

氢离子注入钽酸锂的翘曲变化及颗粒研究

龙勇,肖梦涵,陈哲明,邹少红,刘善琼,石自彬,丁雨瞳,马晋毅

(中国电子科技集团公司第二十六研究所,重庆 400060)

摘要:声表面波(SAW)滤波器急需使用高质量的钽酸锂压电单晶复合薄膜衬底材料来提升性能。离子注入后,晶圆翘曲增大,颗粒增加,键合工艺易产生不规则条纹和键合空洞等缺陷,严重阻碍高质量钽酸锂压电单晶复合薄膜材料的制备。通过X线衍射(XRD)、聚焦离子束透射电镜(FIB-TEM)及颗粒测试仪等设备对注入内部应力、损伤和颗粒变化进行分析表征,解释了翘曲增大和颗粒增多的原因,并提出了相应的解决方法,最后成功制备了翘曲低、颗粒少的注入晶圆。通过键合工艺进一步验证,获得了无条纹和空洞等缺陷的高质量键合晶圆,为钽酸锂压电单晶复合薄膜的高效制备奠定了基础。

关键词:离子注入;钽酸锂压电晶圆;翘曲;颗粒;键合

中图分类号: TN384; TN305; TM22 **文献标识码:** A

Study on Warping Change and Particles of Hydrogen Ion-Implanted Lithium Tantalate

LONG Yong, XIAO Menghan, CHEN Zheming, ZOU Shaohong,

LIU Shanqiong, SHI Zibin, DING Yuchong, MA Jinyi

(The 26th Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Chongqing 400060, China)

Abstract: Currently, surface acoustic wave filters urgently require high-quality lithium tantalate piezoelectric single crystal composite film substrates to improve performance. After ion implantation, wafer warpage and particle increase can easily occur, leading to defects such as irregular stripes and bonding voids during the subsequent bonding process, which seriously hinder the preparation of high-quality lithium tantalate piezoelectric single crystal composite films. The internal stress, damage, and particle changes caused by ion implantation were analyzed and characterized using X-ray diffraction (XRD), focused ion beam-transmission electron microscopy (FIB-TEM), particle tester, and other equipment. The reasons for the increase in warpage and particles were explained, and appropriate solutions were proposed. Finally, the implanted wafer was successfully prepared with low warpage and fewer particles. Further verification of the bonding process revealed that high-quality bonded wafers without defects such as stripes and voids can be obtained, laying the foundation for the efficient preparation of lithium tantalate piezoelectric single crystal composite films.

Key words: ion implantation; lithium tantalate piezoelectric wafers; warpage; particle; bonding

0 引言

随着5G、物联网、人工智能及大数据等技术的快速发展,声表面波(SAW)滤波器将向高频、小型化、集成化和高性能方向发展,而体单晶钽酸锂(LiTaO₃,LT)圆片的常规滤波器由于插入损耗大、温度稳定性差和矩形度大等原因,无法满足复杂的电磁环境的应用要求。钽酸锂压电单晶复合薄膜(LTOI)材料是制备高性能SAW滤波器的关键材

料,具有声波能量损耗小,温度特性好,导热性好及可与硅基集成等特点,是功能晶体向低维化、功能复合化方向发展的必然产物,是后摩尔时代新器件发展迫切需求的新材料^[1-4]。

目前,LTOI材料是将压电单晶通过离子注入键合剥离(Smart-Cut)技术转移到硅单晶等衬底上,形成纳米级至亚微米级厚度的压电单晶薄膜材料^[5]。其原理是利用氢离子注入LT晶圆,在深度

收稿日期:2024-02-26

作者简介:龙勇(1985-),男,重庆市人,高级工程师,硕士。

方向上呈现类高斯分布并形成损伤层,将注入晶圆与另一支撑晶圆键合,经过适当的热处理后注入离子在损伤层处起泡,并从起泡层处完整裂开,形成由注入晶圆分离的单晶薄膜与衬底晶圆组成的复合薄膜材料。与其他切型相比,42°Y方向LT单晶薄膜制作的SAW滤波器因具有更高的品质因数 Q 值和更小的频率温度系数而备受关注^[6-7]。目前对氢注入42°Y方向LT晶圆后的状态研究较少,特别是注入后晶圆翘曲度及表面颗粒的变化较欠缺。

本文以SAW器件常用的42°Y方向LT晶圆为研究对象,注入特定能量和剂量的氢离子。对注入前后的翘曲度、表面颗粒等指标进行表征,并通过与硅单晶衬底键合进行验证。

1 实验

1.1 离子注入

本文采用直径 $\varnothing 4$ 英寸($\varnothing 100$ mm)、42°Y方向的LT晶圆为基材,基准边方向为 X 方向^[8]。LT晶圆是由提拉法生长的晶体^[9]经滚圆、切割、研磨、抛光、黑化及清洗等工序制备而成^[10]。

离子能量的高低决定了离子注入的深度及剥离后薄膜的厚度。根据需求,在室温下以100 keV能量进行注入,注入剂量为 $(6\sim 9)\times 10^{16}$ ions/cm²,注入束流为0.5~1.5 mA,为了避免沟道效应,离子注入方向与样品法线偏离7°。注入后的晶圆如图1所示。

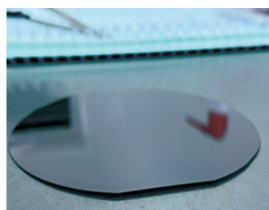


图1 离子注入后的42°Y钽酸锂晶圆

1.2 晶圆键合

采用等离子体活化键合(PAB)法对离子注入后的晶圆进行键合验证,PAB法是主流的亲水键合活化方法。一般认为离子的撞击会对表面不稳定的非桥接原子赋能,使其离开原来成键的原子,形成悬挂键。等离子体处理可以破坏并清除晶圆表面的碳氢化合物,增加晶圆表面羟基的数量,达到活化表面的目的。对于晶圆键合,翘曲度过大或颗粒度过多都将使晶圆无法键合或键合后产生空洞。只有当翘曲度和颗粒度满足一定条件时,晶圆才能

完全键合。

1.3 晶片性能测试

1.3.1 XRD测试

为了表征注入前后晶圆内部应力变化情况,采用布鲁克D8 X线衍射仪(XRD),选用Cu靶 $K\alpha$ 辐射($\lambda=0.15418$ nm),扫描速度为4(°)/min,步长(step)为0.02°,电压为15 kV,电流为5 mA,对注入前后的晶圆进行摇摆曲线测试分析。

1.3.2 FIB-TEM测试

采用FIB-TEM测试注入后的晶圆内部损伤。其中采用双束FIB显微镜制样,型号为Strata 400S(FEI),采用Talos F200s型透射电子显微镜观察图像,电压为200 kV。

1.3.3 注入颗粒测试

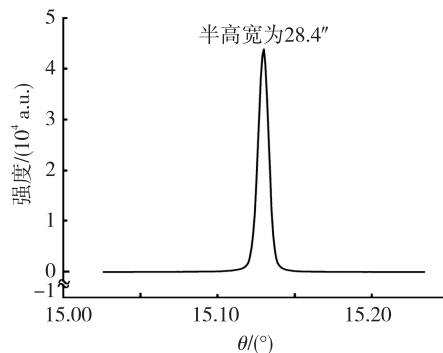
采用KLA公司CS10型颗粒度测试仪对注入前后晶圆表面的颗粒进行测试。

2 实验结果与讨论

2.1 翘曲原因分析及改善措施

翘曲过大对后道键合工序不利,阻碍键合波扩散^[11],键合时易产生空洞、条纹等缺陷,退火加固和剥离过程中,晶圆易沿着空洞处破裂。由图1可看出,注入后的晶圆沿基准边方向翘起,其原因可能是晶圆不同方向的热膨胀系数及杨氏模量不同,导致翘曲沿特定方向延伸。

图2为注入前后LT晶圆的XRD摇摆曲线。由图2(a)可看出,未注入晶圆的XRD图谱为单峰,强度高,峰形尖锐,对称性好,中心角度为15.13°,摇摆曲线半高宽(FWHM)为28.4",说明生长出的晶体结构完整,晶体内部应力较小,结晶性能良好。由图2(b)可看出,当氢注入晶圆后,XRD图谱呈现为多峰,谱峰圆钝,强度下降,中心角度也发生了偏移,FWHM大于600",表明晶圆离子集中区域晶格发生了畸变,单晶质量受到损伤,内部产生了较大的应力。



(a) 注入前

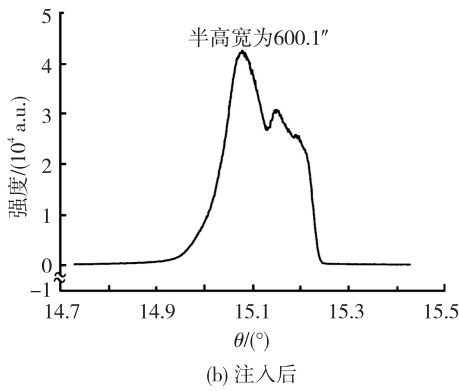


图 2 42°Y 钽酸锂晶圆注入前后摇摆曲线

采用 FIB-TEM 对注入晶圆内部损伤进行测试表征,如图 3 所示。由图 3(a)可看出,在离子射程末端距晶圆表层 701 nm 处有条损伤带(圆圈处),但损伤不明显。放大观察(见图 3(b)),可以看出此损伤带内部存在 5~10 nm 的团簇和应变中心。实验表明,注入后晶圆内部晶格发生变化,产生了损伤层,导致应力增加,宏观上表现为晶圆发生了翘曲。

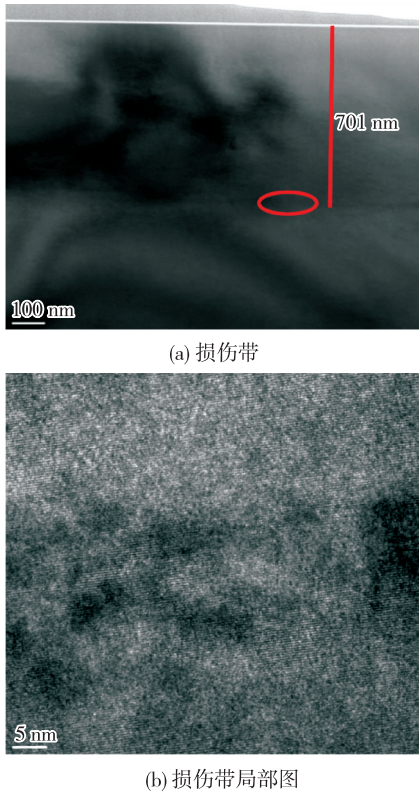


图 3 注入内部损伤观察

为了控制离子注入造成的翘曲,通过退火、硫酸(氢氟酸)浸泡、晶圆背面蒸镀、注入夹具修正等方式对翘曲的晶圆进行处理,最终获得了低翘曲的

晶圆,如图 4 所示。



图 4 低翘曲注入晶圆照片

2.2 颗粒产生原因分析及改善措施

完成离子注入后,通过显微镜观察到晶圆表面附着有很多颗粒,采用颗粒测试仪测得粒径不小于 $\varnothing 0.3 \mu\text{m}$ 的颗粒可达 3 000 颗,如图 5 所示。颗粒因成为离子束的散射中心而降低了注入离子的有效注入能量,产生局部横向扩散效应,使得注入均匀性变差^[12]。同时,注入后增加的颗粒易嵌入晶圆中,增加清洗难度。

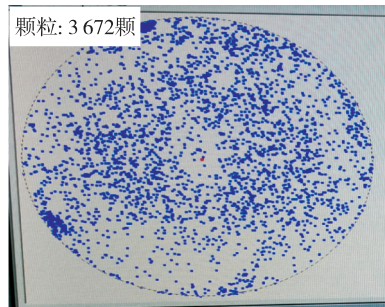


图 5 改善前注入颗粒测试

由文献[13]可知,离子注入产生的颗粒可能为有机颗粒、碳颗粒或金属颗粒。为了减少注入后的颗粒数,通过控制真空度、提高离子通过率、优化晶圆夹具等手段,成功地将注入后的颗粒控制在 400 颗(粒径不小于 $\varnothing 0.3 \mu\text{m}$)内,如图 6 所示。

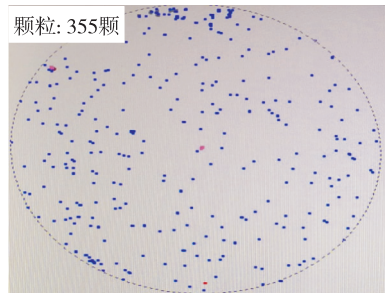
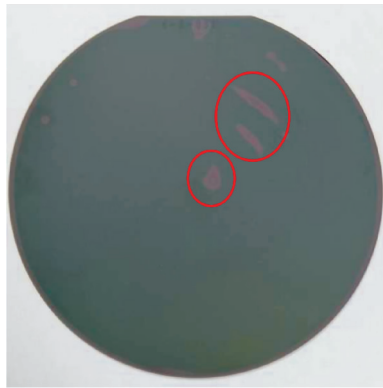


图 6 改善后注入颗粒测试

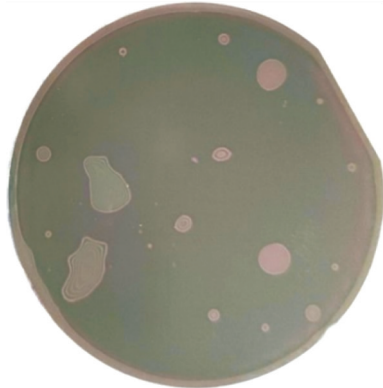
2.3 键合工序验证

如图 7 所示,晶圆翘曲度过大和颗粒过多都会

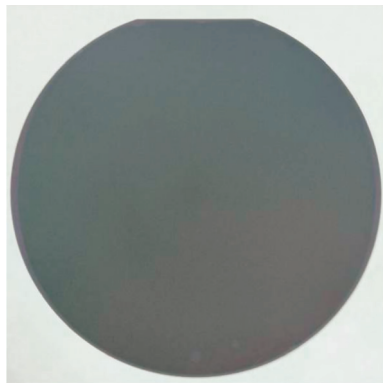
导致键合片出现很多形状不规则的条纹和空洞,在键合加固和后期剥离过程中,晶圆易沿着条纹和空洞处破裂。翘曲和颗粒改善后,键合质量提高,提升了键合成品率。



(a) 翘曲过大产生键合不规则条纹



(b) 颗粒过多产生大量键合空洞



(c) 翘曲和颗粒改善后几乎无条纹和空洞等缺陷

图7 键合效果图

3 结束语

以离子注入制备 42°Y 钽酸锂单晶薄膜为基础,对能量 100 keV 氢注入后晶圆翘曲度、表面颗粒等性能进行表征。结果表明,注入氢离子后,晶圆内部形成了团簇和应变中心,宏观上表现为晶圆翘曲,同时注入后也会导致颗粒急剧增加。通过背面

蒸镀、退火及离子注入工艺优化等手段,晶圆的翘曲、颗粒得到有效控制,获得了高质量的键合片。这对高效制备钽酸锂压电单晶复合薄膜材料,满足高性能SAW滤波器的需求有重要意义。

参考文献:

- [1] TSUTOMU T, HIDEKI I, YUICHI T, et al. High performance SAW resonator on new multi-layered substrate using LiTaO_3 crystal[J]. IEEE, 2017, 64(9): 1382-1389.
- [2] TSUTOMU T, HIDEKI I, YUICHI T, et al. I. H. P. SAW technology and its application to microacoustic components (Invited) [C]// Washington, USA: 2017 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS), 2017: 1-8.
- [3] TETSUYA K, MASASHI O, YUTAKA K, et al. Applicability investigation of SAW devices in 3 to 5 GHz range [C]// Philadelphia, USA: 2018 IEEE/MTT-S International Microwave Symposium-IMS, 2018: 846-848.
- [4] 丁雨瞳,何杰,陈哲明,等. 硅基钽酸锂压电单晶复合薄膜材料及应用[J]. 压电与声光, 2023, 45(1): 66-71.
DING Yuchong, HE Jie, CHEN Zheming, et al. Single-crystal LiTaO_3 composite film material on Si substrate and its applications[J]. Piezoelectrics & Acousto-optics, 2023, 45(1): 66-71.
- [5] MA Changdong, LU Fei, MA Yujie. Study of the effect of H implantation and annealing on LiTaO_3 surface blistering[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2015, 342: 76-81.
- [6] NAKAMURA H, KOMATSU T, NAKANISHI H, et al. Reduction of transverse leakage for SAW resonators on LiTaO_3 substrate [C]// Dresden, Germany: 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, IEEE, 2012: 1248-1251.
- [7] YOUQUAN Y, KAI H, HONGYAN Z, et al. Wafer-scale fabrication of 42° rotated Y-cut LiTaO_3 -on-insulator(LTOD) substrate for a SAW resonator[J]. Applied Electronic Materials, 2019, 8(1): 1660-1666.
- [8] 国家标准化管理委员会. GB/T 30118-2013. 声表面波(SAW)器件用单晶晶圆规范与测量方法[S]. 秦皇岛: 中国标准出版社, 2013.
- [9] 于明晓,龙勇,石自彬,等. 42°Y 钽酸锂晶体生长及性能研究[J]. 压电与声光, 2023, 45(1): 26-28.

- YU Mingxiao, LONG Yong, SHI Zibin, et al. Study on growth and properties of 42° rotated Y cut lithium tantalate single crystals[J]. *Piezoelectrics & Acoustooptics*, 2023, 45(1): 26-28.
- [10] 龙勇,于明晓,李和新,等. 钽酸锂黑片的制备与性能研究[J]. *压电与声光*, 2019, 41(3): 340-343.
- LONG Yong, YU Mingxiao, LI Hexin, et al. Preparation and characterization of black lithium tantalate wafers[J]. *Piezoelectrics & Acoustooptics*, 2019, 41(3): 340-343.
- [11] LIN X H, MA Z W, LIAO G L, et al. Impacts of wafer-bow and surface contamination on low temperature wafer direct bonding[C]//Shanghai, China: 2006 7th International Conference on Electronic Packaging Technology, 2006: 1-4.
- [12] 周坤. 小剂量离子注入均匀性的工艺控制[J]. *集成电路通讯*, 2008, 26(4): 41-43.
- [13] 杨怡,陈果. 大束流离子注入机颗粒改善[J]. *自动化博览*, 2018(7): 84-87.
- YANG Yi, CHEN Guo. Particle improvement of high current ion implant[J]. *Automation Panorama*, 2018(7): 84-87.
-
- (上接第 585 页)
- ZENG Xiangbao, HU Yidong, WANG Lu, et al. Study on closed-loop solving strategy of piezoelectric ultrasonic resonant wind sensor [J]. *Piezoelectrics & Acoustooptics*, 2023, 45(3): 467-470.
- [4] 任晓晔,陈晓,郭妍. 超声波测风换能器对风速的影响研究[J]. *电子测量技术*, 2019, 42(7): 118-124.
- REN X Y, CHEN X, GUO Y. Study on the influence of ultrasonic wind transducer on wind speed[J]. *Electronic Measurement Technology*, 2019, 42(7): 118-124.
- [5] MA B, TENG J, ZHU H, et al. Three-dimensional wind measurement based on ultrasonic sensor array and multiple signal classification[J]. *Sensors*, 2020, 20(2): 523.
- [6] YAN Wenjie, YIN Yiyang. Human action recognition algorithm based on adaptive shifted graph convolutional neural network with 3D skeleton similarity[J]. *Computer Science*, 2024, 51(4): 236-242.
- [7] ZHU N Y, ZHOU M, ZHAO K. Study on the calculation method of the wind speed and direction[J]. *Computing Technology and Automation*, 2016, 35(2): 50-55.