(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 101777622 A
(43)申请公布日 2010.07.14

(21)申请号 201010030152.8

(22)申请日 2010.01.12

(71)申请人 郑州大学
地址 450001 河南省郑州市高新技术开发区科学大道 100 号

(72)发明人 王新昌 田四方 王俊喜 贾建峰

(74)专利代理机构 郑州天阳专利事务所（普通合伙） 41113
代理人 聂孟民

(51)Int.Cl.
H01L 41/083(2006.01)
H01L 41/22(2006.01)

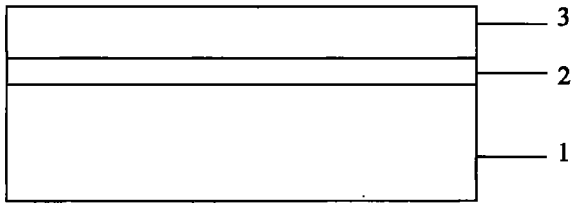
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54)发明名称

$LiNbO_3/SiO_2$/金刚石多层压电膜及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及 $LiNbO_3/SiO_2$/金刚石多层压电膜及其制备方法，有效解决 SAW 器件的温度稳定性和高 c 轴取向 $LiNbO_3$薄膜制备问题，技术方案是，在金刚石衬底和 $LiNbO_3$压电薄膜之间引入非晶 SiO_2缓冲层，其制备方法是，首先在金刚石衬底上以硅作靶材，用脉冲激光沉积法将非晶 SiO_2沉积在金刚石衬底上，构成非晶 SiO_2缓冲层；再将制备好的非晶 SiO_2/金刚石衬底升温，以 $LiNbO_3$为靶材，用脉冲激光将 $LiNbO_3$沉积在非晶 SiO_2缓冲层上，构成 $LiNbO_3$压电薄膜层和金刚石衬底之间有非晶 SiO_2缓冲层的复合压电薄膜；$LiNbO_3$压电薄膜层沉积后，降温至 18-25℃，本发明结构简单，方法先进、科学，提高 SAW 器件工作频率，温度稳定性高。



CN 101777622 A

1. 一种 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜，其特征在于，在金刚石衬底 (1) 和 $LiNbO_3$ 压电薄膜 (3) 之间有非晶 SiO_2 缓冲层 (2)。

2. 一种 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜的制备方法，其特征在于，在金刚石衬底和 $LiNbO_3$ 压电薄膜之间引入非晶 SiO_2 缓冲层，其制备方法是，首先在 200-400℃的金刚石衬底上以硅作靶材，用脉冲激光沉积法将非晶 SiO_2 沉积在金刚石衬底上，构成非晶 SiO_2 缓冲层，非晶 SiO_2 缓冲层厚度为 0.05-0.6μm；再将制备好的非晶 SiO_2/ 金刚石衬底升温至 600-750℃，以 $LiNbO_3$ 为靶材，用脉冲激光将 $LiNbO_3$ 沉积在非晶 SiO_2 缓冲层上，$LiNbO_3$ 沉积厚度为 0.2-3μm，构成 $LiNbO_3$ 压电薄膜层和金刚石衬底之间有非晶 SiO_2 缓冲层的复合压电薄膜，SiO_2 和 $LiNbO_3$ 分别在脉冲激光沉积过程中，均需通入 99.99％的高纯氧气，氧压为 15-70Pa，激光单脉冲能量密度为 3.0-4.5J/cm^2，靶材与衬底之间的距离为 3.5-6.0cm；$LiNbO_3$ 压电薄膜层沉积后，在 30-70Pa 的 99.99％高纯氧气中降温至室温 18-25℃，制备的 $LiNbO_3$ 薄膜为高 c 轴取向薄膜。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜的制备方法，其特征在于，由以下步骤实现：

(1)、将金刚石衬底放入脉冲激光沉积设备真空室中，抽真空至 10^{-3}Pa，加热衬底至 300℃，以硅作靶材，靶材与金刚石衬底之间距离为 4.5cm，通入 99.99％高纯氧气，氧压为 15Pa，用脉冲激光在金刚石衬底上沉积非晶 SiO_2 缓冲层，非晶 SiO_2 缓冲层厚度为 0.13μm；

(2)、将沉积有非晶 SiO_2 缓冲层的金刚石衬底升温至 680℃，在沉积过程中通入 99.99％高纯氧气，氧压保持在 60Pa，激光频率在 3Hz，以 $LiNbO_3$ 为靶材，靶材与金刚石衬底之间距离在 4cm，用单脉冲能量密度为 3.5J/cm^2 的激光在非晶 SiO_2 缓冲层上沉积厚度为 0.45μm 的 $LiNbO_3$ 压电薄膜层；

(3)、$LiNbO_3$ 压电薄膜层沉积结束后，在 60Pa 的 99.99％高纯氧压下进行冷却至 20℃，得到表面平整的 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜，制备的 $LiNbO_3$ 薄膜为高 c 轴取向薄膜。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜的制备方法，其特征在于，由以下步骤实现

(1)、将金刚石衬底放入脉冲激光沉积设备真空室中，抽真空至 10^{-3}Pa，加热金刚石衬底至 350℃，以硅作靶材，在 15Pa 的 99.99％高纯氧气氛围内进行 SiO_2 的沉积，靶材与衬底之间距离在 5.7cm，用脉冲激光在金刚石衬底上沉积厚度为 0.3μm 的非晶 SiO_2 缓冲层；

(2)、将沉积有非晶 SiO_2 缓冲层的金刚石衬底升温至 640℃，在沉积过程中通入 99.99％高纯氧气，氧压保持在 40Pa，激光频率在 3Hz，以 $LiNbO_3$ 作靶材，靶材与金刚石衬底之间距离在 4.5cm，用单脉冲能量密度为 4J/cm^2 的激光在非晶 SiO_2 缓冲层上沉积厚度为 0.6μm 的 $LiNbO_3$ 压电薄膜层；

(3)、$LiNbO_3$ 压电薄膜层沉积结束后，在 40Pa 的 99.99％高纯氧压下进行冷却至 25℃，得到表面平整的 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜，制备的 $LiNbO_3$ 薄膜为高 c 轴取向薄膜。

$LiNbO_3/SiO_2/$ 金刚石多层压电膜及其制备方法

一、技术领域

[0001] 本发明涉及压电薄膜材料，特别是一种 $LiNbO_3/SiO_2/$ 金刚石多层压电膜及其制备方法。

二、背景技术

[0002] 随着移动通讯技术的迅猛发展，声表面波 (SAW) 器件的使用频率不断提高，从最初的 MHz 级发展到了现在的 GHz 级。众所周知，SAW 器件工作频率的提高主要通过缩短叉指电极周期或使用高声速材料，然而对于传统的声表面波材料如 $LiNbO_3$、$LiTaO_3$ 等单晶材料或 PZT 系列压电陶瓷等材料由于表面波速较低，在当前的工艺条件下达到 GHz 的工作频率相当困难，因而开发高声速材料成为了提高 SAW 器件工作频率的技术瓶颈。

[0003] 金刚石作为所有物质中声表面波传播速度最快的材料，声波传播速度高于 10000m/s 以上，是制备高频 SAW 器件的理想材料。然而由于金刚石本身并不具有压电性，无法激发和接收声表面波，因此需要与压电薄膜结合形成多层膜结构。$LiNbO_3$ 因其优异的压电、电光、声光及非线性光学特性，而被广泛应用于制作各类光波导、光开关和 SAW 器件中。与 ZnO 和 AlN 等压电材料相比，$LiNbO_3$ 具有更大的机电耦合系数，理论计算表明 c 轴取向 $LiNbO_3/$ 金刚石多层结构的声表面波传播速度高达 12000m/s，机电耦合系数可以达到 9% [H. Nakahata, A. Hachigo, K. Higaki et al., IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Contr. 42(1995)362.]，因此 c 轴取向 $LiNbO_3/$ 金刚石多层结构材料在宽带、高频 SAW 器件方面具有重大的应用价值及应用前景。

[0004] 然而，由于金刚石与铌酸锂之间晶格失配大，并且金刚石在氧气氛中高温易于氧化，因而在金刚石上制备高 c 轴取向 $LiNbO_3$ 薄膜非常困难。此外，$LiNbO_3$ 因具有较大的温度系数，将会影响 $LiNbO_3/$ 金刚石多层膜结构 SAW 器件的温度稳定性及其质量和使用效果。H. K. Lam 等在金刚石和 $LiNbO_3$ 薄膜之间引入非晶 Al_2O_3 作为缓冲层，采用脉冲激光沉积技术制备了 c 轴取向的 $LiNbO_3$ 压电薄膜，但压电薄膜中出现了明显的缺锂相 [H. K. Lam, J. Y. Dai, H. L. W. Chan, Jpn. J. Appl. Phys. 43(2004)L706.]。申请号为 200510014977.X 的专利公开了一种 $LiNbO_3/ZnO/$ 金刚石多层膜结构声表面波器件及其制备方法，采用射频磁控溅射技术生长 c 轴取向 $LiNbO_3$ 压电薄膜。由于 $LiNbO_3$、ZnO、Al_2O_3 和金刚石的频率温度系数 TCF 均小于零（温度延迟系数 TCD 均大于零），因而以 ZnO、Al_2O_3 为缓冲层的多层膜结构 SAW 器件的温度稳定性并没有得到改善。

三、发明内容

[0005] 针对上述情况，为克服现有技术缺陷，本发明之目的就是提供一种 $LiNbO_3/SiO_2/$ 金刚石多层压电膜及其制备方法，可有效解决 SAW 器件的温度稳定性和高 c 轴取向 $LiNbO_3$ 薄膜制备问题，其解决的技术方案是，在金刚石衬底和 $LiNbO_3$ 压电薄膜之间引入非晶 SiO_2 缓冲层，其制备方法是，首先在 200-400℃的金刚石衬底上以硅 (Si) 作靶材，用脉冲激光沉积法将非晶 SiO_2 沉积在金刚石衬底上，构成非晶 SiO_2 缓冲层，非晶 SiO_2 缓冲层厚度为

0.05-0.6μm；再将制备好的非晶 SiO_2/ 金刚石衬底升温至 600-750℃，以 $LiNbO_3$ 为靶材，用脉冲激光将 $LiNbO_3$ 沉积在非晶 SiO_2 缓冲层上，$LiNbO_3$ 沉积厚度为 0.2-3μm，构成 $LiNbO_3$ 压电薄膜层和金刚石衬底之间有非晶 SiO_2 缓冲层的复合压电薄膜，SiO_2 和 $LiNbO_3$ 分别在脉冲激光沉积过程中，均需通入 99.99％的高纯氧气，氧压为 15-70Pa，激光单脉冲能量密度为 3.0-4.5J/cm^2，靶材与衬底之间的距离为 3.5-6.0cm；$LiNbO_3$ 压电薄膜层沉积后，在 30-70Pa 的 99.99％高纯氧气中降温至室温 18-25℃，制备的 $LiNbO_3$ 薄膜为高 c 轴取向薄膜，本发明结构简单，方法先进、科学，易制备，在提高 SAW 器件工作频率的同时，有效解决了 SAW 器件的温度稳定性问题，是压电薄膜上的创新。

四、附图说明

[0006] 附图为本发明的结构示意图。

五、具体实施方式

[0007] 以下结合附图和实施例对本发明的具体实施方式作详细说明。

[0008] 由附图给出，本发明产品是在金刚石衬底 1 和 $LiNbO_3$ 压电薄膜 3 之间引入非晶 SiO_2 缓冲层 2 构成，其具体制备方法，由以下实施例给出：

[0009] 实施例一

[0010] 1、将金刚石衬底（用前可清洗干净）放入脉冲激光沉积设备真空室中，抽真空至 10^{-3}Pa，加热衬底至 300℃，以硅 (Si) 作靶材，靶材与金刚石衬底之间距离为 4.5cm，通入 99.99％高纯氧气，氧压为 15Pa，用脉冲激光在金刚石衬底上沉积非晶 SiO_2 缓冲层，非晶 SiO_2 缓冲层厚度为 0.13μm；

[0011] 2、将沉积有非晶 SiO_2 缓冲层的金刚石衬底升温至 680℃，在沉积过程中通入 99.99％高纯氧气，氧压保持在 60Pa，激光频率在 3Hz，以 $LiNbO_3$ 为靶材，靶材与金刚石衬底之间距离在 4cm，用单脉冲能量密度为 3.5J/cm^2 的激光在非晶 SiO_2 缓冲层上沉积厚度为 0.45μm 的 $LiNbO_3$ 压电薄膜层；

[0012] 3、$LiNbO_3$ 压电薄膜层沉积结束后，在 60Pa 的 99.99％高纯氧压下进行冷却至 20℃，得到表面平整的 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜，制备的 $LiNbO_3$ 薄膜为高 c 轴取向薄膜，其晶粒线度为 95nm，表面平均粗糙度为 14.3nm。

[0013] 实施例二

[0014] 1、将金刚石衬底（用前可清洗干净）放入脉冲激光沉积设备真空室中，抽真空至 10^{-3}Pa，加热金刚石衬底至 350℃，以硅作靶材，在 15Pa 的 99.99％高纯氧气氛围内进行 SiO_2 的沉积，靶材与衬底之间距离在 5.7cm，用脉冲激光在金刚石衬底上沉积厚度为 0.3μm 的非晶 SiO_2 缓冲层；

[0015] 2、将沉积有非晶 SiO_2 缓冲层的金刚石衬底升温至 640℃，在沉积过程中通入 99.99％高纯氧气，氧压保持在 40Pa，激光频率在 3Hz，以 $LiNbO_3$ 作靶材，靶材与金刚石衬底之间距离在 4.5cm，用单脉冲能量密度为 4J/cm^2 的激光在非晶 SiO_2 缓冲层上沉积厚度为 0.6μm 的 $LiNbO_3$ 压电薄膜层；

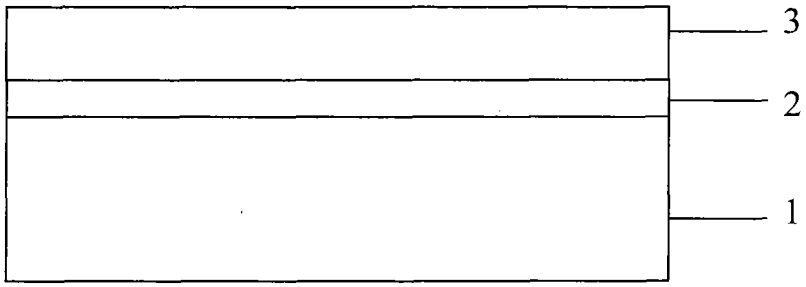
[0016] 3、$LiNbO_3$ 压电薄膜层沉积结束后，在 40Pa 的 99.99％高纯氧压下进行冷却至 25℃，得到表面平整的 $LiNbO_3/SiO_2$/ 金刚石多层压电膜，制备的 $LiNbO_3$ 薄膜为高 c 轴取向

薄膜，其晶粒线度为 105nm，表面平均粗糙度为 16.5nm。

[0017] 对上述制备出来的产品 $LiNbO_3/SiO_2/$ 金刚石多层压电膜，经研究实验证明，非晶 SiO_2 对多层结构的温度系数具有补偿作用，脉冲激光沉积技术作为目前多组分氧化物薄膜生长的最佳手段之一，与溅射技术相比具有能够保持靶材与薄膜组分一致等优点，同时脉冲激光沉积技术有利于薄膜的 c 轴取向生长。本发明在金刚石和 $LiNbO_3$ 薄膜之间引入与 $LiNbO_3$ 具有相反温度系数的非晶 SiO_2 作为缓冲层，采用脉冲激光沉积法制备 c 轴取向 $LiNbO_3$ 压电薄膜，这样既可以抑制氧气氛中金刚石膜表面的高温氧化并改善金刚石与 $LiNbO_3$ 之间较大的晶格失配问题，同时又可以通过补偿作用改善多层膜结构的温度稳定性。因此，本发明与现有材料和技术相比，本发明具有如下突出的优点：

[0018] (1) 采用与金刚石和 $LiNbO_3$ 具有相反温度系数的非晶 SiO_2 作为缓冲层，可有效抑制金刚石与 $LiNbO_3$ 之间较大的晶格失配及金刚石表面高温氧化的问题，获得表面平整的 c 轴取向 $LiNbO_3$ 薄膜，同时又可以通过补偿作用改善多层压电膜的温度稳定性，并且该多层压电膜的温度系数可以通过非晶 SiO_2 的厚度进行补偿调节；

[0019] (2) 该多层压电膜可以满足高机电耦合系数、高频、温度稳定性好的高性能声表面波器件等领域的应用需求。


3
2
1