

铌酸锂晶片的键合减薄及热释电性能研究

杨绪军¹, 陈箫², 刘岗¹, 牛坤旺¹, 张文栋¹

(1. 中北大学 电子测试技术国防科技重点实验室, 山西 太原 030051; 2. 中北大学 信息与通信工程学院, 山西 太原 030051)

摘要: 铌酸锂(LN)作为一种热释电材料, 可以被用于制作光电探测器敏感单元的敏感层, 但通常 LN 晶片厚度为 0.5 mm, 远大于光电敏感单元厚度的要求, 所以需要键合减薄及抛光技术对 LN 晶片进行加工处理。本研究所用键合减薄技术主要包含: RZJ-304 光刻胶键合、铣磨、抛光、剥离液剥离和丙酮清洗 RZJ-304 胶。利用该技术加工得到了面积为 10 mm×10 mm, 厚度为 50 μm, 表面比较光滑, 表面粗糙度为 1.63 nm 的 LN 晶片。LN 晶片的热释电信号峰峰值在减薄抛光后为 176 mV, 是未经处理时的 4 倍, 满足了热释电探测器敏感层的要求。

关键词: LN 晶片; 键合; 减薄; 抛光; 热释电性能

中图分类号: TN305 文献标识码: A 文章编号: 1001-2028 (2011) 10-0031-04

Study on the pyroelectric properties of lithium niobate wafer prepared by wafer bonding and thinning

YANG Xujun¹, CHEN Xiao², LIU Gang¹, NIU Kunwang¹, ZHANG Wendong¹

(1. Electronic Measurement Technology National Defense Technology Key Laboratory, North University of China, Taiyuan 030051, China; 2. School of Information and Communication Engineering, North University of China, Taiyuan 030051, China)

Abstract: Pyroelectric material lithium niobate (LN) can be used for the preparation of sensitive layer in the sensitive element of photoelectric detector. However, as the thickness of normal LN wafer, which is 0.5 mm, is much larger than the thickness of sensitive element, LN wafer need to be processed using the thinning and polishing techniques. A novel wafer bonding and thinning technique was introduced in this study, and it mainly included: wafer bonding with RZJ-304 photoresist, grinding, polishing, separating wafers with stripper and removing photoresist with acetone. LN wafer (10mm in square) with a thickness of 50 μm is prepared using this technique, and the surface of prepared LN wafer is very smooth with the surface roughness being 1.63 nm. The peak value of the pyroelectric signal of the processed LN wafer is 176 mV, which is four times that of the unprocessed wafer, fulfilling the requirements of the sensitive layer of pyroelectric detector.

Key words: LN wafer; bonding; thinning; polishing; pyroelectric properties

铌酸锂^[1-2](LiNbO₃, 简称 LN)晶片作为一种多功能材料具有优良的热电、压电、介电、铁电、非线性光学、光弹性、力学以及物理性能, 并且价格低廉、耐高温、耐腐蚀、易加工, 在光电技术产业中获得广泛应用。

LN 晶片的热释电系数在具有热释电特性的晶体当中虽然不是最高的, 但它的居里温度高 (1 260 ℃), 硬度低(莫氏 5)、易加工, 相对介电常数较小, 而且化学、物理性能稳定, 所以作为光电探测^[3]中的热释电敏感材料一直备受关注, 具有很好的发展前景。

要制备光电敏感层, 晶片就必须被减薄到几十微米的数量级别, 由于通常 LN 晶片的厚度是 0.5 mm, 所以需要对其进行减薄处理。

晶片的减薄方法^[4-5]通常有: 铣磨、反应离子刻蚀、离子铣、湿法刻蚀等。考虑到需要快速除去大量的 LN 晶片, 获得 LN 薄膜, 笔者选择利用铣磨原理。介绍了一种 LN 晶片减薄抛光的方法, 通过 SKCH—1 型精密测厚仪测试了减薄晶片的厚度, 并采用 CMPS—5500 原子力显微镜对减薄后晶片的表面形貌进行了测试和分析, 最后测试了减薄抛光后 LN 晶片的热

收稿日期: 2011-06-10 通讯作者: 杨绪军

基金项目: 国家“863”计划重大资助项目 (No. 2006AA040101)

作者简介: 杨绪军 (1985—), 男, 山西朔州人, 研究生, 主要从事光电探测器的理论和工艺研究, E-mail: feihuo3628052@163.com。

网络出版时间: 2011-09-26 15:09

网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/51.1241.TN.20110926.1509.008.html>

释电信号, 结果表明经该工艺减薄抛光后的 LN 晶片内部没有造成热释电特性的损伤。

1 样品制备

图 1 中的加工工艺流程图介绍了一种新的晶片键合^[6]、减薄及抛光的方法。

(1) 利用 RZJ-304 胶作为中间层, 热压键合硅片和 LN 晶片, RZJ-304 溶液的匀胶速度为 2 000 r/min, 键合温度为 100 ℃, 键合时间为 90 s;

(2) 利用科晶公司 UNIPOL—802 自动精密研磨抛光机和 GPC—50 精密研磨抛光控制仪, 对 LN 晶片进行研磨抛光。其中利用质量分数为 20% 的 W7 刚玉作为研磨液, 玻璃盘作为研磨盘, 抛光膏作为抛光料, 合成树脂模作为抛光盘, 对 LN 晶片进行研磨抛光处理;

(3) 利用 RZJ-304 胶相应剥离液浸泡, 将减薄的 LN 晶片从硅片上剥离下来;

(4) 通过两次丙酮超声清洗。

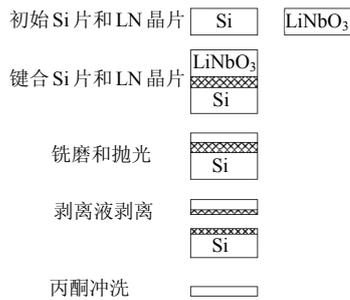


图 1 LN 晶片加工工艺流程图

Fig.1 Flow chart of the LN wafer processing technique

以上工艺具有如下优点:

- (1) 工艺简单, 成本低, 易于实现;
- (2) 可以制备大面积薄 LN 晶片;
- (3) 键合后的晶片剥离清洗方便;

(4) RZJ-304 胶具有高的热学稳定性, 用于晶片键合时有如下优点: ①固化温度低; ②平整化能力强; ③固化过程不需要催化剂, 且没有副产品; ④黏贴性高; ⑤固化过程中收缩率很小。所以利用 RZJ-304 键合后的 LN 晶片受到的应力小, 剥离下来不会产生碎裂。

2 性能测试与结果分析

减薄和抛光 LN 晶片后, 分别对 LN 晶片的厚度、表面粗糙度进行了测试, 并设计了前置放大电路^[7]测试了 LN 晶片的热释电信号。

2.1 厚度测试

LN 晶片作为热释电敏感层, 厚度减薄对其有着重要的意义, 厚度越小晶片热容值就越小, 将晶片制作成热释电敏感单元后, 响应时间就会越短。实

验中采用科晶公司生产的 SKCH—1 型精密测厚仪测量减薄抛光后的晶片厚度, 在 10 mm×10 mm 的晶片表面上取样 5 个点测试, 测试结果如表 1 所示, LN 晶片的厚度都在 50 μm 左右, 说明晶片减薄后厚度是比较均匀的。

表 1 研磨后晶片不同点的厚度
Tab.1 Thickness at different points of wafer after grinding

位置	1	2	3	4	5
厚度 / μm	50	51	52	50	51

2.2 表面形貌测试

原子力显微镜是在微纳米尺度下研究材料表面性质的基本工具之一。它的基本原理是将探针针尖和探测表面间的微作用力转换为与针尖相连的微悬臂梁(探针)的变形, 该变形通过光路的放大来进行电信号转化^[8]。

图 2 和图 3 是利用 CMPS—5500 型原子力显微镜^[9]测试的 LN 晶片的二维和三维表面形貌图。通过 CSPM imager 4.60 软件对其进行观察和分析, 可以看到减薄抛光后的 LN 晶片表面比较光滑, 质量良好, 表面粗糙度为 1.63 nm。由图 4 所示, 减薄和抛光后的 LN 晶片表面形貌最大峰的峰值为 16 nm。

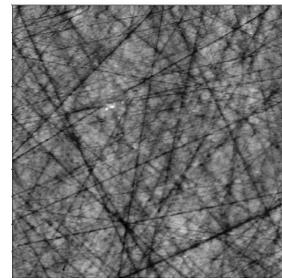


图 2 减薄后 LN 晶片的原子力二维形貌图
Fig.2 2D morphology figure by AFM in LN wafer after thinning

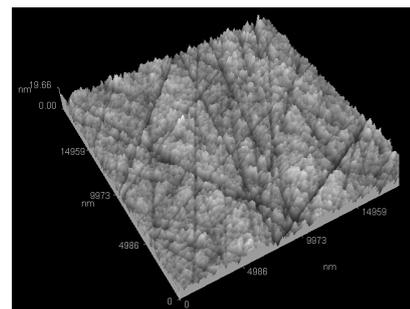


图 3 减薄后 LN 晶片的原子力三维形貌图
Fig.3 3D morphology figure by AFM in LN wafer after thinning

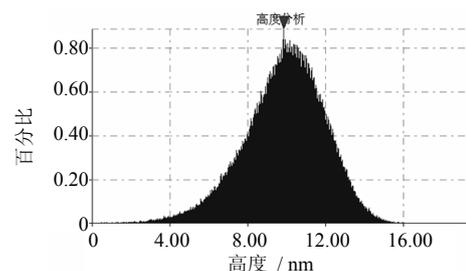


图 4 LN 晶片减薄后表面的高度分析
Fig.4 The altitudinal analysis in LN wafer after thinning

造成 LN 晶片表面研磨损伤^[9-10]的原因大致有 6 种: 一是 LN 材料的晶片取向; 二是磨料粒度的大小; 三是研磨时的压强; 四是磨料的曲率半径; 五是研磨时间; 六是研磨速度。

为了解决晶片表面研磨损伤的问题, 笔者设计了如表 2 所示的 LN 晶片研磨工艺流程, 把样品分成 5 组进行对比研磨实验 (其中每组加工样品为 4 片, 晶片尺寸为 10 mm×10 mm, 每组实验结果取平均值)。最终确定了样品组号 1 的研磨方法, 选择玻璃研磨盘, 研磨盘转速为 30 r/min, 压力为 2.7 N, 研磨时间为 30 min, 这种研磨方法对 LN 晶片的直接划伤最小, 且研磨效率最高。

表 2 LN 晶片研磨工艺流程
Tab.2 Grinding technological process of LN wafer

样品组号	研磨盘	研磨盘转速/(r·min ⁻¹)	压力/N	研磨时间/min	平均研磨率/(μm·min ⁻¹)	研磨质量
1	玻璃研磨盘	30	2.7	30	11.5	良好
2	玻璃研磨盘	30	4.2	20	14.2	一般
3	玻璃研磨盘	40	2.7	30	13.0	一般
4	玻璃研磨盘	20	2.7	30	8.4	良好
5	铜研磨盘	30	2.7	20	18.5	差

2.3 热释电性能测试

LN 晶片作为一种很有应用前景的热释电材料^[11], 减薄和抛光后是否仍具有热释电特性, 这是研究者主要关注的问题。图 5 是 LN 晶片热释电特性测试的示意图, 信号发生器和 IR715 红外灯提供可调制的红外辐射, 前置放大电路连接 LN 晶片的两极, 示波器用于测试由前置放大电路输出的热释电信号。其测量原理是当热释电材料吸收红外辐射后, 自身会有微小的温度变化, 自发极化强度就会发生变化, 从而在晶片两侧产生电荷变化, 即产生了热释电现象。笔者通过前置放大电路把热释电电流转化为电压信号并放大, 然后在示波器上进行显示。

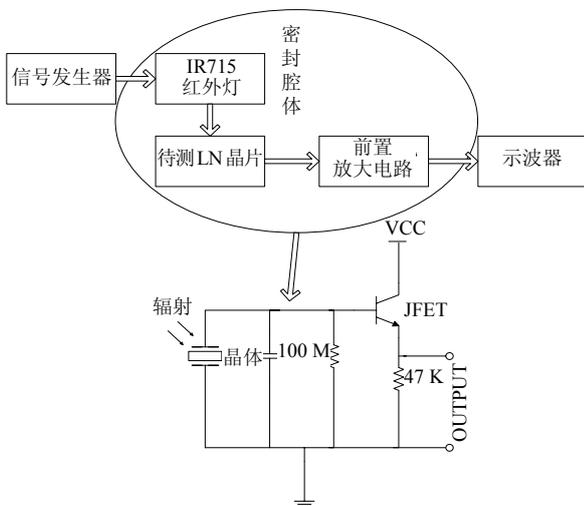


图 5 LN 晶片热释电特性测试的示意图

Fig.5 Schematic diagram of LN wafer pyroelectric characteristics testing
其中, 热释电电流表达式为:

$$i = PA \frac{dT}{dt} \quad (1)$$

式中: i 为热释电电流; P 为晶片的热释电系数; A 为晶片的电极面积; $\frac{dT}{dt}$ 为晶片温度随时间的变化率。由 (1) 式可知当 $\frac{dT}{dt}$ 变化时即可测得热释电电流的变化。

LN 晶片减薄前的厚度为 500 μm, 电极面积为 25 mm², 信号发生器提供给 IR715 红外灯一个频率为 1 Hz, 峰值为 5 V 的正弦信号, 在示波器上测得 LN 晶片的热释电信号为 44 mV, 如图 6 所示。同样, LN 晶片减薄后的厚度为 50 μm, 电极面积为 25 mm², 信号发生器提供给 IR715 红外灯一个频率为 1 Hz, 峰值为 5 V 的正弦信号, 在示波器上测得 LN 晶片的热释电信号为 176 mV, 如图 7 所示。测试结果表明: 经过该工艺减薄和抛光后的 LN 晶片的信号峰峰值明显提高, 是减薄抛光前信号峰峰值的 4 倍, 同时也验证了该加工工艺没有对晶片内部的热释电特性造成损伤。

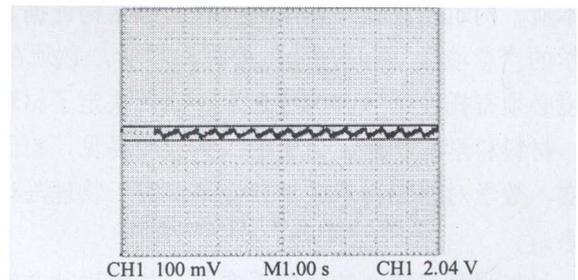


图 6 LN 晶片减薄前热释电响应
Fig.6 The pyroelectric response of original LN wafer

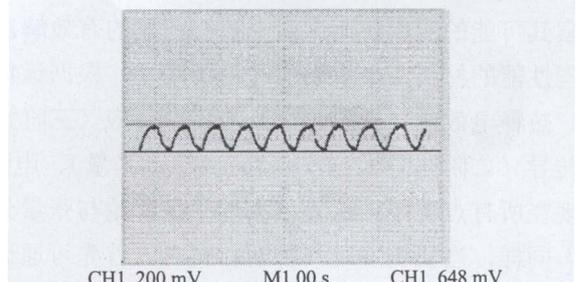


图 7 LN 晶片减薄后热释电响应
Fig.7 The pyroelectric response of LN wafer after thinning

3 结论

介绍了一种晶片键合、减薄和抛光的方法。该方法工艺简单, 成本低, 易于实现; 可以实现大面积 LN 晶片的减薄抛光; LN 晶片的厚度可以减到 50 μm; 抛光后表面粗糙度可以达到 1.63 nm; RZJ-304 胶的应用使键合减薄后的 LN 晶片和硅片能更好地剥离分开且不会对 LN 晶片的热释电特性造成损伤。最后通过具体的测试方法, 验证了减薄抛光后的 LN

晶片热释电特性的存在。该工艺可以在晶片的键合减薄和抛光方面提供一定的参考。

参考文献:

- [1] 师丽红, 阎文博. 纯铌酸锂晶体红外光谱的低温研究 [J]. 物理学报, 2009, 58(7): 4987-4991.
- [2] 夏宗仁, 催坤, 徐家跃. 弱热释电效应黑色铌酸锂、碳酸锂晶体研究 [J]. 压电与声光, 2004, 26(4): 126-128.
- [3] 金娜, 刘卫国. 单晶热释电探测器混合集成制造方法研究 [J]. 应用光学, 2010, 31(2): 313-316.
- [4] 姚瑞明. 铌酸锂切磨抛工艺探讨 [J]. 江苏冶金, 1991, 19(4): 48-51.
- [5] 刘立新, 张学建, 张莹, 等. 铌酸锂晶体的抛光机理及精密加工工艺 [J]. 硅酸盐学报, 2008, 36(11): 1069-1614.
- [6] 劳燕锋, 吴惠楨. 直接键合 InP-GaAs 结构界面的特性研究 [J]. 物理学报, 2005, 54(9): 4434-4439.
- [7] ZHANG W D, TAN Q L, LIU J, et al. Two-channel IR gas sensor with two detectors based on LiTaO₃ single-crystal wafer [J]. Opt Laser Technol, 2010, 42(8): 1223-1228.
- [8] 杜文龙, 梁庭, 薛晨阳, 等. 利用新设计磨具对铌酸锂晶片的减薄及减薄后的测试 [J]. 材料科学与工程学报, 2010, 28(6): 934-937.
- [9] LIANG T, TANG J J, XIONG J J, et al. Synthesis and characterization of heteroepitaxial GaN films on Si(111) [J]. Vacuum, 2010, 84(9): 1154-1158.
- [10] 孙尚倩, 夏海瑞, 冉栋刚, 等. 近化学计量比的铌酸锂晶体的晶格振动和相变软模研究 [J]. 光散射学报, 2006, 18(3): 254-260.
- [11] 吕凯. 铌酸锂晶体的抛光机理及工艺方法研究 [D]. 长春: 长春理工大学, 2007.
- [12] YOYIADJIS G Z, HARTLEY C S. Residual-stress determination of concentric layers of cylindrically orthotropic materials [J]. Exp Mech, 1987, 27(3): 290-297.

(编辑: 邓学敏)

材料科学离不开数学支撑

有同道友人曾半调侃半认真地问陈湘明教授: “你那么喜欢诗词, 能否用诗词的语言概括一下材料科学的基本特征?” 陈教授未假思索便脱口而出: “化学为格律, 物理为意境, 数学为韵致。” 引得友人拍手称奇。陈教授赶紧自嘲: “戏论一番, 不可当真。” 此后慢慢想来, 倒是越想越觉得有道理。

化学成分、化学键、晶体结构、相组成、缺陷, 以及杂质等化学要素大体上决定了材料的基本属性, 故称化学为材料科学的格律当为合适。而探询结构-性能关系以及结构与性能的变化规律、揭示特定效应的物理本质、构筑相关物理图象并寻找其微结构证据、通过结构调控追求性能的最优化, 如此等等, 显然是材料科学的“意境”。因此, 欲做好材料科学, 必须在恰当的化学格律的基础上追求高远的物理意境。而高远的意境必须寄托在奇妙的韵致之上, 这便决定了材料科学离不开数学的支撑。

材料科学与物理、化学的关系显而易见, 自无疑义。而材料科学与数学之关系, 却常常容易被人忽视。其实, 数学对材料科学之重要性绝不亚于物理与化学。我们可以通过几个例子来理解材料科学与数学之密切关系。

材料科学最核心的问题无非是: 如何设计并制备出具有合适成分与结构、微结构的材料以获得特定的物理性能; 或当我们发现一种新材料时, 如何揭示其可能的物理性能与功效及其变化规律, 进而追求性能优化、探索其可能的应用。而这两个核心问题的有效解决均离不开数学, 尤其是群论与张量分析。欲设计具有特定物理性能的材料, 最重要的理论指南是, 根据该物理性质的张量属性, 从特定点群的晶体中去寻找合适的材料。热释电效应(一阶张量)与压电效应(三阶张量)等奇数阶张量性质只出现在非中心对称的点群中, 而电传导(二阶张量)、介电效应(二阶张量)、电致伸缩效应(四阶张量), 以及弹性效应(四阶张量)等则出现在所有点群中。这里依据的正是群论与张量分析。

同样, 当我们发现一种新材料时, 首先可通过 XRD 分析确定其晶体结构与空间群, 然后依据张量分析的原理判断其可能出现的张量性质。若所属点群为非中心对称的, 则可判断该材料具有压电效应; 若所属点群为非中心对称的极性点群, 则可判断该材料不仅具有压电效应、还应具有热释电效应。而若所属点群为中心对称的, 则只有偶数阶张量性质, 不可能具有奇数阶张量性质。此外, 数学与材料的塑性加工的关系更是难舍难分, 可以说离开张量分析与变分原理就无从谈论塑性加工。锻造、轧制、挤压、拉拔等塑性变形的应变状态决定于偏应力状态。而塑性加工力学的基本原理能量原理的基础便是变分原理。

如果说离开了化学的材料科学是“出律”、离开了物理的材料科学会毫无“意境”, 那么缺乏数学的材料科学定会了无“韵致”、索然无味。

(摘自 <http://blog.sciencenet.cn/u/tashaxing>)