(11)特許番号

(45)発行日 🗳	₹和5年8月31日(2023.8.3	31)		(24)登録日	(P7336413) 令和5年8月23日(2023.8.23)
(51)国際特許分	う類	FΙ			
НОЗН	3/08 (2006.01)	H 0 3 H	3/08		
H 0 3 H	9/25 (2006.01)	H 0 3 H	9/25	С	
H 0 1 L	21/02 (2006.01)	H 0 1 L	21/02	В	
С З О В	29/30 (2006.01)	C 3 0 B	29/30	А	
C 3 0 B	33/00 (2006.01)	C 3 0 B	29/30	В	
			請求項	頁の数 11	(全10頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	顧番号 特願2020-80805(P2020-80805) (73) 顧日 令和2年4月30日(2020.4.30)		(73)特許権者	000002060)
(22)出願日				信越化学工業株式会社	
(65)公開番号	特開2021-175165(P2	2021-175165		東京都千代日	田区丸の内一丁目4番1号
	A)		(74)代理人	100166545	5
(43)公開日	令和3年11月1日(202	1.11.1)		弁理士 折均	反 茂樹
審査請求日	令和4年4月22日(202	2.4.22)	(72)発明者	秋山 昌次	
				群馬県安中市	市磯部二丁目13番1号 信
				越化学工業	朱式会社 精密機能材料研究
				所内	
			審査官	石田 昌敏	
					最終頁に続く

(12)特許公報(B2)

(54)【発明の名称】 複合基板の製造方法および複合基板

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

(19)日本国特許庁(JP)

<u>表面粗さが算術平均粗さRaにおいて0.03µm程度より大きい面である</u>荒れた面を有 する圧電材料の基板を用意するステップと、

前記圧電材料の基板の荒れた面を、化学的手法によりエッチングして<u>表面近傍のクラッ</u> <u>クが入った層である</u>ダメージ層を除去するステップと、

前記ダメージ層が除去された前記圧電材料の基板の荒れた面に介在層を堆積するステップと、

堆積した前記介在層の表面を平坦化するステップと、

前記圧電材料の基板を、堆積した前記介在層を介して、熱膨張係数が前記圧電材料と比 10 較し小さい支持基板とを貼り合せるステップと、

貼り合わせ後の前記圧電材料の基板を薄化するステップと

を備え、

前記圧電材料がタンタル酸リチウム(LT)またはニオブ酸リチウム(LN)であることを特徴とする複合基板の製造方法。

【請求項2】

前記ダメージ層を除去するステップにおいて、溶液による化学エッチングを行うことを 特徴とする請求項1に記載の複合基板の製造方法。

【請求項3】

前記ダメージ層を除去するステップにおいて、ドライエッチングを行うことを特徴とす 2

る請求項1に記載の複合基板の製造方法。

【請求項4】

前記貼り合せるステップの前に前記圧電材料の基板および前記支持基板の双方もしくは 片方に表面活性化処理を施すことを特徴とする請求項1から3のいずれかに記載の複合基 板の製造方法。

【請求項5】

表面活性化処理が、オゾン水処理、UVオゾン処理、イオンビーム処理、プラズマ処理のいずれかであることを特徴とする請求項4に記載の複合基板の製造方法。

【請求項6】

介在層がSiO₂、SiON、SiN、SiC、AlN、Al₂O₃、Y₂O₃、TiO 2、Ta₂O₅、およびZrO₂の何れかを含むことを特徴とする請求項1に記載の複合基 板の製造方法。

【請求項7】

前記圧電材料の基板を薄化するステップにおいて、前記圧電材料の基板を研削および/ または研磨により行うことを特徴とする請求項1から6のいずれか1項に記載の複合基板 の製造方法。

【請求項8】

前記圧電材料の基板に予めイオン注入を施し、貼り合せ後に前記圧電材料の基板を薄化 するステップにおいてイオン注入界面で剥離を行うことで薄化を行うことを特徴とする請 求項1から6のいずれか1項に記載の複合基板の製造方法。

【請求項9】

注入するイオンがH⁺もしくはH₂⁺の何れかを含むことを特徴とする請求項8に記載の 複合基板の製造方法。

【請求項10】

圧電材料の基板と熱膨張係数が前記圧電材料と比較し小さい支持基板とが、介在層を介 して貼り合わされた複合基板であって、

前記圧電材料の基板における前記介在層との界面は、<u>表面近傍のクラックが入った層で</u> あるダメージ層が除去された、<u>表面粗さが算術平均粗さRaにおいて0.03µm程度よ</u> り大きい荒れた面となっており、

前記圧電材料がタンタル酸リチウム(LT)またはニオブ酸リチウム(LN)であることを特徴とする複合基板。

【請求項11】

前記介在層における前記支持基板との界面は、平坦化された面となっていることを特徴とする請求項10に記載の複合基板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

本発明は、弾性表面波デバイスの材料等として用いる複合基板およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、スマートフォンに代表される移動体通信の市場において、通信量が急激に増大している。この問題に対応するために必要なバンド数を増やす中、必然的に各種部品の小型化、高性能化が必須となってきている。一般的な圧電材料であるタンタル酸リチウム(Lithium Tantalate:LT)やニオブ酸リチウム(Lithium Niobate:LN)は、表面弾性波(SAW)デバイスの材料として広く用いられている。しかし、これらの材料は大きな電気機械結合係数を有し広帯域化が可能である反面、温度安定性が低く温度変化により対応できる周波数がシフトしてしまうという問題点を有する。これは、タンタル酸リチウムやニオブ酸リチウムが非常に高い熱膨張係数を有することに起因する。

(2)

40

30

20

この問題を低減するために、タンタル酸リチウム(LT)やニオブ酸リチウム(LN) に、熱膨張係数の小さい材料を貼り合せ、LTもしくはLN側を研削等で数μm~数十μ mに薄化し、複合基板(複合ウェーハ)を得る方法が提案されている。また、低膨張係数 材料(サファイア、シリコン等)からなる支持ウェーハを貼り合せることでLTの熱膨張 を抑え、温度特性を改善する方法も提案されている(例えば、非特許文献1を参照)。参 考までに各種材料の熱膨張係数をグラフ化したものを図1に示す。

【0004】

しかし、この方法には、薄いLT膜を支持ウェーハに積層することで反共振周波数帯に スプリアスと呼ばれるノイズが発生するという問題がある。このノイズはLT膜と支持ウ ェーハとの界面からの反射により発生する。例として、シリコン基板上に20µm厚のL T膜を積層した複合基板から作製した共振器における反射係数(S11)のスペクトラム の実例を図2に示す。図2において、スペクトラムの山と谷の差をスプリアス強度(ampli tude)と定義している。

【0005】

この問題を解決するために、特許文献1では、LTの貼り合せ面を遊離砥粒で荒らして (ラップ処理)Raで300nm程度の粗さを得てから支持ウェーハと介在層を介して貼 り合せる方法により、スプリアスを抑えることに成功している。この方法は、ウェーハ作 製の際に用いる工程(スライス処理、ラップ処理、研削処理等)で生じる荒れた面をその まま使えるという利点がある。

[0006]

ただし、特許文献1の方法はスプリアス抑制に極めて効果的ではあるものの、信頼性試験の一つである熱衝撃試験(高温と低温域を短時間で行き来する試験)を繰り返す内に、フィルター特性が劣化するという問題を有している。図3は、特許文献1の方法により作製したウェーハに対する熱衝撃試験の結果の一例を示している。熱衝撃試験後は、試験前と比較して挿入損失が増大するとともに帯域幅が狭くなっていることが分かる。この特性劣化の原因を調査したところ、LTと介在層の荒れた面からLT膜に伸長する亀裂(クラック)が原因の一つであることが判明した。クラックは、ときにはウェーハ表面にまで達することもある。クラックは、LTとSiの熱膨張係数の差が極めて大きいことに起因して発生し、熱衝撃を繰り返す内にLTと介在層との界面近傍のLT膜内の微小欠陥がクラックとなり、特性に及ぼすまでとなる。

【0007】

一方、熱膨張係数が小さいSiを支持ウェーハとすることで、LTが持つ温度特性(温度による特性の変動)を向上させることができるという利点は捨てがたい。クラックの問題と温度特性の向上を両立させることは大変困難と言える。

【先行技術文献】

【特許文献】

[0008]

【文献】特許第6250856号

【非特許文献】

[0009]

【文献】電波新聞ハイテクノロジー2012年11月8日「スマートフォンのRFフロントエンドに用いられるSAW - Duplexerの温度補償技術」

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

[0010]

このような問題に鑑み、本発明は、クラックの発生を抑制しつつ温度特性を向上させる ことのできる複合基板およびこのような複合基板の製造方法を提供することを目的とする。 【課題を解決するための手段】

[0011]

上記の課題を解決すべく、本発明の実施形態に係る複合基板の製造方法は、荒れた面を 50

有する圧電材料の基板を用意するステップと、圧電材料の基板の荒れた面を、化学的手法 によりエッチングしてダメージ層を除去するステップと、ダメージ層が除去された圧電材 料の基板の荒れた面に介在層を堆積するステップと、堆積した介在層の表面を平坦化する ステップと、圧電材料の基板を、堆積した介在層を介して、熱膨張係数が圧電材料と比較 し小さい支持基板とを貼り合せるステップと、貼り合わせ後の圧電材料の基板を薄化する ステップとを備える。なお、圧電材料としては、タンタル酸リチウム(LT)またはニオ ブ酸リチウム(LN)が好適である。また、荒れた面とは、表面粗さが算術平均粗さRa において0.03μm程度より大きい面とするとよい。

【0012】

本発明では、ダメージ層を除去するステップにおいて、溶液による化学エッチングを行 うとよい。あるいは、ダメージ層を除去するステップにおいて、ドライエッチングを行っ てもよい。

[0013]

本発明では、貼り合せるステップの前に圧電材料の基板および支持基板の双方もしくは 片方に表面活性化処理を施すとよい。表面活性化処理が、オゾン水処理、UVオゾン処理 、イオンビーム処理、プラズマ処理のいずれかとするとよい。

【0014】

本発明では、介在層は、SiO₂、SiON、SiN、SiC、AlN、Al₂O₃、Y 2O₃、TiO₂、Ta₂O₅、およびZrO₂の何れかを含むとよい。

【 0 0 1 5 】

本発明では、圧電材料の基板を薄化するステップにおいて、圧電材料の基板を研削および/または研磨により行うとよい。あるいは、圧電材料の基板に予めイオン注入を施し、 貼り合せ後に圧電材料の基板を薄化するステップにおいてイオン注入界面で剥離を行うこ とで薄化を行ってもよい。この場合、注入するイオンがH⁺もしくはH₂⁺の何れかを含む とよい。

[0016]

また、本発明の実施形態に係る複合基板は、圧電材料の基板と熱膨張係数が圧電材料と 比較し小さい支持基板とが、介在層を介して貼り合わされた複合基板である。当該複合基 板において、圧電材料の基板における介在層との界面は、ダメージ層が除去された荒れた 面となっており、圧電材料がタンタル酸リチウム(LT)またはニオブ酸リチウム(LN)であることを特徴とする。また、介在層における支持基板との界面は、平坦化された面 となっていることを特徴とする。なお、荒れた面とは、表面粗さが算術平均粗さRaにお いて0.03µm程度より大きい面とするとよい。

30

20

10

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 7 】

【図1】各種材料の熱膨張係数を対比して示すグラフである。

【図2】従来の複合基板から作製した共振器における反射係数のスペクトラムを示す。

【図3】従来の方法により作製したウェーハに対する熱衝撃試験の結果を示す。

【図4】ラップ処理により荒らしたLTウェーハの表面近傍における断面TEM像を示す。

【図5】エッチング後のLTウェーハの表面近傍における断面TEM像を示す。

【図6】複合基板1を作製する手順を示す図である。

【図7】実施例3において作製した各ウェーハの評価結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

[0018]

以下、本発明の実施形態について詳細に説明するが、本発明は、これらに限定されるも のではない。

【0019】

この問題を解決するために、本発明者は先ず、欠陥の詳細な調査を行った。用いた試料 は、LTウェーハの表面をGC(緑色炭化珪素)3000番の砥粒でラップ処理をしたもの である。断面観察には、一般的に使用される表面観察型のSEM(走査電子顕微鏡法)で

は、明瞭には見えなかったが、内部の結晶欠陥まで観察できる透過型のTEM(透過型顕 微鏡法)で観察すると、表面近傍に無数のクラックが存在することが判明した。このとき の断面TEM像を図4に示す。本発明では、このクラックの入った表面近傍を、機械的・ 物理的手法を用いない方法で化学エッチングすることでクラックの入った層を除去する。 これにより、クラックを低減することができる。エッチング後の断面TEM像を図5に示 す。そして、この化学エッチングの後に貼り合せを行うことで、熱衝撃に強い複合ウェー ハとすることができる。

[0020]

本発明を用いた複合基板1を作製する手順を、図6を参照しつつ説明する。

【0021】

はじめに、荒れた面(粗面)21を有する圧電材料の基板2を用意する(図6(a)) 。圧電材料としては、タンタル酸リチウム(LT)またはニオブ酸リチウム(LN)が好 適である。荒れた面とは、例えば表面粗さが算術平均粗さRaにおいて0.03µm程度 より大きい面を指す。粗面21の近傍にはダメージ層22が存在する。続いて、圧電材料 の基板の荒れた面21を、化学的手法によりエッチングしてダメージ層22を除去する(図6(b))。このとき、エッチングは溶液による化学エッチング(ウェットエッチング)としてもよいし、ドライエッチングとしてもよい。続いて、エッチングによりダメージ 層が除去された圧電材料の基板の荒れた面21に介在層3を堆積する(図6(c))。介 在層3は、SiO2、SiON、SiN、SiC、A1N、A12O3、Y2O3、TiO 2、Ta2O5、およびZrO2の何れかを含むとよい。介在層3は、荒れた面の凹凸を埋 めるのに十分な厚みで堆積されるとよく、さらに十分な研磨代を確保できる程度の厚みと することがより好ましい。堆積された介在層3の表面は、圧電体の基板2の粗面21に倣 った荒れた面となる。続いて、堆積した介在層3の表面を平坦化して張り合わせ面31と する(図6(d))。平坦化の方法は任意であるが、例えば研磨により平坦化するとよい。 【0022】

以上のようにして介在層3を設けた圧電材料の基板2を用意するのと並行して、支持基 板4を別途用意する(図6(e))。支持基板4は、熱膨張係数が圧電材料(LTまたは LN)と比較して小さい材料の基板であり、例えば、Si、サファイア、ガラス、石英な どの基板を用いるとよい。

【0023】

続いて、用意した圧電材料の基板2と支持基板4を、基板2の介在層3を介して貼り合わせる(図6(f))。このとき、貼り合わせに先立ち、圧電材料の基板2と支持基板4 に双方もしくは片方に表面活性化処理を施すことがよい。表面活性化処理は、オゾン水処 理、UVオゾン処理、イオンビーム処理、プラズマ処理のいずれか、またはこれらの組み 合わせとするとよい。

【0024】

続いて、貼り合わせ後の圧電材料の基板2を薄化して、複合基板1を得る(図6(g))。このとき、例えば、圧電材料の基板2を研削および/または研磨により薄化するとよい。あるいは、貼り合わせ前のいずれかの段階で圧電材料の基板2に予めH⁺イオンもしくはH₂⁺イオン等のイオンを注入しておき、貼り合せ後にイオン注入界面で剥離を行うことで薄化してもよい。

【実施例】

[0025]

〔実施例1〕

アズスライス(インゴットからウェーハ状に切りだしたもの)のウェーハを用意し、G C(緑色炭化珪素)3000番(#3000)の砥粒でラップ処理を施した。その後、化 学的なエッチングを施し、表層のダメージ部分を取り除いた。エッチングに用いた溶液は 、応用物理学会春季学術講演会講演予稿集11p-D5-7(2015)に記載のあるHF:HNO3 = 2:3の溶液を用いた。図5に示すエッチング後の断面TEM像を観察すると、表面近 傍に存在していた微小なクラックが消えていることが判明した。

20

10

[0026]

〔実施例2〕

アズスライス(インゴットからウェーハ状に切りだしたもの)のウェーハを用意し、G C(緑色炭化珪素)3000番の砥粒でラップ処理を施した。その後、ドライエッチング を施し、表層のダメージ部分を取り除いた。ドライエッチングにはサムコ社製のドライエ ッチング装置RIE-10NRを用い、エッチングガスにはCF4とO2の混合ガスを用 いた。エッチング後の断面を観察すると実施例1と同様、表面近傍に存在していた微小な クラックが消えていることが判明した。このことから、ダメージ層の除去は化学的手法で あれば方法を問わないことがわかる。

【0027】

〔実施例3〕

各種の荒らし処理(アズスライス、研削ホイール#1700、研削ホイール#4000 、GC#1000ラップ、GC#2500ラップ、GC#4000ラップ)をLTウェー ハに施した。それぞれの水準のウェーハに、実施例1のエッチングを、0時間、2時間、 4時間、または6時間施したものを作製した。そして、各ウェーハを洗浄した後、化学気 相成長法(CVD)でSiO2を6µm程度成膜した。続いて300 の熱処理の後に表 面を3~4µm程度研磨し、鏡面化した。このようにして得たウェーハと支持ウェーハで あるシリコンウェーハとをプラズマ活性化の後に貼り合せた。そして、120 の熱処理 を施した後、LTウェーハ側を研削・研磨し、LTを10µmまで薄化した。このように して得た各ウェーハに-50度~135度の熱衝撃試験を300回施した。熱衝撃試験で は、それぞれの温度での滞留時間は10分とした。また各温度の遷移時間は15秒程度と した。然る後に、集光灯下でLT側から目視して欠陥の数を数えた。なお、クラックが伸 長し、表層まで達しているものは集光灯の下で輝点となるので目視での評価が可能となる 。各ウェーハの評価結果を図7に示す。

この結果より、エッチングを施すことでクラック起因の欠陥を低減できることが分かる 。また、エッチング前の粗さが大きいものほど、欠陥を無くすために必要なエッチング処 理の時間が長くなることが分かる。

【0028】

〔実施例4〕

各種の荒らし処理(アズスライス、研削ホイール#1500、研削ホイール#4000 、GC#1000ラップ、GC#3000ラップ、GC#40000ラップ)をLTウェー ハに施した。それぞれの水準のウェーハに、実施例2のエッチングを、0分、10分、2 0分、または40分施したものを作製し、洗浄の後に化学気相成長法(CVD)でSiO 2を6µm程度成膜した。続いて300 の熱処理の後に表面を3~4µm程度研磨し、 鏡面化した。このようにして得たウェーハと支持ウェーハであるシリコンウェーハとをプ ラズマ活性化の後に貼り合せた。そして、120 の熱処理の後、LTウェーハ側を研削 ・研磨し、LTを10µmまで薄化した。このようにして得た各ウェーハに-50度~1 35度の熱衝撃試験を300回施した。熱衝撃試験では、それぞれの温度での滞留時間は 10分とした。また各温度の遷移時間は15秒程度とした。然る後に、集光灯下でLT側 から目視して欠陥の数を数えた。なお、クラックが伸長し、表層まで達しているものは集 光灯の下で輝点となるので目視での評価が可能となる。結果は図7とほぼ同等であり、ダ メージ層を化学的手法で取り除くことで、特性を向上させることができることが判明した。

〔実施例5〕

各種の荒らし処理(研削ホイール#1500、研削ホイール#4000、GC#100 0ラップ、GC#3000ラップ、GC#4000ラップ)をLTウェーハに施した。そ れぞれの水準のウェーハに、実施例1のエッチングを、0時間、2時間、4時間、または 6時間施したものを作製し、洗浄の後にSiO2、SiON、SiN、SiC、A1N、 A12O3、Y2O3、TiO2、Ta2O5、およびZrO2の何れかを物理的化学蒸着 法(PVD)で6μm程度成膜した。続いて300 の熱処理の後に表面を3~4μm程

度研磨し、鏡面化した。このようにして得たウェーハと支持ウェーハであるシリコンウェ ーハとをプラズマ活性化の後に貼り合せた。そして、120の熱処理の後にLTウェー ハ側を研削・研磨し、LTを10µmまで薄化した。このようにして得た各ウェーハに-50度~135度の熱衝撃試験を300回施した。熱衝撃試験では、それぞれの温度での 滞留時間は10分とした。また各温度の遷移時間は15秒程度とした。然る後にLT側か ら欠陥の数を集光灯下で数えた。結果は、実施例3と同等となった。この結果から、この 方法は介在層の種類や成膜方法に依存しないことが判明した。

[0030]

〔 実 施 例 6 〕

支持ウェーハをサファイア、ガラス、及び石英に変更して、その他は実施例3と同じ条件でウェーハを作製し、評価した。この場合も実施例3と同様の傾向を示した。すなわち、エッチングを施すことでクラック起因の欠陥を低減でき、エッチング前の粗さが大きいものほど、欠陥を無くすために必要なエッチング処理の時間が長くなった。このことから、本方法は支持ウェーハに依存しないことが判明した。

[0031]

以上で説明した実施形態及び各実施例によれば、本発明に係る製造方法により、クラックの発生が抑制され、温度特性を向上させることのできる複合基板の得ることができることがわかる。

【0032】

上記実施形態及び実施例は例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思 20 想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであって も本発明の技術的範囲に包含される。

【符号の説明】

- 【0033】
- 1 複合基板
- 2 基板
- 3 介在層
- 4 支持基板

30

10











4



(g)

31

【図7】

	アズー スライス Ra= 0.68um	研削 #1700 Ra= 0.19um	研削 #4000 Ra= 0.09um	ラップ GC#1000 Ra= 0.32um	ラップ GC#2500 Ra= 0.17um	ラップ GC#4000 Ra= 0.12um
エッチング 無し	×	×	×	×	×	×
エッチング 3時間	×	Δ	0	×	Δ	0
エッチング 6時間	Δ	0	0		0	0
エッチング 9時間	0	0	0	0	0	0

○:欠陥無し
△:面内に1~20個の目視可能欠陥有り
×:面内に21個以上の目視可能欠陥有り

30

20

 フロントページの続き						
(51)国際特許分類 F I						
СЗОВ З	3/06 (2006.01)	C 3 0 B	33/00			
СЗОВ З	3/10 (2006.01)	C 3 0 B	33/06			
C30B 3	3/12 (2006.01)	C 3 0 B	33/10			
		C 3 0 B	33/12			
(56)参考文献	国際公開第2	0 1 8 / 0 8 8 0 9 3	(WO,A1)			
	特開昭55-	109015(JP,	A)			
	特開平07‐	038363(JP,	A)			
	国際公開第2	0 0 9 / 0 8 1 6 5 1	(WO,A1)			
	特開2011	- 1 3 5 5 3 5 (J P	, A)			
	特開2010	- 1 4 7 8 7 5 (J P	, A)			
(58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)						
	H 0 3 H	3/08-3/10				
	H 0 3 H	9/145-9/76				
	H01L 2	1/02				
	C30B2	9/30				
	C30B3	3/00				
	C 3 0 B 3	3/06				
	C 3 0 B 3	3/10				
	C 3 0 B 3	3 / 1 2				