

$\phi 6\text{mm}$ 智能剥离 SOI 材料的制备 及其表面缺陷的分析*

竺士炆 黄宜平 李爱珍 吴东平 王 瑾 茹国平 包宗明

(复旦大学电子工程系 上海 200433)

摘要 结合硅片低温键合和中等剂量的氢离子注入,用智能剥离技术(Smart-cut^R)成功地制备了 $\phi 6\text{mm}$ 的 SOI 材料.用原子力显微镜(AFM)测得表面粗糙度约为 7nm ,比普通的抛光硅片约大一个数量级. SOI 上层硅膜存在表面缺陷,包括未转移区和气泡等,这是由剥离前硅片键合界面存在的空洞引起.通过改进低温键合工艺,提高键合质量,可得到基本无宏观表面缺陷的 SOI 材料.

PACC: 7340T, 6170T, 8140E

1 引言

SOI(Silicon On Insulator)技术由于其在深亚微米甚大规模集成电路(ULSD)中具有比传统的体硅技术优越的特性,可望成为二十一世纪的主流硅基集成电路技术,而高质量、低成本的 SOI 材料制备技术是实现这一目标的关键^[1].目前,主流的 SOI 制备技术是注氧隔离 SMOX (Separation by Implanted Oxygen)技术和键合加背面减薄 BESOI (Bonding and Etch-back) 技术. SMOX 可制备上层硅膜和埋层 SiO_2 层均匀的薄膜 SOI (TFSOI) 材料,是目前最成熟的 SOI 制备技术,但其成本较高,而且上层硅膜位错缺陷较多,埋层 SiO_2 的质量也不如热氧化 SiO_2 ^[2]; BESOI 技术的背面均匀减薄是一个困难的技术,难以制备高质量 TFSOI 材料.

一定剂量的氢离子注入硅片后,在随后的热处理过程中将在投影射程处形成微空腔层,并进一步使硅片表面破裂并小片剥落(约几微米到几百微米),从而在硅片表面形成凹坑.如果注氢硅片表面紧贴有另一片子(键合),如硅片、玻璃等,使硅片表面不能破裂,则可实现整个一层硅膜在投影射程处剥离,从而使一薄层硅膜(其厚度可由氢注入能量控制)“转移”到另一片子的表面.利用这种智能剥离技术可制备高质量、低成本的 SOI 材料^[3,4].我们以前说明了这种技术的主要工艺步骤,以及比 SMOX 和 BESOI 技术所具有的优点^[5].

智能剥离 SOI 技术的工艺难点是对硅片键合质量的要求很高.这是因为: (1) 注入的氢

* 本工作得到 1997 年度“大众电脑青年科研奖励基金”资助

竺士炆 1969 年出生,博士,现为复旦大学电子工程系教师,主要从事 SOI 材料的制备、特性分析等研究
1998-11-24 收到, 1999-04-22 定稿

在约 300 °C 就可能形成微空腔层, 或使硅片表面出现气泡, 从而使硅片不能键合, 因此键合温度必须低于这个温度, 应该用低温键合工艺(一般用 200 °C 左右的温度进行键合). (2) 键合界面存在的微小空洞, 包括键入粒子引起的非本征空洞和键入气体或表面吸附的水汽所引起的本征空洞, 可以使剥离后 SOI 表面出现较大的宏观缺陷, 包括未转移区和气泡, 也就是说原先较小的键合界面的缺陷剥离后可“放大”.

本文利用自制的微洁净室装置进行硅片低温键合, 用智能剥离技术成功地制备了 $\phi_{6\text{mm}}$ 的 SOI 材料, 通过改进键合前的清洗工艺, 大大减少了 SOI 表面的宏观缺陷

2 实验

采用平整度较好的 $\phi_{6\text{mm}}$ n 型(100) 抛光硅片, 电阻率为 $6\sim 8\Omega\cdot\text{cm}$, 硅片的总厚度变化(TTV: Total Thickness Variation) 在 $2\mu\text{m}$ 以下. 经常规 RCA 清洗后, 在 1000 °C 干氧、湿氧、干氧的气氛中热氧化约 240nm 或 600nm 厚的 SiO_2 层, 其中有 240nm 厚 SiO_2 层的硅片用常规的离子注入机注入 70keV 、 $6\times 10^{16}\text{cm}^{-2}$ 的氢离子, 再在稀释的 HF 溶液中漂去热氧化层. 该注氢硅片和有 600nm 厚 SiO_2 的硅片经改进的 RCA 清洗和活化处理后, 在自制的如图 1(见图版 I) 所示的微洁净室装置(Micro-Cleaning-Room Set-up) 中键合. 具体过程如下: 在一个封闭的腔体中, 两片硅片面对面地放在一个聚四氟乙烯做成的转盘上, 硅片之间用三个小的聚四氟乙烯做成的隔离棒隔开, 间隔约为 $1\sim 2\text{mm}$. 先用去离子水冲洗硅片间隔, 同时缓慢转动转盘, 约 10min 后, 停止水冲, 高速旋转硅片(约 300 转/min), 同时用红外灯烘烤, 从面在硅片之间形成一个超净区域, 约 15min 后, 不打开腔体, 移开三个聚四氟乙烯隔离棒, 使上面的硅片落下, 同下面的硅片面对面地贴合在一起. 键合硅片在 180 °C 的烘箱中退火 100h 以上, 以增加键合能, 然后放入常规的退火炉中升温, 当温度达到约 550 °C 时, 可听到清脆的硅片剥离的声音, 其中一片形成 SOI 结构, 另一片是已经被剥离的注氢硅片, 经抛光后可再次使用. SOI 片在 1100 °C 的干氧气氛中氧化 1h, 以增加键合强度, 最后得到表面有氧化层的 SOI 片.

SOI 表面的宏观缺陷可用所谓的“魔镜”来观察, 其原理如下: 用一束光照到硅片表面, 再反射到屏幕上, 得到硅片表面象, 硅片表面的高低起伏将引起反射方向的变化, 从而在屏幕上明显地显现出来

3 结果与讨论

3.1 SOI 材料的结构表征

刚剥离形成的 SOI 材料表面光亮, 成镜面, 用 α -step 台阶仪测量表面粗糙度得到同普通抛光硅片相似的结果, 说明剥离形成的表面粗糙度已在 α -step 台阶仪测试精度以下. 用原子力显微镜测量得到的表面形貌如图 2 所示(见图版 I), 表面粗糙度 R_a 约为 7nm, 比普通抛光硅片大了一个数量级左右, 经高温处理, 粗糙度变化不大. 这种 SOI 材料已可满足一般应用要求, 例如制备 SOI 微机械器件、尺寸较大的 MOSFET 器件等. 若用于制备较精细的器件, 如超大规模集成电路, 则 SOI 表面还需经化学机械抛光(CMP).

图 3(见图版 I) 是所制备 SOI 材料(约 1000 °C 干氧气氛退火 1h) 剖面的场发射扫描电

子显微镜(SEM)照片,为制备 SEM 试样,将三英寸 SOI 硅片切割出 $10 \times 10\text{mm}^2$ 大小的小片,将一边剖面抛光后,在稀释的 HF 溶液中腐蚀 1m in,再蒸金。从图中可看出 SOI 上层单晶硅膜非常平整,键合界面(也就是上层硅/埋层 SiO_2 界面)也非常平整,上层单晶硅的厚度约 410nm,加上键合前腐蚀掉的 240nm 厚的氧化层,同 TR M 94 模拟得出的 70keV 氢离子注入的平均投影射程 660nm 相近,说明注氢硅片的剥离是在氢分布的峰值处。SEM 照片中下界面处及衬底硅处的一些缺陷是在试样制备(抛光)过程中不小心引入的,因为埋层 SiO_2 是热生长氧化层,下界面是普通的 SiO_2/Si 界面,而且其特性不会受 SOI 加工工艺影响,实际上在 SEM 观察时,大部分区域的下界面和衬底硅上没有缺陷。

3.2 SOI 表面宏观缺陷及其与键合前清洗工艺的关系

智能剥离 SOI 材料的主要缺陷是表面存在宏观缺陷,包括未转移区和气泡,这些缺陷经高温处理后没有明显的变化。图 4(见图版 II)是经普通清洗工艺清洗的智能剥离 SOI 材料表面“魔镜”照片,从图中可看出,存在两个较大的未转移区和较多的气泡,其形成原因是由于剥离前硅片的键合界面中存在空洞。一般认为键合空洞分成非本征空洞和本征空洞两种,前者由键入粒子引起,后者由键入气体或硅片表面吸附的水汽等引起。在我们的实验中,采用微洁净室装置,可基本避免引入键入粒子,但不能避免本征空洞的产生。在剥离过程中,如果空洞较小(在红外透射摄像系统检测精度以下),则剥离后硅膜在这点上向上鼓起,形成气泡。如果空洞较大(可用红外透射摄像系统检测到),则可使硅膜破裂,在空洞处没有上层硅膜,形成未转移缺陷。同时由于剥离时应力的变化,较小的键合空洞缺陷可“放大”为 SOI 表面的宏观缺陷。在某些极端的情况下,如键合强度不够或键合空洞较多较大,则未转移区可扩大到整个硅片,也就是键合硅片在键合界面处分开,而不是在注氢硅片的氢分布峰值处分开,注氢硅片的表面用肉眼可看到有密集的麻点,用显微镜观测可看到存在许多由于小块硅膜剥离留下的小坑,同没有键合的注氢硅片热处理后的情况相似,在另一片上,则相应地存在许多小块硅膜,其中大部分可用棉花擦去。

通过改进键合工艺,可减少本征空洞,从而减少 SOI 表面的宏观缺陷。图 5(见图版 II)是改进键合前清洗工艺得到的质量较好的 SOI 表面“魔镜”照片,表面的气泡缺陷已大大减少。图 6、图 7(见图版 II)分别是该样品刚键合后和经 180 长时间退火后的红外透射照片,在图 6 中可看到存在一个较小的白点(空洞,硅片之间的间距约为半波长),经低温长时间退火后,该空洞增大(出现两圈干涉条纹,间距约一个波长),这说明长时间低温退火中,键合界面处的键入气体或硅片表面吸附的水汽可在原先存在的空洞处聚集,并使该空洞增大,而在键合区域,低温长时间退火可使键合强度增加,用刀片插入法可测量出,刚键合的硅片键合能约为 $7.5 \times 10^{-2} \text{J/m}^2$,经退火后增强到 $2.6 \times 10^{-1} \text{J/m}^2$ 。比较图 7 和图 5 可看出,键合空洞形成了更大面积的 SOI 表面未转移缺陷。

进一步改进键合工艺的措施有:选用质量更好的原始硅片,选用纯度更高的化学试剂等,只有得到无本征空洞的键合片,则在随后的长时间低温退火中,硅片表面吸附的水汽不能向空洞处聚集,而是通过硅片边缘扩散到外面,从而得到高质量的无表面宏观缺陷的 SOI 材料,这方面的工作正在进行中。

4 结论

用智能剥离技术成功地制备了 $\phi_{6\text{mm}}$ SOI 材料,通过改进键合前的清洗工艺,减少了

SOI表面气泡缺陷,所制备的SOI材料已能初步实用.分析了键合空洞同SOI表面未转移缺陷的关系,为制备高质量的SOI材料,必须实现硅片无空洞的高质量低温键合.

参 考 文 献

- [1] Auberton-Herve, IEDM -1996
- [2] 竺士炆, 博士论文“薄膜SMOX材料质量表征及其CMOS/SMOX辐照效应研究”
- [3] M. Bruel, Electron Lett., 1995, 13(14): 1201~ 1202
- [4] M. Bruel, B. A spar and A. -J. A. -Herve, Jpn J. Appl Phys., 1997, 36(Part 1, 3B): 1636~ 1641.
- [5] 竺士炆, 张苗, 林成鲁, 等, 半导体学报, 1997, 18(9): 706~ 709.

Fabrication and Surface Defect Analysis of $\phi 76\text{mm}$ SOI Wafers Using Smart-Cut Technology

Zhu Shiyang, Huang Yiping, Li A izhen, Wu Dongping,
Wang Jin, Ru Guoping, Bao Zongming

(Department of Electronic Engineering, Fudan University, Shanghai 200433)

Received 24 November 1998, revised manuscript received 22 April 1999

Abstract $\phi 76\text{mm}$ (three inches) SOI wafers have been fabricated successfully using Smart-Cut technology, which is based on low temperature silicon wafer bonding technique and middle dose hydrogen implantation technique. The relation between the surface defects (untransferred zones and microvoids) of the top silicon layer and the bonding processes is analyzed using magic mirror. The SOI wafers without microscopic defects can be fabricated by improving bonding processes.

PACC: 7340A, 6170T, 8140E

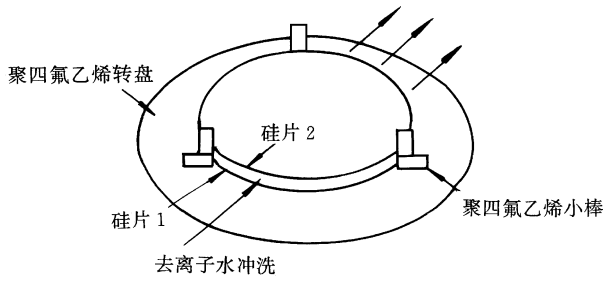


图 1 专用于键合的微洁净室装置示意图

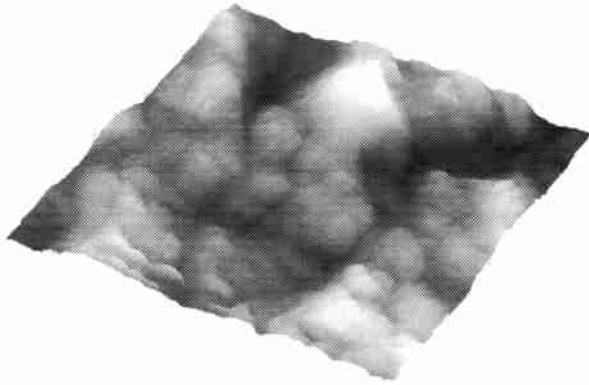


图 2 剥离形成的 SO I 表面原子力显微镜象
粗糙度 R_a 约为 $7nm$.

上层硅
——
埋层 SiO_2
——
衬底硅

图 3 智能剥离 SO I 样品剖面的
扫描电子显微镜 (SEM) 照片

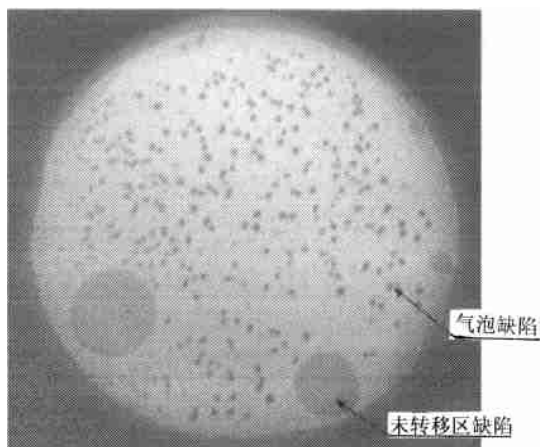


图 4 键合前经普通清洗工艺清洗的智能剥离 SO I 样品表面“魔镜”照片

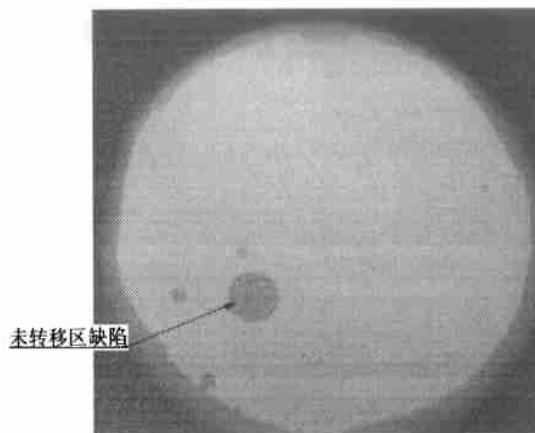


图 5 键合前经改进的清洗工艺清洗的智能剥离 SO I 样品表面“魔镜”照片

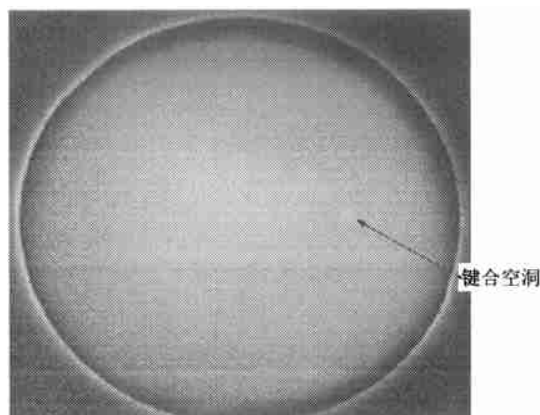


图 6 刚键合后键合片的红外透射照片 (存在一个较小的键合空洞)

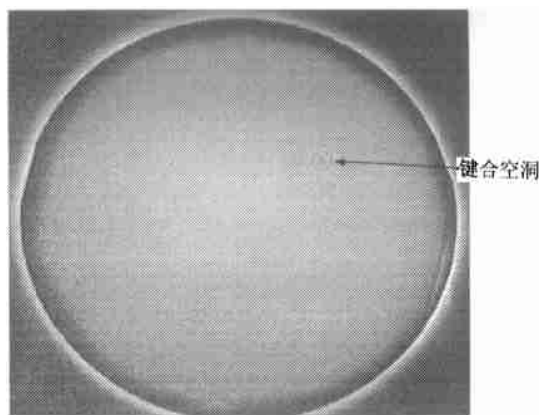


图 7 经 180 长时间退火后上述键合片的红外透射照片 (键合空洞面积增大)