

气体电子倍增器(GEM)聚酰亚胺膜结构的研制

伊福廷¹ 罗亮^{1,2;1)} 张菊芳¹ 陈元柏¹ 谢一冈¹ 谢万¹

1(中国科学院高能物理研究所 北京 100049)

2(中国科学院研究生院 北京 100049)

摘要 气体电子倍增器(GEM, Gas Electron Multiplier)是近些年发展的一种新的气体探测器,具有计数率和位置分辨率高等优点,在粒子物理和X光成像等领域有着广泛的应用前景,近些年来得到了很快的发展.该探测器发展的关键问题之一就是GEM膜结构的制造,该结构需要利用光刻等多项技术来完成,工艺复杂,研制困难.本文介绍了开发GEM膜结构的研究结果,通过干法和湿法腐蚀的研究和对比,优化出GEM膜结构制造的一种工艺过程,并利用该工艺成功完成了GEM膜结构的制造,为国内GEM气体探测器的研究和应用奠定了基础.

关键词 GEM膜 气体电子倍增器 粒子探测器 X光探测器

1 引言

GEM探测器是由F. Sauli等人发明的,并于1997年进行了首次公开报道^[1].该探测器与气体多丝探测器相比,具有计数率高、位置分辨率好及信号读出模式多样等优点,完全解决了气体多丝探测器断丝的缺点^[2, 3].GEM探测器发明初期是用于粒子物理和X光的探测和成像研究,目前已发展到用于可见光等领域的成像探测^[4].GEM探测器的膜结构是像三明治式的三层结构组成,上下为金属铜层,厚度在5—10 μm 范围,中间为聚酰亚胺膜(Kapton PI),厚度50 μm ,通过光刻和腐蚀等工艺过程,在上下层铜箔和Kapton膜上腐蚀出直径70 μm ,间距140 μm 的孔阵列,形成GEM膜结构^[3].在上下铜箔间加上高电压(400V)时,由于Kapton膜结构厚度薄和孔直径小,从而形成很强的电场强度(达到100kV/(cm·atm)),实现了离子探测过程中气体电离时的电子雪崩放大,完成电子倍增的作用^[1, 5].

GEM探测器是通过高的电场强度,实现电子的雪崩放大,而且可以使用多级GEM膜,达到多次信号放大作用,其放大结果相同与光电倍增管(电子的多级放大),但同时GEM探测器又有很高的位置分辨能力,因而具有更广泛的应用领域.GEM膜具有很好的

柔软性,能够进行弯曲,可以很好地满足桶状等特殊结构的探测器需要.GEM探测器可以与传统粒子探测器的读出电极相结合,用于高能粒子等的探测,还可以与传统可见光CCD等阵列探测器相结合,用于医学X光的成像探测^[2, 6].

2 工艺过程和研制结果

2.1 聚酰亚胺膜简介

聚酰亚胺膜又叫PI(Polyimide)膜,可以利用商业聚酰亚胺胶,通过旋转涂布获得各种厚度的PI膜,这种方法已广泛用于微加工技术领域.PI膜商业上有出售,有杜邦公司生产的Kapton PI膜,Ube工业公司生产的Upilex PI膜等,其厚度有各种规格,GEM膜材料就是利用了商业的Kapton PI膜.PI膜拥有很好的机械、物理和化学性能,它既不会熔化也不会燃烧,而且有很好的柔韧性,因此已广泛用于微电子的柔性印刷电路和MEMS(Micro Electro Mechanical Systems,微电子机械系统)等领域,表1给出了2种Kapton PI膜的主要材料性能^[7].

GEM膜材料是由铜箔和Kapton PI膜构成的一种三明治式结构,通过热压的方式将铜箔压在Kapton PI膜上下表面上,构成GEM膜材料所需要的三明治

2006-12-03 收稿

1) E-mail: luol@mail.ihep.ac.cn

式结构(如图1所示). 用于GEM膜材料的Kapton PI膜厚 $50\mu\text{m}$, 铜箔厚 $5\text{--}10\mu\text{m}$, 这种材料商业上也有出售.

表1 Kapton PI膜的主要材料性能

特性	100H	100EN	测试方法
薄膜厚度/ μm	25	25	
强度/MPa	340	350	
拉伸率(%)	80	57	JIS C 2318
杨氏模量/GPa	3.4	5.7	
绝缘强度/(kV/mm)	400	390	
热收缩率(%)	0.2	0.01	IPC No. 2.2.4(200°C)
热线性膨胀系数/(ppm/°C)	27	16	50—200°C
湿度膨胀系数/(ppm/%RH)	24	16	3%—90%RH
水吸收率(%)	2.9	1.3	水中浸泡24h
热导率/(W/m·°C)	0.15	0.12	TC-1000
折叠性能(周期)	≥ 20000	≥ 20000	JIS P 8115
体电阻率/($\Omega\cdot\text{cm}$)	1×10^{17}	1×10^{17}	JIS C 2318

2.2 工艺过程及研制结果

GEM膜结构的制造需要利用MEMS的相关工艺, 包括光刻和腐蚀工艺等, 图1给出了整个工艺过程的示意图. 工艺过程首先要在GEM膜上下2个面涂光刻胶, 然后进行双面光刻, 通过显影得到光刻胶结构, 利用光刻胶结构作为屏蔽结构来腐蚀铜箔, 实现光刻胶结构到铜箔结构的转移, 去掉光刻胶后就得到了铜箔孔结构, 最后利用铜箔结构作为屏蔽结构来腐蚀PI膜, 得到相应的PI膜孔结构, 从而完成GEM膜所需要的结构(如图2所示).

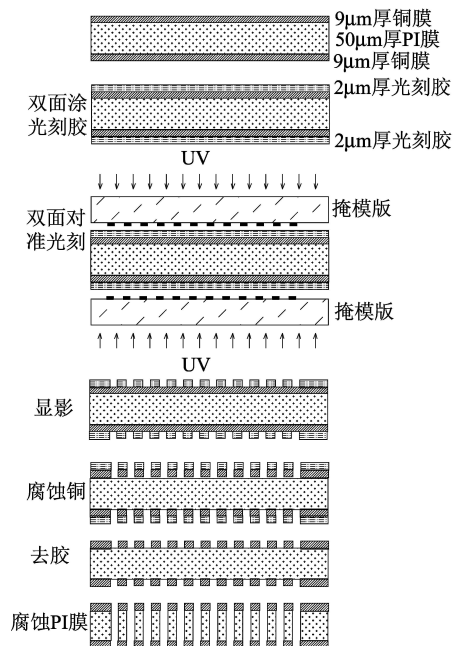


图1 GEM膜结构制造工艺流程图

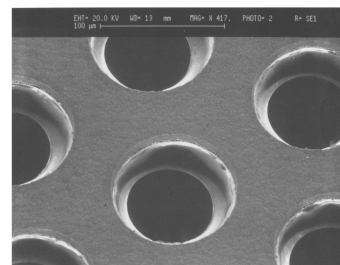


图2 湿法腐蚀GEM膜结构扫描电镜照片

GEM膜比较软, 而且需要双面涂胶, 传统的旋转涂胶方式很难完成这样的要求, 为此采用了拉胶的工艺涂布方法. 将GEM膜整体浸入光刻胶内, 然后慢慢将GEM膜向上提拉出, 光刻胶就会粘附在GEM膜的上下表面上, 通过控制GEM膜向上提拉的速度, 就可以控制表面光刻胶厚度. 经过多次试验摸索, 制备出厚 $2\text{--}3\mu\text{m}$ 的光刻胶膜, 再在 90°C 下经过30min的烘烤干燥后, 就可以用于光刻工艺.

光刻工艺是该项研究工作的重要环节之一, 需要将GEM膜上下结构对准, 这样在腐蚀PI膜时才能获得所需要的通直孔, 而不是上下错位的通孔. 光刻过程首先是在双面光刻机上将二块光学掩模对准, 然后分离二块光学掩模, 将涂好胶的GEM膜放在中间, 合拢二块光学掩模, 保证二块光学掩模能够很好地压在GEM膜的上下表面. 上下同时光照光学掩模, 使GEM膜上的光刻胶曝光, 通过后续的显影工艺就可以把光学掩模上的图案转移到光刻胶上, 从而获得光刻胶孔结构, 其工艺过程如图1所示. 光刻胶选用北京化学试剂研究所的303负性光刻胶, 曝光的区域在显影后保留下来, 未曝光区域在显影后被溶解掉, 得到有圆孔的光刻胶结构.

利用铜箔上的光刻胶结构作为阻挡结构, 通过化学腐蚀方法完成铜箔孔结构. 利用浓度30%的 FeCl_3 化学腐蚀试剂腐蚀铜箔, 通过控制腐蚀时间来确定铜箔腐蚀的深度, 最终保证光刻胶孔结构范围内的铜箔能够彻底被腐蚀干净, 对 $10\mu\text{m}$ 厚的铜箔优化的腐蚀时间为5min.

Kapton PI膜孔的腐蚀是决定GEM膜结构成功的关键, 腐蚀条件需要严格控制, 避免钻蚀和过腐蚀等问题的发生. 为了寻找最佳的腐蚀工艺条件和方法, 进行了干法和湿法的腐蚀研究, 进行了结果对比, 确定出最终的工艺方法. 干法工艺是利用反应离子刻蚀设备, 通过氧离子对PI膜进行刻蚀. 聚酰亚胺分子包含3个苯环, 化学结构非常稳定, 具有很好的抗刻蚀能力, 刻蚀速度很低, 最主要是难以保证刻蚀的各向异性, 从而带来钻蚀等严重的工艺问题. 具体的刻蚀工

艺条件为: 刻蚀功率300W, 氧气流量60SCCM, 真空10Pa.

刻蚀速率 $0.5\mu\text{m}/\text{min}$. 对于 $50\mu\text{m}$ 的Kapton PI膜共需要100min才能够刻蚀完成(每面各50min), 刻蚀结果如图3所示. 由于聚酰亚胺良好的抗刻蚀能力和刻蚀的各向同性, 从图3可以看到刻蚀结构成了一个坑结构, 孔的侧壁都难以保证, 成了尖锐的楔形结构, 而且造成了钻蚀(严重时阻挡的铜箔经常与Kapton PI膜脱离), 难以满足GEM膜结构的需要.

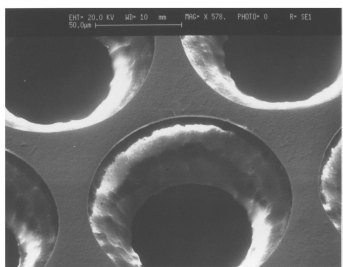


图3 干法腐蚀GEM膜结构扫描电镜照片

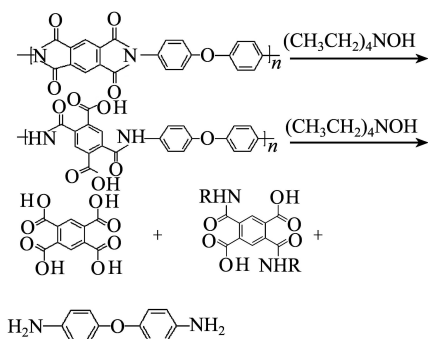


图4 刻蚀机理

湿法腐蚀PI膜是利用强碱性试剂, 我们使用的溶剂是TEAH(35%)(由杭州格林达化学有限公司提供), 化学式为 $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_4\text{NOH}$, 学名四乙基氢氧化铵. 聚酰亚胺中含有酰胺基, 但与一般的具有酰胺基团的聚

合物相比, 因为它每个结构单元中都含有三个苯环, 并且还含有五元环, 使它具有更好的刚性和耐腐蚀能力, 所以一般的碱性试剂不会使它水解. 我们经过很多次实验, 最后确定用TEAH作为湿法刻蚀的溶剂, 其中R代表多个聚酰亚胺重复结构单元. 它刻蚀PI具有较好的各向异性, 刻蚀机理见图4.

湿法刻蚀工艺条件: 把GEM膜样品浸入TEAH(35%)溶液中, 溶液温度保持在 60°C , 持续20min, 取出后用稀释的TEAH溶液冲洗样品, 再用去离子水清洗二到三次, 烘干. 通过SEM照片可以看出, 湿法刻蚀的侧壁垂直性很好, 因此利用湿法刻蚀GEM膜具有较好的各向异性.

3 结论

GEM探测器是通过电子的雪崩放大来实现对高能粒子、X射线以及光子等的探测, 其放大效果等同于光电倍增管, 但却有很好的位置分辨能力, 因而具有更为广阔的应用前景和应用领域. GEM膜是GEM探测器的核心, 是国内发展该探测器的研究和应用关键问题, 通过大量的实验研究, 成功开发出GEM膜的研制工艺路线, 为国内该探测器的发展和应用奠定了良好的基础.

在Kapton PI膜孔结构腐蚀工艺研究中, 分别利用了化学湿法与干法等离子对Kapton PI进行了腐蚀研究, 借助扫描电镜对腐蚀出的Kapton PI膜孔结构进行了对比. 从扫描电镜的结果来看(图2和图3), 化学湿法腐蚀Kapton PI膜孔的陡直性能好于干法等离子刻蚀技术. 从工艺过程来看, 化学湿法腐蚀更加经济和方便, 是GEM膜结构制造的一种更为实用的方法. 有关工艺过程尚须经过GEM的实验进行验证和进一步的改进.

参考文献(References)

- 1 Sauli F. A New Concept for Electron Amplification in Gas Detectors. Nuclear Instrument and Methods, 1997, **A386**: 531—534
- 2 LAI Yong-Fang, LI Yu-Lan, LI Yuan-Jing et al. HEP & NP, 2006, **30**(8): 767—770 (in Chinese)
(来永芳, 李玉兰, 李元景等. 高能物理与核物理, 2006, **30**(8): 767—770)
- 3 AN Shao-Hui, LI Cheng, XU Zi-Zhong et al. HEP & NP, 2004, **28**(4): 412—416 (in Chinese)
(安少辉, 李澄, 许咨宗等. 高能物理与核物理, 2004, **28**(4): 412—416)
- 4 Mormann D et al. GEM-based Gaseous Photonmultipliers for UV and Visible Photon Imaging. Nuclear Instrument and Methods, 2003, **A504**: 93—98
- 5 Vitor da Silva, Rui de Oliveira, David Watts et al. An Innovative “ChemicalVia” Process for the Production of High Density Interconnect Printed Circuit Boards, Circuit World., 2004, **30**/4: 27—33
- 6 LI Cheng, SUN Yong-Jie, ZHOU Yi et al. HEP & NP, 2005, **29**(1): 68—71 (in Chinese)
(李澄, 孙勇杰, 周意等. 高能物理与核物理, 2005, **29**(1): 68—71)
- 7 HAN Ji-Song et al. Three-dimensional Interconnect Technology on a Flexible Polyimide Film, J. Micromech. Microeng., 2004, **14**: 38—48

Structure Fabrication of PI Film for GEM Detector

YI Fu-Ting¹ LUO Liang^{1,2;1)} ZHANG Ju-Fang¹ CHEN Yuan-Bai¹ XIE Yi-Gang¹ XIE Wan¹

¹ (Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

² (Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract GEM, which has rapidly been developed in recent years as a new type of gas detector, has advantages of high position resolution and counting rate with a wide potential application in particle physics and X-ray imaging and etc. One of the key techniques of GEM's development is the structure fabrication of the PI film for the detector, which is difficult to be done by the lithography process. In this paper we present the structure fabrication process of GEM's PI film, and the result of our work about it. We chose wet-etching and dry-etching to make the structure holes of PI film, and find that wet-etching is better way to get perfect holes of GEM's PI film for future application with acceptable price. The successful fabrication of GEM's film structures is helpful to develop the domestic research of GEM detector. The performance of the GEM detector with such PI film still need more detail study.

Key words GEM film, gas electron multiplier (GEM), particle detector, X-ray detector