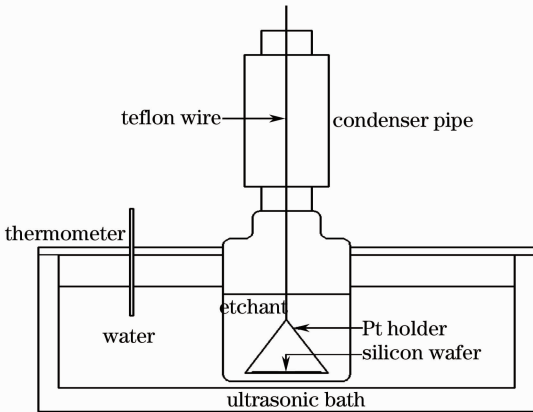


图2 单晶硅湿法刻蚀实验装置示意图

Fig. 2 Schematic experimental equipment in silicon wet etching process

### 3 结果与讨论

#### 3.1 超声频率对光栅闪耀面表面粗糙度的影响

引入超声条件下所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度 AFM 图样如图 3 所示。

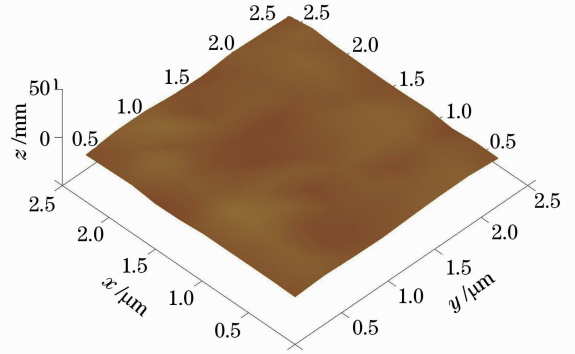


图3 引入超声条件下所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度 AFM 图样

Fig. 3 AFM chart of surface roughness on blaze plane of silicon echelon grating with ultrasound

利用 AFM 对超声频率分别为 $40, 60, 80, 100 \text{ kHz}$ 条件下所制四块中阶梯光栅(超声功率为 $50 \text{ W}$ )以及无超声参与条件下所制中阶梯光栅闪耀面粗糙度进行测量,测量范围为 $2.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m}$ ,测量结果如表1所示,从表1中第二列可以看出,中阶梯光栅表面粗糙度随超声波频率的增加而减小,且所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度均小于无超声条件下所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度。(111)晶面刻蚀速率也如表1所示,从表1中第三列可以看出,刻蚀速率随超声频率的增加而增加,即在超声波功率固定时,在所讨论超声波频率范围内对刻蚀速率强化效果随超声频率增加而增加。单晶硅与KOH溶液反应过程中会生成氢气,在无超声参与条件下进行反应,氢气泡会在硅片表面停留,从而在硅片晶面上形成虚掩模,阻碍反应的正常进行并增加光栅闪耀面的表面粗糙度。在反应过程中引入超声波就是利用其特有的空化效应对反应所生成的氢气气泡进行震荡,加快其脱离硅片表面的速率。根据对刻蚀速率的加快程度可以得出,在所讨论的频率范围内, $100 \text{ kHz}$ 的空化效应最强。从表1中所示有超声参与条件下所制光栅闪耀面粗糙度可知,光栅闪耀面表面粗糙度随刻蚀速率的增加而减小,即在所讨论的频率范围内空化效应越强对光栅闪耀面的表面粗糙度减小能力越强。

表 1 超声作用下以及无超声条件下中阶梯光栅闪耀面粗糙度测量结果

Table 1 Measurement results of surface roughness on blazed plane of echelon grating with ultrasonic vibration and without ultrasonic vibration

Ultrasound frequency /kHz	Surface roughness on $R_q$ /nm	Etching rate on (111) plane /(nm/s)
40	13.43	0.030
60	11.55	0.038
80	9.58	0.044
100	7.32	0.048
0	40.28	0.025

### 3.2 超声功率对光栅闪耀面表面粗糙度的影响

图 4 为不同超声频率下光栅闪耀面表面粗糙度随超声功率的变化规律。从图中可以看出,在所讨论超声频率范围内,光栅闪耀面表面粗糙度大致随超声功率呈线性递减的趋势,即在频率相同前提下,光栅闪耀面表面粗糙度随着超声功率上升而减小。图 5 为不同超声频率下(111)晶面刻蚀速率随超声功率变化规律图,从图中变化趋势可以看出,在频率相同前提下,刻蚀速率随超声功率上升而增加。将图 4 和图 5 结合起来分析可知,在频率相同前提下

以及所讨论的功率范围内,光栅闪耀面表面粗糙度随刻蚀速率的增加而减小。这一变化规律与 Yang 等<sup>[13]</sup>在功率 25~50 W 范围内讨论(100)晶面粗糙度随刻蚀速率的变化规律类似。

### 3.3 异丙醇浓度对光栅闪耀面表面粗糙度的影响

异丙醇参与条件下所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度 AFM 图样如图 6 所示。利用 AFM 对异丙醇质量分数分别为 5%、10%、15%和 20%条件下所制四块中阶梯光栅闪耀面的表面粗糙度进行测量,测量范围为  $2.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m}$ 。闪耀面表面粗糙度与相对应的刻蚀速率如图 7 所示,从图中可以看出,随着异丙醇浓度的增加,单晶硅(111)面与 KOH 溶液的刻蚀速率呈近似线性趋势递减,闪耀面的表面粗糙度也随之呈线性趋势递减,在所讨论的浓度范围内其表面粗糙度  $R_q < 7 \text{ nm}$ 。在传统的单晶硅湿法刻蚀工艺过程中所产生的氢气气泡在硅片表面会发生停留现象,形成虚掩模并阻碍反应的进一步进行。出现这一现象的根本原因在于氢气气泡与硅片表面的接触角过大。异丙醇的加入会改变单晶硅表面的润湿性,从而减小氢气气泡与硅表面的接触角。随着异丙醇浓度的增加,对单晶硅表面的润湿性改变增强,氢气气泡与硅表面的接触角随之变小,从而导致氢气脱离硅片表面速度加快,所制光栅闪耀面

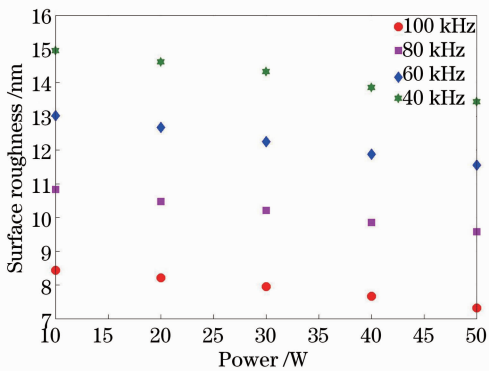


图 4 光栅闪耀面表面粗糙度随超声功率变化趋势图  
Fig. 4 Schematic relationship between surface roughness and ultrasound power

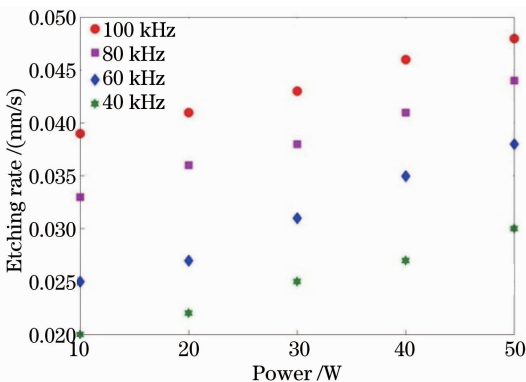


图 5 (111)晶面刻蚀速率随超声功率变化趋势图  
Fig. 5 Schematic relationship between etching rate and ultrasound power

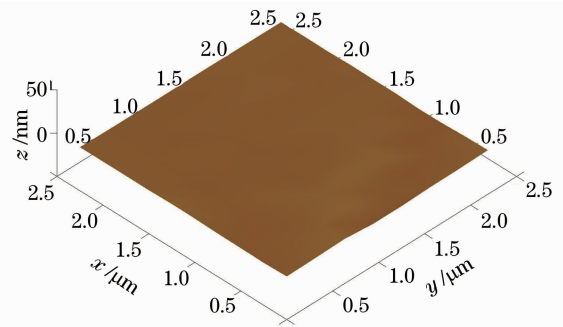


图 6 异丙醇参与条件下所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度 AFM 图样  
Fig. 6 AFM chart of surface roughness on blaze plane of silicon echelon grating with IPA

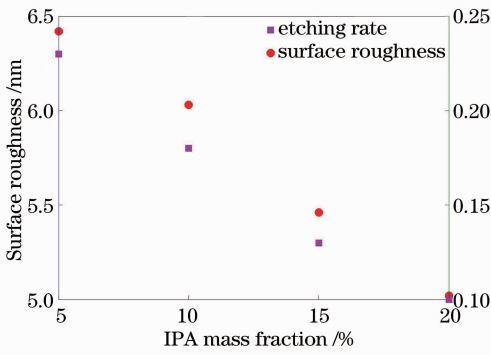


图7 (111)晶面表面粗糙度以及刻蚀速率随异丙醇浓度变化趋势图

Fig. 7 Etching rate and surface roughness of (111) crystal plane against mass fraction of IPA during the etching process

的表面粗糙度减小。

### 3.4 异丙醇浓度和超声波频率功率对光栅闪耀面表面粗糙度的影响

从上面所讨论的结果可以看出,利用超声波震荡法和润湿性增强法均可以大幅度减小闪耀面表面粗糙度。为验证是否还能获得更低表面粗糙度的中阶梯光栅,在利用单晶硅湿法刻蚀工艺进行中阶梯光栅制作时,将超声波震荡法以及润湿性增强法结合在一起。通过改变实验参数获取不同实验条件,共进行了80组实验,所获得光栅闪耀面表面粗糙度随异丙醇浓度、超声波频率和功率变化规律如图8所示。

从图中可以看出,利用超声波震荡-异丙醇结合法所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度  $R_q < 5$  nm。图9为在不同浓度异丙醇条件下光栅闪耀面表面粗糙度随超声波频率功率变化规律图,从图中可以看出,在异丙醇质量分数范围为5%~20%,超声波频率为100 kHz以及超声波功率范围为30~50 W时,所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度  $R_q < 2$  nm。当异丙醇质量分数为20%、超声波频率为100 kHz以及超声波功率为50 W时,所制中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度  $R_q = 1$  nm。图10为所制作单晶硅中阶梯光栅 SEM 图片。

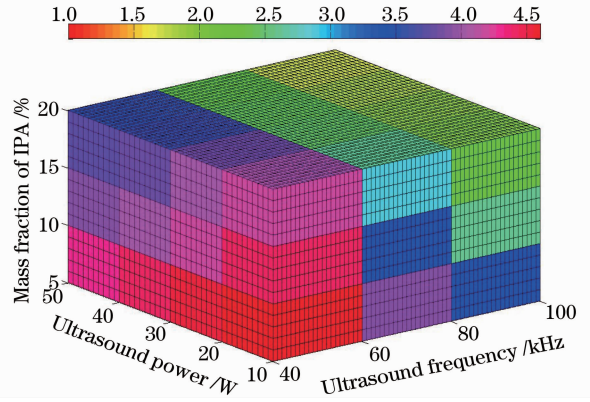


图8 (111)晶面表面粗糙度随异丙醇浓度、超声波功率频率变化规律图

Fig. 8 Surface roughness of (111) crystal plane against mass fraction of IPA, ultrasound power and frequency during the etching process

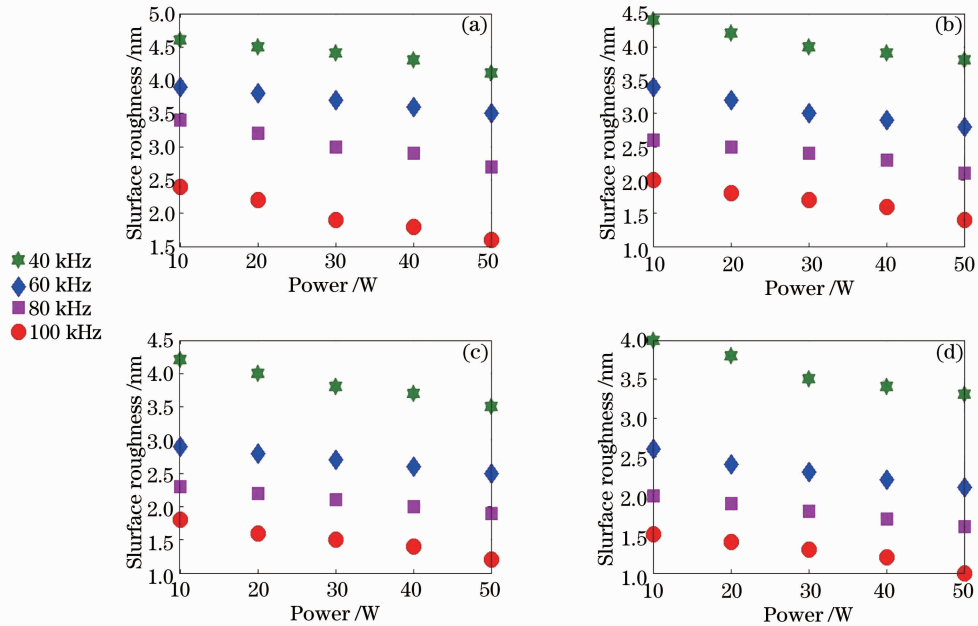


图9 不同异丙醇浓度条件下光栅闪耀面表面粗糙度随超声波频率功率变化规律图。(a) 5%; (b) 10%; (c) 15%; (d) 20%

Fig. 9 Surface roughness of (111) crystal plane against ultrasound power and frequency during the etching process under different mass fractions of IPA. (a) 5%; (b) 10%; (c) 15%; (d) 20%

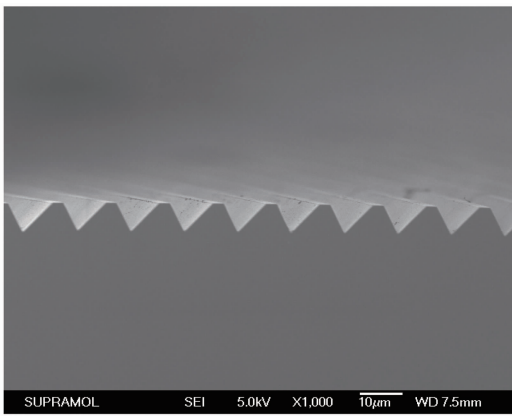


图 10 中阶梯光栅扫描电镜图片

Fig. 10 SEM chart of echelon grating

根据美国麻省理工学院(MIT)的研究工作<sup>[31-32]</sup>,在 KOH 溶液中添加其他种类表面活性剂可以提高刻蚀均匀性,并降低光栅表面粗糙度<sup>[33]</sup>。若将实验中给出的方法与 MIT 的研究工作相结合,有望制作出更低闪耀面粗糙度阶梯光栅。下一步将会在后续工作中尝试这种“三位一体”新方法。

## 4 结 论

对超声频率功率对单晶硅湿法刻蚀中阶梯光栅闪耀面表面粗糙度影响规律进行了详细研究。从所得实验数据分析可知:1)利用超声波震荡法以及润湿性增强法均可以大幅度减小所制中阶梯光栅闪耀面的表面粗糙度,其中润湿性增强法减小表面粗糙度程度要强于超声波震荡法;2)在功率相同条件下,光栅闪耀面表面粗糙度随超声频率增加而减小;3)在超声频率相同条件下,光栅闪耀面表面粗糙度随刻蚀速率的增加而减小;4)同时施以超声波震荡法及润湿性增强法,并优化实验参数可以制备更低粗糙度的阶梯光栅。

## 参 考 文 献

- 1 G R Harrison, S W Thompson, H Kazukonis, *et al.*. 750-mm ruling engine producing large gratings and Echelles [J]. *J Opt Soc Am*, 1972, 62(6): 751-756.
- 2 Li Xiaotian, Bayanheshig, Qi Xiangdong, *et al.*. Influence and revising method of machine-ruling grating line's curve error, location error on plane grating's performance [J]. *Chinese J Lasers*, 2013, 40(3): 0308009.  
李晓天, 巴音贺希格, 齐向东, 等. 机械刻划光栅的刻线弯曲与位置误差对平面光栅性能影响及其修正方法[J]. *中国激光*, 2013, 40(3): 0308009.
- 3 Li Xiaotian, Bayanheshig, Qi Xiangdong, *et al.*. Two-dimensional Fourier transform method of analyzing the influence of plane grating's line error and surface error on grating's spectral performance [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, 32(11): 1105001.  
李晓天, 巴音贺希格, 齐向东, 等. 刻线误差与面型误差对平面

光栅光谱性能影响的二维快速傅里叶变换分析方法[J]. *光学学报*, 2012, 32(11): 1105001.

- 4 Tan Xin, Li Wenhao, Bayanheshig, *et al.*. Fabrication of the ultraviolet holographic blazed grating [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2010, 18(7): 1536-1544.  
谭鑫, 李文昊, 巴音贺希格, 等. 紫外全息闪耀光栅的制作[J]. *光学精密工程*, 2010, 18(7): 1536-1544.
- 5 Wu Na, Tan Xin, Bayanheshig, *et al.*. Simulation of ion beam etching process in ion beam etched holographic grating [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2012, 20(9): 1904-1912.  
吴娜, 谭鑫, 巴音贺希格, 等. 闪耀全息光栅离子束刻蚀工艺模拟及实验验证[J]. *光学精密工程*, 2012, 20(9): 1904-1912.
- 6 Tan Xin, Liu Ying, Xu Xiangdong, *et al.*. 13.9 nm Lamellar grating as beam splitter [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2009, 12(1): 33-37.  
谭鑫, 刘颖, 徐向东, 等. 13.9 nm Lamellar 分束光栅的研制[J]. *光学精密工程*, 2009, 12(1): 33-37.
- 7 Han Jian, Bayanheshig, Li Wenhao, *et al.*. Wavefront aberration analysis of the interference image according to different axis alignment errors in the grating exposure system [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, 32(7): 0705002.  
韩建, 巴音贺希格, 李文昊, 等. 全息曝光系统轴向调节误差对光栅衍射波像差的影响[J]. *光学学报*, 2012, 32(7): 0705002.
- 8 Han Jian, Bayanheshig, Li Wenhao, *et al.*. Profile evolution of grating masks according to exposure dose and interference fringe contrast in the fabrication of holographic grating [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, 32(3): 0305001.  
韩建, 巴音贺希格, 李文昊, 等. 全息光栅制作中光栅掩模形状随曝光量及干涉场条纹对比度的变化规律[J]. *光学学报*, 2012, 32(3): 0305001.
- 9 Won-Tien Tsang, Shyh Wang. Preferentially etched diffraction gratings in silicon [J]. *J Appl Phys*, 1975, 46(5): 2163-2166.
- 10 R M A Azzam, N M Bashara. Polarization characteristics of scattered radiation from a diffraction grating by ellipsometry with application to surface roughness [J]. *Phys Rev B*, 1972, 5(12): 4721-4729.
- 11 J C Stover. *Optical Scattering Measurement and Analysis* [M]. Bellingham, WA: SPIE Optical Engineering Press, 1995.
- 12 Jing Chen, Litian Lin, Zhijian Li, *et al.*. Study of anisotropic etching of (100) Si with ultrasonic agitation [J]. *Sensor Actuat A: Phys*, 2002, 96(2): 152-156.
- 13 Chii-Rong Yang, Po-Ying Chen, Yuang-Cherng Chion, *et al.*. Effects of mechanical agitation and surfactant additive on silicon anisotropic etching in alkaline KOH solution [J]. *Sensor Actuat A: Phys*, 2005, 119(1): 263-270.
- 14 Theo Baum, David J Schiffrin. AFM study of surface finish improvement by ultrasound in the anisotropic etching of Si (100) in KOH for micromachining application [J]. *J Micromech Microeng*, 1997, 7(4): 338-342.
- 15 K Ohwada, Y Negoro, Y Konaka, *et al.*. Uniform groove-depths in (110) Si anisotropic etching by ultrasonic waves and application to accelerometer fabrication [J]. *Sensor Actuat A: Phys*, 1995, 50(1): 93-98.
- 16 I Zubel, M Kramkowska. The effect of isopropyl alcohol on etching rate and roughness of (100) Si surface etched in KOH and TMAH solutions [J]. *Sensor Actuat A*, 2001, 93(2): 138-147.
- 17 S A Campbell, K Cooper, L Dixon, *et al.*. Inhibition of pyramid formation in the etching of Si P <100> in aqueous potassium hydroxide-isopropanol [J]. *J Micromech Microeng*, 1995, 5(3): 209-218.
- 18 C Strandman, L Rosengren, H G A Elderstig, *et al.*. Fabrication of 45° mirrors together with well-defined V-grooves using wet

- anisotropic etching of silicon [J]. *J Microelectromech S*, 1995, 4(4): 213–219.
- 19 Y Backlund, L Rosengren. New shapes in (100) Si using KOH and EDP etches [J]. *J Micromech Microeng*, 1992, 2(2): 75–79.
- 20 I Zubel. Silicon anisotropic etching in alkaline solutions III; on the possibility of spatial structures forming in the course of Si (100) anisotropic etching in KOH and KOH+IPA solutions [J]. *Sensor Actuat A*, 2000, 84(1): 116–125.
- 21 C Moldovan, R Iosub, D Dasclu, *et al.*. Anisotropic etching of silicon in complexant redox alkaline system [J]. *Sensor Actuat B*, 1999, 58(1-3): 438–449.
- 22 C Moldovan, R Iosub, M Modreanu. Elimination of silicon hillocks using an alkaline complexant etching system [J]. *Int J Inorg Mater*, 2001, 3(8): 1173–1176.
- 23 R Divan, H Camon, N Moldovan, *et al.*. Limiting roughness in anisotropic etching [C]. *IEEE Semiconductor Conference*, 1997, 2: 553–556.
- 24 R Divan, N Moldovan, H Camon. Roughning and smoothing dynamic during KOH silicon etching [J]. *Sensor Actuat A*, 1999, 74(1-3): 18–23.
- 25 I Zubel, I Barycka, K Kotowska, *et al.*. Silicon anisotropic etching in alkaline solutions IV; the effect of organic and inorganic agents on silicon anisotropic etching process [J]. *Sensor Actuat A*, 2001, 87(3): 163–171.
- 26 I Zubel, M Kramkowska. The effect of alcohol additives on etching characteristics in KOH solutions [J]. *Sensor Actuat A*, 2002, 101(3): 255–261.
- 27 Cui Zheng. *Nanofabrication Technologies and Applications* (2nd Edition) [M]. Beijing: Higher Education Press, 2009. 314–315.
- 崔 铮. *微纳米加工技术及其应用(第二版)*[M]. 北京: 高等教育出版社, 2009. 314–315.
- 28 J M Lai, W H Chieng, Y C Huang. Precision alignment of mask etching with respect to crystal orientation [J]. *J Micromech Microeng*, 1998, 8(4): 327–329.
- 29 R L Bristol, J A Britten, R Hemphill, *et al.*. Silicon diffraction gratings for use in the far and extreme-ultraviolet [C]. *SPIE*, 1997, 3114: 580–585.
- 30 S M Hu, D R Kerr. Observation of etching of n-type silicon in aqueous HF solutions [J]. *J Electrochem Soc*, 1967, 114(4): 414.
- 31 Minseung Ahn, Ralf K Heilmann, Mark L Schattenburg. Fabrication of ultrahigh aspect ratio freestanding gratings on silicon-on-insulator wafers [J]. *J Vac Sci Technol B*, 2007, 25(6): 2593–2597.
- 32 Minseung Ahn, Ralf K Heilmann, Mark L Schattenburg. Fabrication of 200 nm period blazed transmission gratings on silicon-on-insulator wafers [J]. *J Vac Sci Technol B*, 2008, 26(6): 2179–2182.
- 33 Chen Yong, Qiu Keqiang, Xu Xiangdong, *et al.*. Design and fabrication of 1000 line/mm soft X-ray freestanding blazed transmission gratings [J]. *Acta Physica Sinica*, 2012, 61(12): 120702.
- 陈 勇, 邱克强, 徐向东, 等. 1000 线/毫米软 X 射线自支撑闪耀投射光栅的设计与制作 [J]. *物理学报*, 2012, 61(12): 120702.

栏目编辑: 李志兰