

文章编号: 1673-2812(2010)06-0934-04

利用新设计磨具对铌酸锂晶片的减薄及减薄后的测试

杜文龙, 梁庭, 薛晨阳, 唐建军, 叶挺

(中北大学仪器科学与动态测试教育部重点实验室, 电子测试技术国防重点实验室, 山西太原 030051)

【摘要】 铌酸锂晶体具有较强的热释电效应, 由铌酸锂制作的红外传感器敏感头受到科研人员的广泛关注。将晶片与硅衬底在 200 °C 和压力 100N 的条件下键合, 利用自行设计的磨具将铌酸锂减薄到 40 微米, 磨料由水与刚玉以 1:1 的比例制成。本文讨论了铌酸锂键合的过程, 减薄的过程及厚度测试, 通过拉曼光谱分析残余应力, 通过原子力显微镜测试样品表面粗糙度。研究表明, 通过自行设计的磨具研磨的晶片厚度最大差值 7 微米, 较为均匀; 研磨后晶片表面粗糙度为 118 纳米, 较为粗糙; 键合后存在一定的残余应力。制作好的铌酸锂晶片符合制作红外传感器敏感头的要求。

【关键词】 铌酸锂; 研磨; 晶片; 拉曼; 原子力

中图分类号: TN405

文献标识码: A

Thinning of Lithium Niobate Wafers with a Novel Designed Lapping Tool and Measurements

DU Wen long, LIANG Ting, XUE Chen yang, TANG Jian jun, YE Ting

(Key Laboratory of Instrumentation Science & Dynamic Measurement, North University of China, Ministry of Education, China; National Key Laboratory for Electronic Measurement Technology, Taiyuan 030051, China)

【Abstract】 Because of the pyroelectric effects, infrared sensors made of lithium niobate have attracted much attention for its potential applications. A lithium niobate wafer and a silicon substrate were bonded together at 200 °C under a pressure of 100N. Lithium niobate had been thinned to 40 microns using a novel designed lapping tool. The abrasive contains water and corundum with a ratio of 1:1. The bonding and thinning process of lithium niobate was studied. The residual stress was analyzed by Raman spectroscopy. Sample surface roughness was tested by atomic force microscopy. Maximum difference of wafer thickness is 7 microns. After grinding, surface roughness of the wafer is 118nm. Lithium niobate chips processed by our procedure can be used as infrared sensors.

【Key words】 lithium niobate; grinding; Raman spectroscopy; atomic force microscopy

1 前言

铌酸锂晶体作为一种多功能材料具有压电、铁电、介电、声学、非线性光学、光弹性等性能, 其自身机械性能稳定, 且易加工、耐高温、抗腐蚀、原材料来源丰富、价格低廉、易生长成大晶体, 广泛应用于光导、光调制

器、光开关、非挥发存储器、生表面波和二次谐波发生器等器件, 一直受到人们很大的关注^[1]。

由于铌酸锂有良好的热释电性能, 可用来制作热释电器件。但高的热释电系数使得晶片表面容易形成大量的静电荷, 静电荷会在叉指电极间、晶片间、晶片与封装间自发释放。当静电场足够高时容易损伤晶片(如开裂、微畴翻转等), 因此增加了器件的加工难

收稿日期: 2009-11-09; 修订日期: 2010-03-17

基金项目: 国家 863 重大资助项目(2006AA040601), 电子测试技术国家级重点实验室开放基金资助项目

作者简介: 杜文龙(1983-), 男, E-mail: duwenlong_25@126.com。

度^[2]。

虽然对铌酸锂的研磨的报道已有很多, 本文采用独立设计的一套研磨工具对键合好的晶片进行减薄, 并采用原子力显微镜测试晶片的表面形貌, 然后采用拉曼峰移的方法对键合后晶片的应力进行分析。

2 实验

2.1 基片结合

两个基片的粘合可以采用直接黏合和通过中间层黏合两种方法。直接黏合采用硅熔黏合和阳极黏合, 前者适用于两个硅片的高温和低温黏合, 后者适用于钠玻璃与硅片在 300 到 400℃ 范围内的电场作用下黏合。上述两种黏合要求待黏合表面非常清洁和光滑。而利用中间层实现两基片的黏合, 对黏合表面光滑度要求比较低。常用的中间层材料包括黏合剂、低温溶解玻璃、焊膜^[3]。本实验采用的是利用中间层黏合, 采用的中间层材料是焊锡。焊锡的熔化温度为 170℃。黏合时采用的温度 200℃, 所加压力为 100N。

2.2 晶片研磨

铌酸锂晶体是一种无色或略带黄色的透明晶体, 属三方晶系, 硬度为莫氏六级, 具有热释电效应, 并且有强烈的各向异性, 特别是各晶轴方向的线热膨胀系数相差较大: a 轴方向比 c 轴方向的线热膨胀系数大八倍。这就是铌酸锂晶体加工热稳定性较差的原因。由于硬、脆、热稳定性差等特性, 铌酸锂晶体加工相当困难。

对铌酸锂的研磨是利用散粒磨料的作用逐渐剥落晶体表面来实现的。磨料的选择十分重要, 按其来源可分为人工磨料和天然磨料两种, 其中人工磨料有碳化硼、碳化硅、人造刚玉和人造金刚石, 天然磨料有刚玉、石榴石、金刚石等。以上磨料的硬度均大于铌酸锂晶体, 都可以作为磨料。我们选择价格低廉的刚玉作为磨料。为了保证研磨过程具有较大的热容和均匀流动性, 我们选取刚玉磨料与水以 1: 1 的比例调和制成研磨液^[4,5]。

磨具构造如图 1 所示, 磨具外架与内芯配合使用, 配合间隙为 0.05mm。在外架和内芯的配合下可以保证研磨的精度。利用磨具研磨, 经计算 1cm × 1cm 的晶片厚度理论误差为 0.05mm。

磨具内芯为研磨提供恒定的压力, 由于晶片容易破裂, 所以磨具内芯不宜太重, 但磨具太轻影响研磨速度, 因此模具重量应设计合理。磨具内芯的压力自动为晶体提供了合适的给进速度, 保证不会因为给进速度太快而造成晶片损坏。磨具外架同时起到支撑作

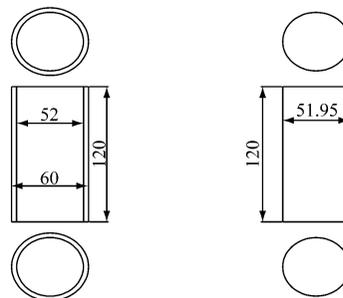


图 1 (a) 磨具外架; (b) 磨具内芯

Fig. 1 (a) Outer frame of the lapping tool; (b) Inner core of the lapping tool

用, 保证研磨的方向与晶片表面垂直。研磨时先用蜡将晶片粘在模具上, 用石蜡黏合时应使黏合的石蜡薄, 且厚度均匀, 这样才能保证研磨的晶片厚度均匀。晶片粘好后将磨具内芯套在磨具外架内, 有晶片的一面朝下, 在玻璃板上放刚玉, 掺上 1: 1 的水, 然后将晶片及磨具放在玻璃板上研磨。研磨时力度要均匀。由于研磨的速度有限, 所以不必考虑研磨热和研磨温度对研磨造成的影响^[4]。由于磨料有水存在, 所以在研磨时可去除静电的影响。

3 结果分析与讨论

(1) 对研磨后的晶片进行厚度的测试, 其结果如表 1。

表 1 研磨后不同点厚度

Table 1 Thickness at different points after being grinded

Position	1	2	3	4	5
Thickness/ μm	74	71	69	76	71

位置: 位于晶片的中心位置, 其他四个点分别位于晶片的四个顶点附近。由表 1 可以看出, 研磨后的厚度差值最大为 7 微米, 厚度较为均匀, 可以满足热释电器件的要求。

(2) 原子力显微镜是做微米纳米研究最核心的工具之一, 是微纳米尺度下研究材料表面性质的基本手段。AFM 的基本原理是将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)的形变, 该变形通过光路的放大, 转变为可输出的电信号。由于扫描样品为硬质样品, 所以不必担心由于针尖的作用而使样品加大变形^[6]。

用 CMPS-5500 型原子力显微镜观测晶片表面形貌, 扫描频率为 20Hz, 参考点为 0.15, 反馈信号为 0.16V, sum 电压为 4.33V, 扫描方式为接触模式, 扫描范围 20nm。由于铌酸锂晶体表面容易产生静电, 静电的存在对于探针的作用有很大的影响。将原子力

显微镜的激光对好后进行探针逼近。逼近的过程中由于静电的作用会使激光偏离探针。所以在测试前应用水冲洗晶片,使晶片上的静电释放掉。晶体表面粗糙,使由于晶体表面反光造成激光对准困难的影响降低。

通过图2到图4可以看到,晶体在研磨后表面粗糙度较大(118nm),各点的高度分布不均匀,但由于热释电器件对粗糙度的要求不高,可以满足器件的要求。

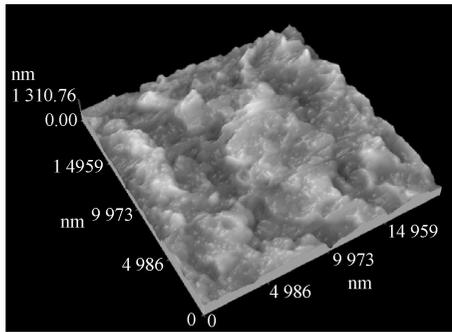


图2 铌酸锂晶体研磨后的原子力三维图

Fig. 2 Three dimensional graph of a lithium niobate wafer after being grinded

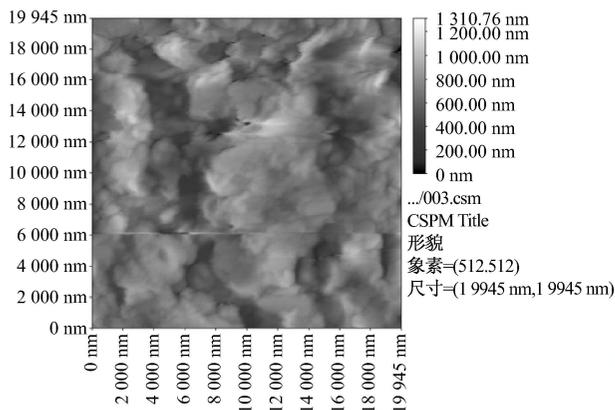


图3 铌酸锂晶体研磨后的原子力形貌图

Fig. 3 Topography of a lithium niobate wafer after being grinded

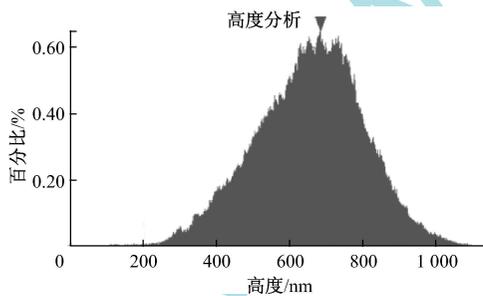


图4 铌酸锂晶体研磨后表面各点的高度分析

Fig. 4 Surface height of a lithium niobate wafer after being grinded

(3) 残余应力的产生通常有两方面的原因。一个原因是由力学行为引起的,材料在加工或使用过程中在外负荷作用下发生形变或局部形变,外负荷撤除后,材料局部区域往往有残留应变。另一个原因是由材料受热引起的。

在高温环境下,由于材料与基体之间热膨胀系数的失配而引起的热残余应力可影响到材料的安全使用,所以在材料设计和器件使用中都应考虑到残余应力的问题。热残余应力可发生在材料制作过程中,在从高温冷却至室温时发生。应力分布常常是不均匀的,可引起材料内部局部应力集中,严重时产生局部裂纹或基体材料屈服或界面脱结合等缺陷,导致材料不能达到原设计的性能。热残余应力也可能发生在使用时的高温热循环过程中,由此引起材料的不正常破坏^[7,8]。

铌酸锂晶体的残余应力主要是由晶体与衬底之间的热膨胀系数失配引起的。从170°C高温冷却到室温的过程中在晶体内产生了残余应力。

近年来,由于探针和光纤技术的应用,拉曼光谱技术和荧光光谱技术在残余应力的测定方面做出了杰出的贡献。它们能测试许多其他技术无法测试的材料。拉曼测试的一个重要优势就是非接触无破坏测量。激光光源波长为632.8nm,氦氖激光器的波长为488nm。

峰波数与应变的关系常常是线性的,峰半高宽与应变有类似的关系^[9-11]。

通过图5可以看到,拉曼峰有明显的蓝移现象,峰值对照可参考表2。拉曼蓝移表示晶体受到张应力的作用。原因是铌酸锂的热膨胀系数远大于硅片的热膨胀系数,在高温条件下粘合,在降温的过程中由于晶片热收缩得较快,所以晶片受到拉应力的作用而产生晶格形变,造成拉曼峰位移。由于应力并不是很大,在热

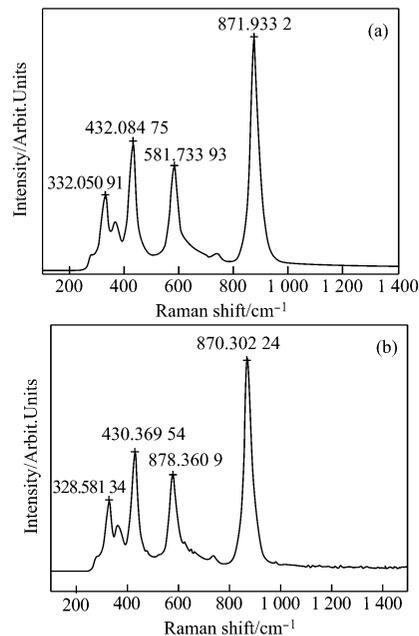


图5 (a) 普通铌酸锂的拉曼图; (b) 粘合后的铌酸锂的拉曼图

Fig. 5 Raman spectra of lithium niobate. (a) Conventional Raman spectrum; (b) Raman spectrum obtained from a bonded sample.

表 2 键合后拉曼峰与标准拉曼峰的比较^[12-14]

Table 2 Comparison between the positions of Raman peaks

Standard Raman peaks/cm ⁻¹	871.9	581.7	432.1	332.1
Raman peaks after being bonded/cm ⁻¹	870.3	578.4	430.4	328.6

释电器件允许范围内。

4 结 论

研磨后的晶片厚度较为均匀, 原子力测试显示研磨后的表面较为粗糙, 对拉曼峰的分析可看出有残余应力的存在, 但并不太大。从实验的结果可以发现, 与其他研磨方式相比, 该研磨方式具有研磨工具构造简单, 成本低廉, 易于加工, 研磨过程操作方便, 研磨精度较高, 研磨后的晶片基本能够满足热释电器件的要求。由研磨的晶片制备的热释电器件测得 20 毫伏的信号。

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, 7: 4987~ 4991.
- [2] 夏宗仁, 催坤, 徐家跃. 弱热释电效应黑色铌酸锂、钽酸锂晶体研究[J]. 压电与声光, 2004, 4: 126~ 128.

- [3] 劳燕锋, 吴惠栋. 直接键合 InP-GaAs 结构界面的热性研究[J]. 物理学报, 2005, 9: 4434~ 4439.
- [4] 姚瑞明. [J]. 江苏冶金, 1991, 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, 11: 1069~ 1614.
- [6] 张向军, 孟永钢, 温诗铸. 原子力显微镜探针耦合变形下的微观扫描力研究[J]. 物理学报, 2004, 3: 728~ 733.
- [7] 杨潇, 卞昂. 复合材料残余应力的拉曼测定[J]. 光散射学报, 2008, 3: 47~ 51.
- [8] 王建华, 钱林方, 袁人枢, 等. 小孔释放法测纤维增强复合材料残余应力的释放系数[J]. 材料科学与工程学报, 2007, 4: 211~ 213.
- [9] 孙尚倩, 夏海瑞. 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, 9: 254~ 260.
- [10] 郝晨生, 王锐. 掺铋铌酸锂晶体的拉曼光谱[J]. 材料科学与工程, 2004, 4: 202~ 204.
- [11] G. Z. Yoyiadjis. [J]. Experimental mechanics, 1987, 290~ 297.
- [12] 杨序纲, 吴琪琳. 拉曼光谱的分析应用. 第四章 符合材料微观理学[M]. 北京: 国防工业出版社, 2008.
- [13] 朱忠丽, 孙域, 万玉春, 等. Nd: NaBi(WO₄)₂ 晶体光谱性能研究[J]. 材料科学与工程学报. 2005, 23(3): 377~ 379.
- [14] A. A. KAMINSKIN, A. KNOLOV, P. VKLEVTSOV. [J]. Phys. stat. sol., 1989, (a) 114: 713~ 719.

(上接第 889 页)

- [8] Heesun Yang, Dong Kyoong Lee, Yong Seog Kim. Spectral variations of nano-sized Y₃Al₅O₁₂: Ce phosphors via codoping/substitution and their white LED characteristics[J]. Materials Chemistry and Physics, 2009, 114: 665~ 669.
- [9] Young Duk Huh, Jae Hoon Shim, et al. Optical Properties of Three Band White Light Emitting Diodes[J]. Journal of The Electrochemical Society, 2003, 150(2): H57~ H60.
- [10] Hongli Liu, Dawei He, Fang Shen. Luminescence Properties of Green Emitting Phosphor (Ba_{1-x}Sr_x)₂SiO₄: Eu²⁺ for White LEDs [J]. Journal of Rare Earths, 2006, 24(1): 121~ 124.
- [11] W. J. Park, M. K. Jung, et al. Synthesis and photoluminescence characterization of Ca₃Si₂O₇: Eu²⁺ as a potential green emitting white LED phosphor [J]. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 2008, 69: 1505~ 1508.
- [12] Sung Hun Lee, Je Hong Park, et al. White light emitting phosphor: CaMgSi₂O₆: Eu²⁺, Mn²⁺ and its related properties with blending[J]. Applied Physics Letters, 2006, 89: 221916.
- [13] Changyu Shen, Yi Yang, Shangzhong Jin. Synthesis and luminous characteristics of Ba₂SiO₃Cl₂: Eu²⁺, Mn²⁺ phosphor for white LED [J]. Light emitting Diode Materials and Devices, 2008, 6828: 82815.
- [14] Xiaoming Liu, Jun Lin. Nanocrystalline LaGaO₃: Tm³⁺ as an efficient blue phosphor for field emission displays with high color purity[J]. Applied Physics Letters, 2007, 90: 184108.
- [15] Andre Douy. Polyacrylamide gel: an efficient tool for easy synthesis of multicomponent oxide precursors of ceramics and glasses[J]. International Journal of Inorganic Materials, 2001, 3(7): 699~ 707.
- [16] Hu Li Li, Xue Jian Liu, Li Ping Huang. Luminescent properties of LuAG: Ce phosphors with different Ce contents prepared by a soft gel combustion method[J]. Optical Materials, 2007, 29(9): 1138~ 1142.
- [17] Y. H. Zhou, J. Lin, et al. Preparation of Y₃Al₅O₁₂: Eu phosphors by citric gel method and their luminescent properties [J]. Optical Materials, 2002, 20(1): 13~ 20.
- [18] 金尚忠, 杨翼, 等. 一种可用于白光 LED 的硅酸盐红光荧光粉发光特性的研究[J]. 中国稀土学报, 2009, 27(3): 344~ 348.
- [19] E. H. P. Cordfunke, C. P. Groen. A thermodynamic study of gaseous BaSiO₃[J]. J. Chem. Thermodynamics, 2000, 32: 839~ 845.
- [20] 彭丽霞, 洪樟连, 周时风, 王民权. 等价 Ca, Sr 离子固溶对 CaTiO₃: 0.002Pr³⁺ 发光特性的影响[J]. 无机材料学报, 2005, 20(5): 1049~ 1053.
- [21] M. A. Lim, J. K. Park, et al. Luminescence characteristics of green light emitting Ba₂SiO₄: Eu²⁺ phosphor [J]. Journal of Materials Science Letters, 2003, 22: 1351~ 1353.
- [22] Mei Zhang, Jing Wang, et al. Optical properties of Ba₂SiO₄: Eu²⁺ phosphor for green light emitting diode (LED) [J]. Materials Research Bulletin, 2007, 42(1): 33~ 39.
- [23] M. Romero, A. Andrés, et al. Sintering behavior of ceramic bodies from contaminated marine sediments [J]. Ceramics International, 2007, 34(8): 1917~ 1924.