(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109166792 B
(45)授权公告日 2021.05.11

(21)申请号 201810942371.X

(22)申请日 2018.08.17

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109166792 A

(43)申请公布日 2019.01.08

(73)专利权人 中国科学院上海微系统与信息技术研究所
地址 200050 上海市长宁区长宁路865号

(72)发明人 欧欣 张师斌 周鸿燕 黄凯 王成立 王曦

(74)专利代理机构 上海泰能知识产权代理事务所(普通合伙) 31233
代理人 宋缨

(51)Int.Cl.
H01L 21/18(2006.01)
H01L 21/265(2006.01)
H01L 21/34(2006.01)
H01L 21/425(2006.01)
H01L 21/78(2006.01)
H01L 29/06(2006.01)

(56)对比文件
US 7354844 B2,2008.04.08
《清华大学学报(自然科学版)》2013年总目次.《清华大学学报(自然科学版)》.2013,(第12期),
Abdelhaleem, Amal;Chu, Wei.Photodegradation of 4-chlorophenoxyacetic acid under visible LED activated N-doped TiO2 and the mechanism of stepwise rate increment of the reused catalyst.《JOURNAL OF HAZARDOUS MATERIALS》.2017,第338卷
罗超等.晶圆键合技术在LED应用中的研究进展.《半导体技术》.2017,(第12期),

审查员 于鹏飞

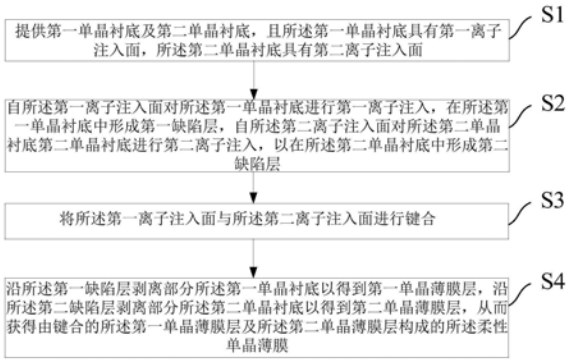
权利要求书1页 说明书9页 附图5页

(54)发明名称

基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜

(57)摘要

本发明提供一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜,制备包括:提供第一单晶衬底及第二单晶衬底,分别具有第一离子注入面及第二离子注入面;对第一单晶衬底进行第一离子注入,形成第一缺陷层,对第二单晶衬底进行第二离子注入,形成第二缺陷层;将第一离子注入面与第二离子注入面进行键合;沿第一缺陷层剥离得到第一单晶薄膜层,沿第二缺陷层剥离得到第二单晶薄膜层,获得柔性单晶薄膜。本发明采用对称应力补偿技术,制备了由第一单晶薄膜层及第二单晶薄膜层构成的柔性单晶薄膜,避免了制备的薄膜卷曲、碎裂的问题;使得可以得到具备超薄、超轻、柔性且可以自支撑特性的薄膜;可以通过本发明的方案制备得到大面积的柔性单晶薄膜。



CN 109166792 B

1.一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法,其特征在于,包括如下步骤:

1)提供第一单晶衬底及第二单晶衬底,且所述第一单晶衬底具有第一离子注入面,所述第二单晶衬底具有第二离子注入面,所述第一单晶衬底与第二单晶衬底为异质衬底;

2)自所述第一离子注入面对所述第一单晶衬底进行第一离子注入,以在所述第一单晶衬底中形成第一缺陷层,自所述第二离子注入面对所述第二单晶衬底进行第二离子注入,以在所述第二单晶衬底中形成第二缺陷层,通过控制离子注入过程中注入离子种类以及注入剂量中的至少一者以调节所述第一单晶衬底及所述第二单晶衬底中产生的应力,使得所述第一单晶衬底内基于所述第一离子注入产生的应力与所述第二单晶衬底内基于所述第二离子注入产生的应力概呈相同,其中,所述第一离子注入在所述第一单晶衬底中产生的应力在微观上的大小和分布与所述第二离子注入在所述第二单晶衬底中产生的应力在微观上的大小和分布概呈相同,以使两衬底中形成的应力抵消;

3)将所述第一离子注入面与所述第二离子注入面进行键合,进行所述键合的方式为直接键合,所述第一离子注入面与所述第二离子注入面相接触;以及

4)沿所述第一缺陷层剥离部分所述第一单晶衬底以得到第一单晶薄膜层,沿所述第二缺陷层剥离部分所述第二单晶衬底以得到第二单晶薄膜层,从而获得由键合的所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层构成的所述柔性单晶薄膜,所述第一单晶薄膜层形成第一功能层,所述第二单晶薄膜层形成第二功能层,其中,采用湿法腐蚀的工艺进行剥离,同时腐蚀所述第一缺陷层和所述第二缺陷层。

2.根据权利要求1所述的基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法,其特征在于,步骤2)中,进行所述第一离子注入的方式包括氢离子注入、氦离子注入、氢离子和氦离子共注入以及氧离子注入的任意一种,进行所述第二离子注入的方式包括氢离子注入、氦离子注入、氢离子和氦离子共注入以及注氧中的任意一种。

3.根据权利要求1所述的基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法,其特征在于,步骤1)与步骤2)之间还包括步骤:对所述第一离子注入面及所述第二离子注入面中的至少一者进行清洗。

4.一种采用如权利要求1-3中任意一项所述的制备柔性单晶薄膜的方法制备的基于应力补偿的柔性单晶薄膜,其特征在于,所述柔性单晶薄膜包括第一单晶薄膜层及第二单晶薄膜层,所述第二单晶薄膜层键合于所述第一单晶薄膜层表面,以使得所述第一单晶薄膜层内的应力与所述第二单晶薄膜层内的应力相互抵消,所述第一单晶薄膜层包括第一单晶功能层,所述第二单晶薄膜层包括第二单晶功能层,所述第一单晶薄膜层与所述第二单晶薄膜层为异质衬底。

基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜

技术领域

[0001] 本发明属于半导体制备技术领域，特别是涉及一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜。

背景技术

[0002] 近年来，基于柔性衬底的柔性电子学受到了全球范围的广泛关注，其在柔性显示、电子皮肤、传感器、可穿戴设备等诸多领域都有着潜在的应用前景。

[0003] 目前，柔性衬底和功能薄膜是构成柔性电子器件的材料基础，一般而言，单晶功能薄膜相较于多晶或非晶薄膜性能更为突出。然而，单晶薄膜的制备一直是半导体制备技术领域的难点，常规的薄膜制备方法如脉冲激光沉积法、磁控溅射法、原子层沉积法、热蒸发法等难以制备出高品质单晶薄膜；分子束外延技术制备单晶薄膜需要特定单晶衬底，所需生长的单晶薄膜与所使用的衬底的晶格(常数)匹配，而柔性衬底和功能薄膜在结构上往往存在巨大差异，衬底的选择受限，同时外延生长对生长环境，如温度、压强等要求也较高，因此，要在柔性衬底上外延制备大面积高质量的单晶功能薄膜面临诸多挑战；另外，除外延匹配生长外，薄膜转移技术也是制备单晶薄膜的有效手段，但常规薄膜转移技术，如离子束剥离、键合与研磨等技术多将单晶薄膜转移到硬质体材料，而由于其机械不稳定性，常规薄膜转移技术不适合于柔性衬底；同时柔性衬底表面平整度较低，难以形成高质量键合界面，不利于后期器件工艺。

[0004] 因此，如何提供一种柔性单晶薄膜及其制备方法，以解决上述问题实属必要，提供一种针对柔性电子学的通用单晶薄膜制备技术具有十分重要的意义。

发明内容

[0005] 鉴于以上所述现有技术的缺点，本发明的目的在于提供一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜，用于解决现有技术中柔性单晶薄膜中存在的缺陷，特别是难以大面积制备高质量柔性单晶薄膜等问题。

[0006] 为实现上述目的及其他相关目的，本发明提供一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法，包括如下步骤：

[0007] 1)提供第一单晶衬底及第二单晶衬底，且所述第一单晶衬底具有第一离子注入面，所述第二单晶衬底具有第二离子注入面；

[0008] 2)自所述第一离子注入面对所述第一单晶衬底进行第一离子注入，以在所述第一单晶衬底中形成第一缺陷层，自所述第二离子注入面对所述第二单晶衬底进行第二离子注入，以在所述第二单晶衬底中形成第二缺陷层；

[0009] 3)将所述第一离子注入面与所述第二离子注入面进行键合；以及

[0010] 4)沿所述第一缺陷层剥离部分所述第一单晶衬底以得到第一单晶薄膜层，沿所述第二缺陷层剥离部分所述第二单晶衬底以得到第二单晶薄膜层，从而获得由键合的所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层构成的所述柔性单晶薄膜。

[0011] 作为本发明的一种优选方案，步骤2)，控制所述第一缺陷层及所述第二缺陷层的深度，以使得所述第一单晶衬底内基于所述第一离子注入产生的应力及所述第二单晶衬底内基于所述第二离子注入产生的应力概呈相同。

[0012] 作为本发明的一种优选方案，通过控制离子注入过程中注入离子种类以及注入剂量中的至少一者以调节所述第一单晶衬底及所述第二单晶衬底中产生的应力。

[0013] 作为本发明的一种优选方案，步骤1)中，所述第一单晶衬底的种类与所述第二单晶衬底的种类相同，且步骤2)中，所述第一缺陷层的深度与所述第二缺陷层的深度概呈相同。

[0014] 作为本发明的一种优选方案，步骤2)中，进行所述第一离子注入的方式包括氢离子注入、氦离子注入、氢离子和氦离子共注入以及注氧中的任意一种；进行所述第二离子注入的方式包括氢离子注入、氦离子注入、氢离子和氦离子共注入以及注氧中的任意一种。

[0015] 作为本发明的一种优选方案，步骤1)与步骤2)之间还包括：对所述第一离子注入面及所述第二离子注入面中的至少一者进行清洗。

[0016] 作为本发明的一种优选方案，步骤3)中，进行所述键合的方式包括直接键合及间接键合中的任意一种。

[0017] 作为本发明的一种优选方案，步骤4)中，通过退火处理及湿法刻蚀中的任意一种方式剥离部分所述第一单晶衬底及部分所述第二单晶衬底。

[0018] 作为本发明的一种优选方案，通过退火处理的方式剥离部分所述第一单晶衬底及部分所述第二单晶衬底，其中，所述退火处理在真空环境下或在氮气、氧气及惰性气体中的至少一种气体形成的保护气氛下进行，所述退火处理的退火温度介于100℃～1000℃之间，退火时间介于1分钟～48小时之间。

[0019] 作为本发明的一种优选方案，所述第一单晶衬底包括单晶衬底，所述第二单晶衬底包括单晶衬底，所述第一单晶薄膜层形成第一功能层，所述第二单晶薄膜层形成第二功能层。

[0020] 本发明还提供一种基于应力补偿的柔性单晶薄膜，所述柔性单晶薄膜包括第一单晶薄膜层及第二单晶薄膜层，所述第二单晶薄膜层键合于所述第一单晶薄膜层表面，以使得所述第一单晶薄膜层内的应力与所述第二单晶薄膜层内的应力相互抵消。

[0021] 作为本发明的一种优选方案，所述第一单晶薄膜层包括第一单晶功能层，所述第二单晶薄膜层包括第二单晶功能层。

[0022] 如上所述，本发明的基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜，具有以下有益效果：本发明提供一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜，通过采用对称应力补偿的技术，制备了由第一单晶薄膜层及第二单晶薄膜层构成的柔性单晶薄膜，基于应力补偿，避免制备的薄膜卷曲、碎裂的问题；使得可以得到具备超薄、超轻、柔性且可以自支撑特性的薄膜；同时，可以通过本发明的方案制备得到大面积的柔性单晶薄膜；另外，采用离子束剥离工艺形成单晶薄膜，所得两片同种或异种单晶薄膜通过键合的方式集成，对晶格匹配度几乎没有要求，且薄膜材料与选择灵活；可以将缺陷控制在界面附近极小的厚度范围内，薄膜内部晶格质量不受影响，即使剥离的薄膜厚度很小，也能够保证材料性能。

附图说明

[0023] 图1显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的工艺流程图。

[0024] 图2显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中提供第一单晶衬底的结构示意图。

[0025] 图3显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中提供第二单晶衬底的结构示意图。

[0026] 图4显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中进行第一离子注入的结构示意图。

[0027] 图5显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中进行第二离子注入的结构示意图。

[0028] 图6显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中将第一单晶衬底及第二单晶衬底键合的图示。

[0029] 图7显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中存在中间层的键合的示意图。

[0030] 图8显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中将第一单晶衬底及第二单晶衬底剥离的图示。

[0031] 图9显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中存在中间层的剥离的示意图。

[0032] 图10显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中形成柔性单晶薄膜的结构示意图。

[0033] 图11显示为本发明基于应力补偿制备柔性单晶薄膜中形成存在中间层的柔性单晶薄膜的图示。

[0034] 元件标号说明

[0035]	100	第一单晶衬底
[0036]	100a	第一离子注入面
[0037]	101	第一缺陷层
[0038]	102	第一单晶薄膜层
[0039]	103	第一剥离剩余层
[0040]	200	第二单晶衬底
[0041]	200a	第二离子注入面
[0042]	201	第二缺陷层
[0043]	202	第二单晶薄膜层
[0044]	203	第二剥离剩余层
[0045]	300	柔性单晶薄膜
[0046]	400	中间层
[0047]	S1～S4	步骤1)至步骤4)

具体实施方式

[0048] 以下通过特定的具体实例说明本发明的实施方式，本领域技术人员可由本说明书

所揭露的内容轻易地了解本发明的其他优点与功效。本发明还可以通过另外不同的具体实施方式加以实施或应用，本说明书中的各项细节也可以基于不同观点与应用，在没有背离本发明的精神下进行各种修饰或改变。

[0049] 请参阅图1至图11。需要说明的是，本实施例中所提供的图示仅以示意方式说明本发明的基本构想，虽图示中仅显示与本发明中有关的组件而非按照实际实施时的组件数目、形状及尺寸绘制，其实际实施时各组件的形态、数量及比例可为一种随意的改变，且其组件布局形态也可能更为复杂。

[0050] 如图1所示，本发明提供一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法，包括如下步骤：

[0051] 1)提供第一单晶衬底及第二单晶衬底，且所述第一单晶衬底具有第一离子注入面，所述第二单晶衬底具有第二离子注入面；

[0052] 2)自所述第一离子注入面对所述第一单晶衬底进行第一离子注入，以在所述第一单晶衬底中形成第一缺陷层，自所述第二离子注入面对所述第二单晶衬底进行第二离子注入，以在所述第二单晶衬底中形成第二缺陷层；

[0053] 3)将所述第一离子注入面与所述第二离子注入面进行键合；以及

[0054] 4)沿所述第一缺陷层剥离部分所述第一单晶衬底以得到第一单晶薄膜层，沿所述第二缺陷层剥离部分所述第二单晶衬底以得到第二单晶薄膜层，从而获得由键合的所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层构成的所述柔性单晶薄膜。

[0055] 下面将结合附图详细说明本发明的柔性单晶薄膜的制备工艺。

[0056] 首先，如图1中的S1及图2-3所示，进行步骤1)，提供第一单晶衬底100及第二单晶衬底200，且所述第一单晶衬底100具有第一离子注入面100a，所述第二单晶衬底200具有第二离子注入面200a。

[0057] 作为示例，所述第一单晶衬底100包括单晶衬底，所述第二单晶衬底200包括单晶衬底。

[0058] 具体的，本发明首先提供两种衬底，即所述第一单晶衬底100与所述第二单晶衬底200，其可以是同种衬底，也可以是异种衬底，如可以是所述第一单晶衬底100及所述第二单晶衬底200均为$LiNbO_3$衬底，也可以是所述第一单晶衬底100为Si衬底，所述第二单晶衬底200为$LiNbO_3$，以实际需求选择，并不以此为限。采用本发明的方法可以基于单晶材料的所述第一单晶衬底及单晶材料的所述第二单晶衬底制备得到柔性单晶薄膜，解决了现有技术中采制备高品质单晶薄膜的缺陷。

[0059] 接着，如图1中的S2及图4-5所示，进行步骤2)，自所述第一离子注入面100a对所述第一单晶衬底100进行第一离子注入，以在所述第一单晶衬底100中形成第一缺陷层101，自所述第二离子注入面200a对所述第二单晶衬底200进行第二离子注入，以在所述第二单晶衬底200中形成第二缺陷层201。

[0060] 作为示例，步骤2)，控制所述第一缺陷层101及所述第二缺陷层201的深度，以使得所述第一单晶衬底100内基于所述第一离子注入产生的应力与所述第二单晶衬底200内基于所述第二离子注入产生的应力概呈相同。

[0061] 作为示例，通过控制离子注入过程中注入离子种类以及注入剂量中的至少一者以调节所述第一单晶衬底及所述第二单晶衬底中产生的应力。

[0062] 作为示例，通过控制离子注入过程中离子注入的注入能量以调节所述第一缺陷层101及所述第二缺陷层201的深度。

[0063] 具体的，在该步骤中，对两个衬底均进行离子注入，在该步骤的离子注入过程中，分别在第一单晶衬底100及第二单晶衬底200中形成第一缺陷层101及第二缺陷层201，其中，可以通过控制所述第一离子注入过程中注入离子的注入能量调节所述第一缺陷层101的深度，进而并通过所述第一离子注入过程中注入离子种类及注入剂量中的至少一者控制所述第一单晶衬底100中产生的应力，其中，所述第一缺陷层101的深度是指所述第一离子注入面100a与所述第一缺陷层101之间的距离，依次类推，同理，也可以通过上述方式调节所述第二缺陷层201的深度，进而控制所述第二单晶衬底200中产生的应力，注入的离子在单晶薄膜内呈高斯分布，不同薄膜深度注入离子浓度等不同，对晶格损伤也不同，从而造成不同应力分布。本发明方案中，通过上述调节，可以使得所述第一单晶衬底100与所述第二单晶衬底200中产生的应力概呈相同，这里概呈相同指的是应力的大小基本或者全部可以相互抵消，二者应力在宏观上抵消，更进一步，优选二者应力在微观上其大小和分布基本或完全相同，达到本领域普通技术人员认为是相互抵消的程度即可，从而可以在后续过程中避免制备的所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层卷曲、碎裂的问题，从而所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层构成的所述柔性单晶薄膜，具有超薄、超轻、柔性且自支撑的特性的复合薄膜，当然，对于应力的概呈相同可以通过模拟或者后续实际过程中的键合工艺获得，但并不依次为限，依据实际情况选择。

[0064] 另外，在一示例中，可以通过调整第一单晶薄膜层，第二单晶薄膜层和中间层厚度调整最终形成的薄膜的柔韧性，基于本发明的方法，离子注入剥离技术可方便调控所剥离薄膜的厚度，且最薄能小于100nm，如90nm。

[0065] 作为示例，步骤1)中，所述第一单晶衬底100的种类与所述第二单晶衬底200的种类相同，且步骤2)中，所述第一缺陷层101的深度与所述第二缺陷层201的深度概呈相同。

[0066] 具体的，在一可选实施例中，所述第一单晶衬底100的种类与所述第二单晶衬底200的种类相同，此时，所述第一单晶衬底100及所述第二单晶衬底200的离子注入的条件，如离子注入种类、注入能量等保持一致，从而使得所述第一缺陷层101的深度与所述第二缺陷层201的深度概呈相同，进一步使得二者中产生的应力概呈相同，即缺陷层的深度基本或完全相同，使得应力达到本领域普通技术人员认为是相互抵消的程度即可，从而基于上述方案，对于某一厚度的难以制备的半导体薄膜，可以通过本发明的应力补偿的技术，基于两块衬底得到高质量薄膜。

[0067] 作为示例，步骤2)中，进行所述第一离子注入的方式包括氢离子注入、氦离子注入、氢离子和氦离子共注入以及注氧中的任意一种；进行所述第二离子注入的方式包括氢离子注入、氦离子注入、氢离子和氦离子共注入以及注氧中的任意一种。其中，当选择为氢离子和氦离子共注入时，可以是氢离子的注入在氦离子的注入之前进行，或者氢离子的注入在氦离子的注入之后进行，或者氢离子及氦离子同时注入，依据实际选择。

[0068] 具体的，在一示例中，选择注氧的方式进行离子注入以形成所述缺陷层，比如，制备SOI材料，可以通过向单晶Si衬底注入一定能量、剂量的氧离子，形成氧化硅层缺陷层，并于氧化硅缺陷层处剥离，也可获得上层单晶薄膜，如单晶硅薄膜。

[0069] 在一示例中，在所述第一离子注入面100a及所述第二离子注入面200a分别进行单

类型离子注入，所注入的离子为氢(H)离子，所述氢离子可以在后续将所述键合衬底剥离的原理为利用氢离子会对剥离深处(即所述第一缺陷层101及所述第二缺陷层201)的晶格形成破坏作用而实现。即，在进行离子注入的过程中，离子进入其原子间隙形成微型缺陷(所述第一缺陷层101及所述第二缺陷层201)，离子注入形成的注入缺陷层多为纳米级空洞缺陷，材料在此界面依然具有较强的机械强度，在后续的处理过程中，这些微缺陷会聚集结合，形成板状的缺陷，转变成连续缺陷层。又由于形成所述缺陷层的深度由离子注入的能量决定，而能否形成分离所需的缺陷密度由离子注入的剂量决定，因此，在离子注入的过程中要选择合适的离子注入剂量和离子注入能量。

[0070] 在另一示例中，在所述注入面进行两种类型离子的共注入，注入的离子为氢离子及氦离子，其中，在一种方式中，所述氢离子如上所述用于形成缺陷，所述缺陷在所述缺陷层内呈高斯分布；而所述氦离子属于惰性元素，所述氦离子可以被所述氢离子形成的平台缺陷捕获并通过物理作用使这些平台型缺陷扩大并相互结合，最终形成可以分离所述键合衬底的裂痕，进而促进部分所述键合衬底从缺陷浓度最大处实现剥离。在所述离子注入面进行氢离子及氦离子共注入，所述氦离子可以被所述氢离子形成的缺陷捕获，进而进入原子间隙中并施加压强，相当于在所述氢离子已产生的缺陷内部施加了一额外的作用力，可以有效地促进所述键合衬底在离子注入剂量较低的情况下剥离，即可以有效地降低离子注入的总剂量，进而缩短了制备周期，节约了生产成本。

[0071] 优选地，为了使得注入的所述氦离子容易被所述氢离子形成的缺陷所捕获，或注入的所述氢离子容易被所述氦离子形成的缺陷所捕获，所述氦离子注入的深度需与所述氢离子注入的深度相同或相近，即需要保证所述氦离子的射程(Rp)在所述氢离子注入的射程附近。

[0072] 作为示例，步骤1)与步骤2)之间还包括：对所述第一离子注入面100a及所述第二离子注入面200a中的至少一者进行清洗。

[0073] 具体的，在一可选实施例中，在进行离子注入之前，还对需要进行离子注入的衬底表面进行清洗，即对所述第一离子注入面100a及所述第二离子注入面200a进行清洗，优选对二者均进行清洗，其中，在一示例中，清洗液依次采用丙酮、酒精、去离子水，从而可以去除表面杂质，便于键合。

[0074] 接着，如图1中的S3及图6-7所示，进行步骤3)，将所述第一离子注入面100a与所述第二离子注入面200a进行键合。

[0075] 作为示例，步骤3)中，进行所述键合的方式包括直接键合及间接键合中的任意一种。

[0076] 作为示例，如图7所示，进行所述键合的方式包括间接键合，其中，所述间接键合过程中形成一中间层400，在一示例中，所述中间层具有柔性，所述中间层400的厚度小于25μm，在一优选实施例中，所述中间层400的厚度小于10μm，从而有利于键合过程中应力的补偿。

[0077] 具体的，该步骤中将进行离子注入后的所述第一单晶衬底及所述第二单晶衬底进行键合，所得结构中，两衬底中产生的应力关于键合面对称，可相互补偿薄膜内存在的应力，避免制备的单晶薄膜卷曲、碎裂的问题，同时，所得结构可具备超薄、超轻、柔性且自支撑的特征。另外，进行键合的方式包括但不限于直接键合或介质层键合、金属键合、阳极键

合间接键合工艺。另外，在一可选实施例中，采用间接键合的方式，间接键合过程中形成一中间层400，所述中间层400将所述第一单晶衬底及所述第二单晶衬底键合在一起，可以是BCB(新型苯并环丁烯)材料，可以依实际情况选择，如依据剥离温度选择中间层的种类，不同单晶薄膜退火剥离温度不同，而不同种类的高聚物耐温也不同，如对于BCB材料，其耐温最高350℃左右，$LiNbO_3$单晶薄膜剥离温度低于250℃，因此BCB适合作为$LiNbO_3$单晶薄膜剥离的中间层，对于键合后湿法刻蚀剥离，可以依据腐蚀液的酸碱性选择中间层的种类，不同高聚物耐酸碱特性不同，而不同单晶缺陷层湿法刻蚀所需腐蚀液不同；以氢氟酸(HF)为例，高聚物PMMA可以承受一定浓度的HF，而BCB对HF的抵抗较弱。采用本发明的对称应力补偿技术，可以使得在较小的所述中间层的厚度的条件下，便可以得到高质量的柔性复合薄膜，从而使得最终得到的键合剥离后的结构超薄、超轻，且具有柔性。

[0078] 最后，如图1中的S4及图8-11所示，进行步骤4)，沿所述第一缺陷层101剥离部分所述第一单晶衬底100以得到第一单晶薄膜层102，同时形成一第一剥离剩余层103，沿所述第二缺陷层201剥离部分所述第二单晶衬底200以得到第二单晶薄膜层202，同时形成一剥离剩余层203，从而获得由键合在一起的所述第一单晶薄膜层102及所述第二单晶薄膜层202构成的所述柔性单晶薄膜300。

[0079] 作为示例，所述第一单晶衬底100包括单晶衬底，所述第二单晶衬底200包括单晶衬底，所述第一单晶薄膜层102形成第一功能层，所述第二单晶薄膜层202形成第二功能层。其中，所述第一单晶薄膜层102及所述第二单晶薄膜层202的厚度依据实际需求选择，在一实施例中，所述第一单晶薄膜层102的厚度小于25μm，所述第二单晶薄膜层202的厚度小于25μm。

[0080] 具体的，该步骤中，剥离所述第一单晶衬底100及所述第二单晶衬底200后，得到需要的所述柔性单晶薄膜300，采用本发明的方法，所述第一单晶薄膜层102及所述第二单晶薄膜层202均可以是作为器件结构中的功能层，可以是同种材料，也可以是异种材料，同样可以选择为单晶，相互补偿薄膜内存在的应力，避免制备的单晶薄膜卷曲、碎裂的问题，可以不需要额外的柔性衬底，所得结构可具备超薄、超轻、柔性的特征，同时具备自支撑的特征。例如，一500nm厚的$LiNbO_3$单晶薄膜键合在1cm厚的PDMS衬底上，整个结构是平坦且柔性的；如果500nm厚的$LiNbO_3$单晶薄膜键合在5um的PDMS衬底上，则整个结构卷曲或者各种形变，因为5um厚的PDMS衬底无法补偿$LiNbO_3$薄膜的应力，而本发明的对称单晶薄膜结构的优势在于实现应力的相互抵消，而对中间层的厚度无限制，从而可以中间层极薄或取消中间层(与键合方式有关)；单层单晶薄膜由于应力存在会卷曲或碎裂，单层单晶薄膜+柔性衬底结构对柔性衬底厚度有要求，而对称单晶薄膜结构则无上述限制，本发明解决了上述限制。

[0081] 另外，采用离子束剥离工艺形成复合薄膜(如单晶薄膜)，优选使得所述第一单晶衬底及所述第二单晶衬底同时剥离，所得两片同种或异种薄膜(如单晶薄膜)通过键合的方式集成，因此对晶格匹配度几乎没有要求，且薄膜材料与选择灵活；再者，与外延匹配生长技术得到的薄膜材料不同，采用离子束剥离与键合相结合的方式可以将缺陷控制在界面附近极小的厚度范围内，缺陷指注入的离子造成的晶格损伤，退火过程中注入离子会往浓度最大处富集，单晶薄膜的剥离也是在离子浓度最大处，剥离所跨深度范围小，因此缺陷控制好，薄膜内部晶格质量不受影响，即使剥离的薄膜厚度很小，也能够保证材料性能。另外，采用本发明的技术方案可以制备大面积(如晶圆级)的柔性复合薄膜，解决其他工艺难以得到

大面积柔性单晶薄膜的难题，例如，柔性衬底上通过外延生长方式制备单晶薄膜几乎不可能；另外，一般先制备出“单晶薄膜-牺牲层-硬质衬底”结构，然后腐蚀牺牲层，使上层单晶薄膜大部分悬空，再使用具有粘性的柔性衬底(如PDMS)转移几乎与硬质衬底脱离(悬空)的单晶薄膜；上述方法关键之一是腐蚀牺牲层，常规的侧向腐蚀速率很慢，且腐蚀过程中已经悬空的单晶薄膜容易“塌陷”，从而与硬质衬底“粘连”，阻止进一步侧向腐蚀牺牲层，从而难以获得大面积悬空单晶薄膜；或者先制备出“单晶薄膜-牺牲层-硬质衬底”结构，而后刻蚀上层单晶薄膜，使牺牲层直接裸露，从而增大腐蚀液与牺牲层的接触面积，该方法破坏了单晶薄膜的完整性；本发明涉及的方法无需先制备出“单晶薄膜-牺牲层-硬质衬底”结构，也无需腐蚀牺牲层，而是通过离子束引入缺陷层，缺陷层在高温下直接分离，该分离过程是整个面的分离，因此可以制备晶圆级薄膜。

[0082] 作为示例，步骤4)中，通过退火处理及湿法刻蚀中的任意一种方式剥离部分所述第一单晶衬底100及部分所述第二单晶衬底200。

[0083] 作为示例，通过退火处理的方式剥离部分所述第一单晶衬底100及部分所述第二单晶衬底200，其中，所述退火处理在真空环境下或在氮气、氧气及惰性气体中至少一种气体形成的保护气氛下进行。作为示例，所述退火处理的退火温度介于100℃～1000℃之间，依据实际剥离材料进行设定，如LiNbO3剥离温度约250℃，Si剥离温度约500℃，而SiC剥离温度高于800℃，退火时间介于1分钟～48小时之间，优选介于5-20h之间，另外，对于不同种类的单晶衬底，剥离的区别一般主要在于剥离温度不同，此时设置的剥离温度满足两种单晶衬底中剥离温度更高的值即可。

[0084] 具体的，对于剥离的方式，可以选择为退火处理的方式，在一优选实施例中，采用两段式退火的方式，先于第一温度下进行退火，再于第二温度下进行退火，退火温度时间等依据实际材料选择，如LiNbO3材料，可在100℃左右加固(键合强度)10小时，而后250℃保持1小时剥离，其中，所述第一温度低于所述第二温度，先在较低的温度(如所述第一温度)下进行较长时间的退火，可以使所述H离子和He离子有足够的迁移能量形成缺陷，即促进H或He在材料中的扩散并与材料中的缺陷结合，但又保证不至于使大量所述H离子和所述He离子逃逸出所述衬底；进而再在较高的温度(如所述第二温度)下进行退火，可使形成的缺陷层中的缺陷连城一条缺陷带，以致产生剥离。其中，在退火过程中，H和/或He的聚集会受热膨胀，增加缺陷内部的压强，导致化学键的断裂及缺陷的增值，在缺陷层处形成平台型的缺陷带，并最终导致异质薄膜的剥离。从而，低温预退火与高温后退火结合的复合退火过程与直接退火过程相比，可以更加缩短退火时间，另外，所述退火工艺优选在真空环境下或在氮气及惰性气体中至少一种气体形成的保护气氛下进行。

[0085] 在另一实施例中，还可以选择采用湿法腐蚀的工艺进行剥离，比如，所述第一单晶衬底与所述第二单晶衬底分别为Si和$LiNbO_3$，采用氢氟酸可同时腐蚀两种缺陷层，还可以优选向Si衬底中注入氧离子，往$LiNbO_3$中注如氦离子，从而更有效的同时腐蚀两种缺陷层。

[0086] 如图9-10所示，本发明还提供一种基于应力补偿的柔性单晶薄膜300，其中，所述柔性单晶薄膜优选采用本发明提供的基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法制备得到，所述柔性单晶薄膜包括第一单晶薄膜层102及第二单晶薄膜层202，所述第二单晶薄膜层202键合于所述第一单晶薄膜层102表面，以使得所述第一单晶薄膜层内102的应力与所述第二单晶薄膜层102内的应力相互抵消。

[0087] 作为示例，所述第一单晶薄膜层102与所述第二单晶薄膜层202之间还包括一键合中间层400。

[0088] 作为示例，所述第一单晶薄膜层包括第一单晶功能层，所述第二单晶薄膜层包括第二单晶功能层。

[0089] 具体的，本发明还提供一种基于应力补偿的柔性单晶薄膜300，其中，所述第一单晶薄膜层内102的应力与所述第二单晶薄膜层102内的应力在键合过程中相互抵消，避免了制备的所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层的卷曲、碎裂的问题，从而所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层构成的所述柔性单晶薄膜，具有超薄、超轻、柔性且自支撑的特性的复合薄膜，并且通过本发明的方案得到的可以是大面积的柔性单晶薄膜。

[0090] 综上所述，本发明提供一种基于应力补偿制备柔性单晶薄膜的方法及柔性单晶薄膜，包括如下步骤：提供第一单晶衬底及第二单晶衬底，且所述第一单晶衬底具有第一离子注入面，所述第二单晶衬底具有第二离子注入面；自所述第一离子注入面对所述第一单晶衬底进行第一离子注入，以在所述第一单晶衬底中形成第一缺陷层，自所述第二离子注入面对所述第二单晶衬底进行第二离子注入，以在所述第二单晶衬底中形成第二缺陷层；将所述第一离子注入面与所述第二离子注入面进行键合；以及沿所述第一缺陷层剥离部分所述第一单晶衬底以得到第一单晶薄膜层，沿所述第二缺陷层剥离部分所述第二单晶衬底以得到第二单晶薄膜层，从而获得由键合的所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层构成的所述柔性单晶薄膜。本发明通过采用对称应力补偿的技术，制备了由第一单晶薄膜层及第二单晶薄膜层构成的柔性单晶薄膜，基于应力补偿，避免制备的薄膜卷曲、碎裂的问题；使得可以得到具备超薄、超轻、柔性且可以自支撑特性的薄膜；同时，可以通过本发明的方案制备得到大面积的柔性单晶薄膜；另外，采用离子束剥离工艺形成单晶薄膜，所得两片同种或异种单晶薄膜通过键合的方式集成，对晶格匹配度几乎没有要求，且薄膜材料与选择灵活；可以将缺陷控制在界面附近极小的厚度范围内，薄膜内部晶格质量不受影响，即使剥离的薄膜厚度很小，也能够保证材料性能。所以，本发明有效克服了现有技术中的种种缺点而具高度产业利用价值。

[0091] 上述实施例仅例示性说明本发明的原理及其功效，而非用于限制本发明。任何熟悉此技术的人士皆可在不违背本发明的精神及范畴下，对上述实施例进行修饰或改变。因此，举凡所属技术领域中具有通常知识者在未脱离本发明所揭示的精神与技术思想下所完成的一切等效修饰或改变，仍应由本发明的权利要求所涵盖。

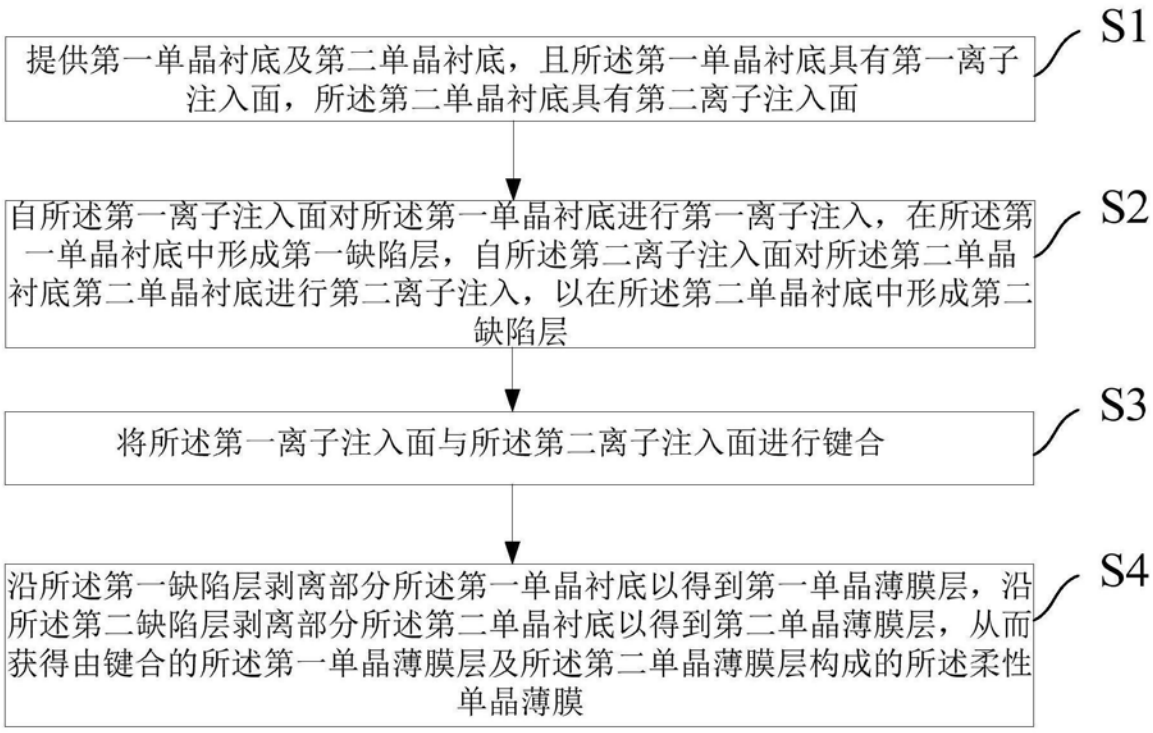

提供第一单晶衬底及第二单晶衬底，且所述第一单晶衬底具有第一离子注入面，所述第二单晶衬底具有第二离子注入面
S1
自所述第一离子注入面对所述第一单晶衬底进行第一离子注入，在所述第一单晶衬底中形成第一缺陷层，自所述第二离子注入面对所述第二单晶衬底第二单晶衬底进行第二离子注入，以在所述第二单晶衬底中形成第二缺陷层
S2
将所述第一离子注入面与所述第二离子注入面进行键合
S3
沿所述第一缺陷层剥离部分所述第一单晶衬底以得到第一单晶薄膜层，沿所述第二缺陷层剥离部分所述第二单晶衬底以得到第二单晶薄膜层，从而获得由键合的所述第一单晶薄膜层及所述第二单晶薄膜层构成的所述柔性单晶薄膜
S4

图1

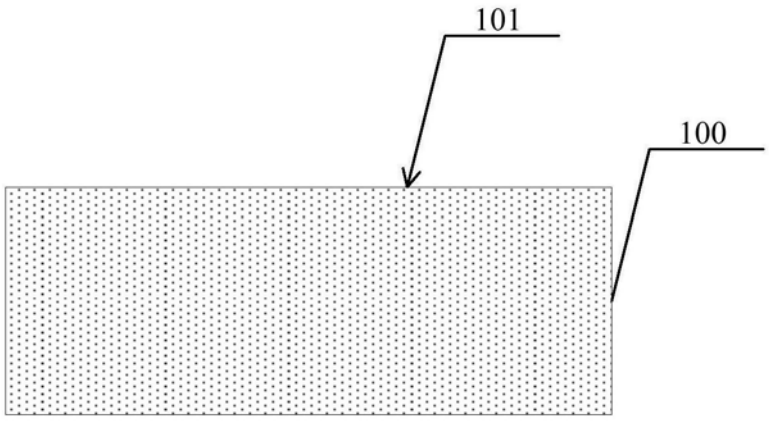

101
100

图2

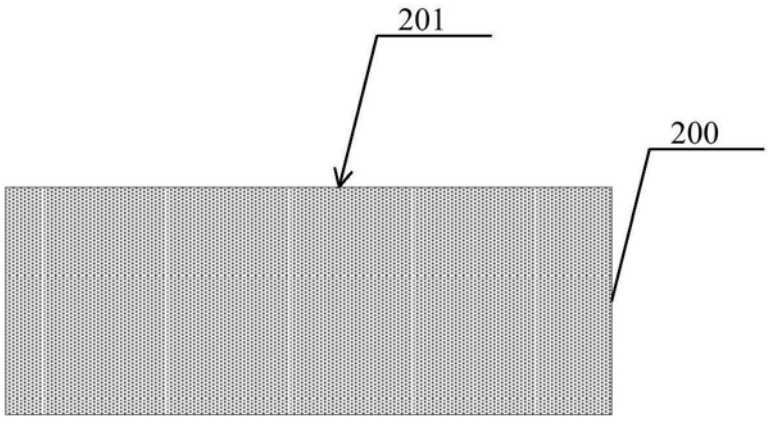


图3

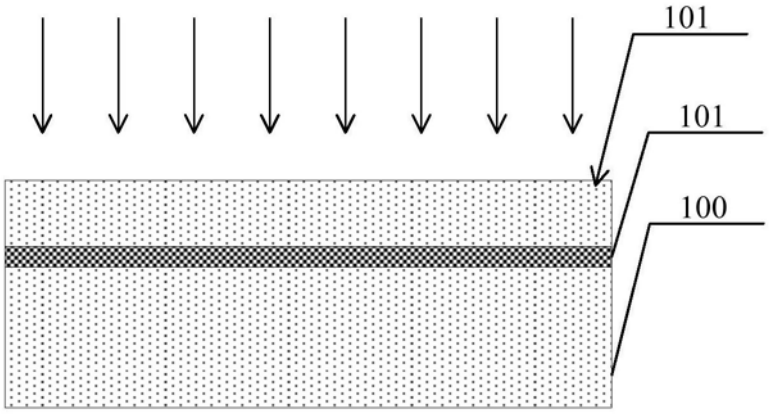


图4

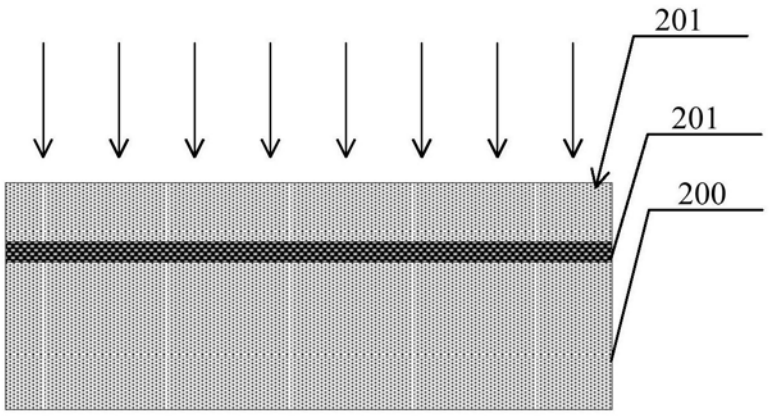


图5

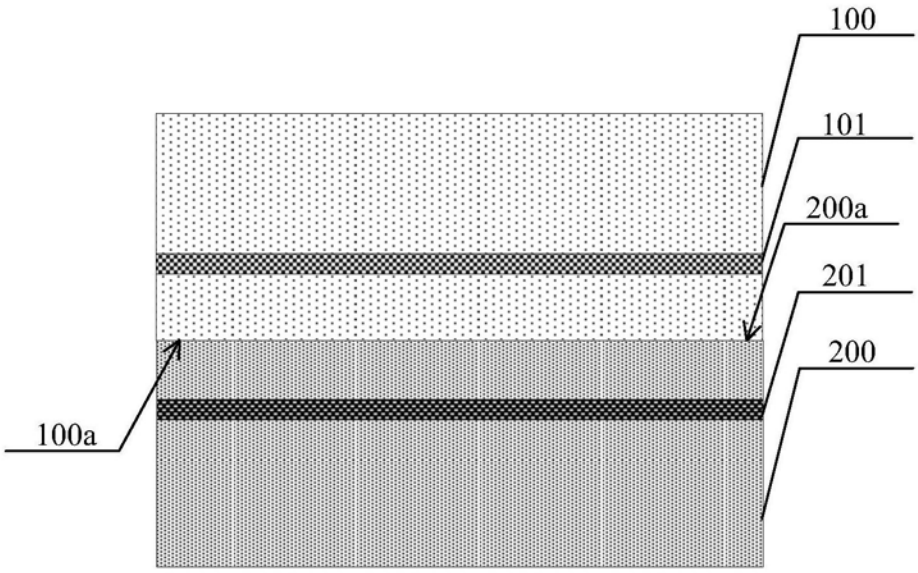


图6

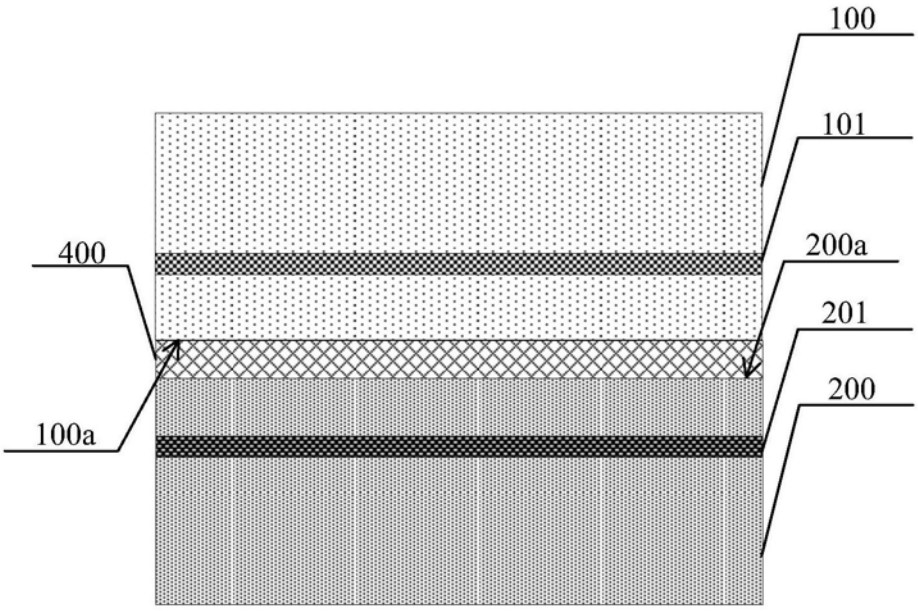


图7

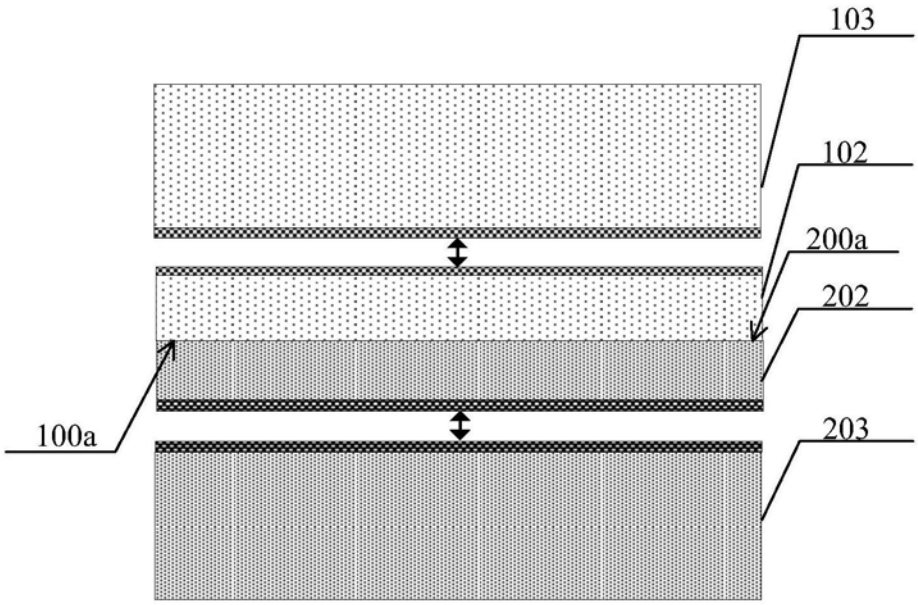


图8

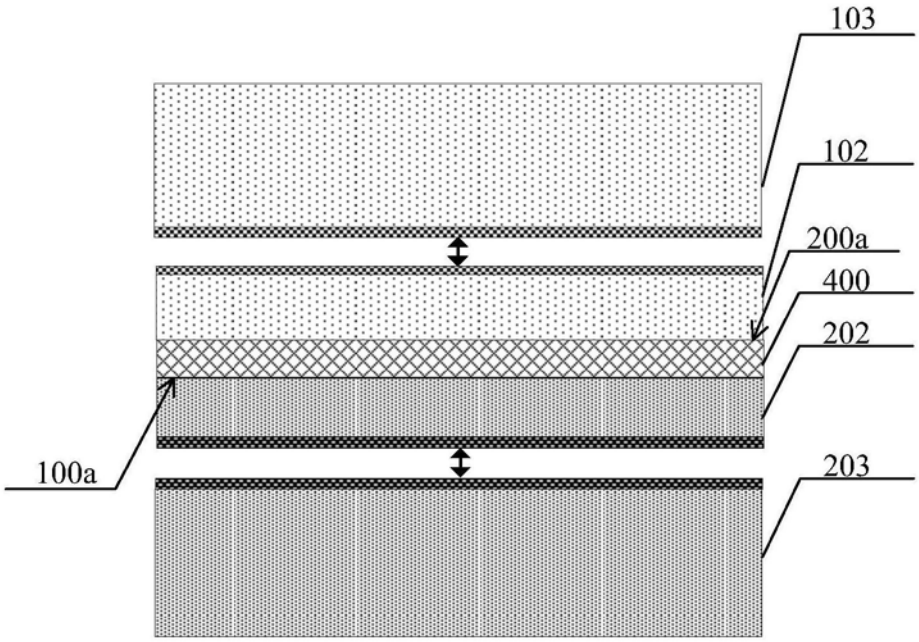


图9

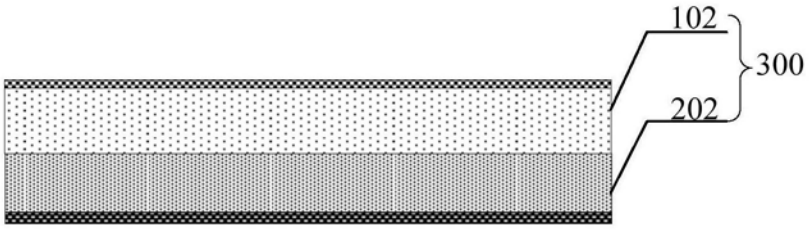


图10

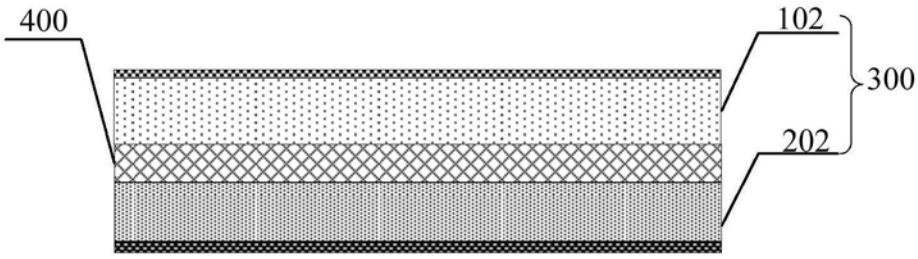


图11