(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2024-544472
(P2024-544472A)
(43)公表日　令和6年12月3日(2024.12.3)

(51)国際特許分類			FI			テーマコード（参考）
Ｈ０１Ｌ	*21/02*	*(2006.01)*	Ｈ０１Ｌ	27/12	Ｂ	４Ｇ０７７
Ｃ３０Ｂ	*29/30*	*(2006.01)*	Ｈ０１Ｌ	21/02	Ｂ	
			Ｃ３０Ｂ	29/30		

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全19頁）

(21)出願番号　特願2024-523138(P2024-523138)
(86)(22)出願日　令和4年9月28日(2022.9.28)
(85)翻訳文提出日　令和6年6月12日(2024.6.12)
(86)国際出願番号　PCT/FR2022/051837
(87)国際公開番号　WO2023/084164
(87)国際公開日　令和5年5月19日(2023.5.19)
(31)優先権主張番号　2111960
(32)優先日　令和3年11月10日(2021.11.10)
(33)優先権主張国・地域又は機関
フランス(FR)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,
最終頁に続く

(71)出願人　598054968
ソイテック
Ｓｏｉｔｅｃ
フランス国，３８１９０ ベルナン，パルク テクノロジーク デ フォンテーヌ，シュマン デ フランク
Ｐａｒｃ Ｔｅｃｈｎｏｌｏｇｉｑｕｅ ｄｅｓ ｆｏｎｔａｉｎｅｓ ｃｈｅｍｉｎ Ｄｅｓ Ｆｒａｎｑｕｅｓ ３８１９０ Ｂｅｒｎｉｎ， Ｆｒａｎｃｅ
(74)代理人　100107456
弁理士　池田 成人
(74)代理人　100162352
弁理士　酒巻 順一郎
(74)代理人　100123995
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　強誘電体材料の薄膜を準備するためのプロセス

(57)【要約】
本発明は、強誘電体材料の薄膜（３）を準備するための方法であって、方法が、薄膜（３）を提供するステップを含み、薄膜（３）が、第１の自由面（８）を露出させる、方法に関する。方法はまた、イオンエッチングによって薄化し、かつエッチングパラメータによって規定されたステップを含む。本発明によれば、エッチングパラメータは、薄膜（３）の自由面（８）が薄化ステップの終了時に閾値を超えない粗さを有するように選択される。
【選択図】　図３

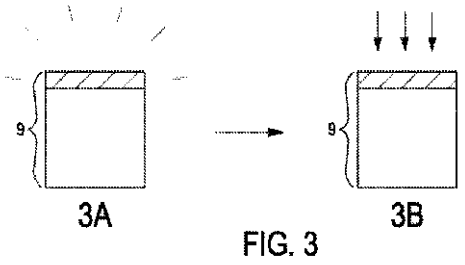


FIG. 3

【特許請求の範囲】
【請求項１】
単結晶強誘電体材料の薄膜（３）を準備するための方法であって、前記方法が、以下の、
前記薄膜（３）を提供するステップであって、前記薄膜（３）が、第１の自由面（８）を露出させる、提供するステップ、
エッチングパラメータによって規定されると共にイオンエッチングによって前記薄膜を薄化するステップ、
を含み、
前記方法が、前記提供するステップが脆化平面（２）を備えるドナー基板（１）と支持基板（７）との組付けと、前記脆化平面（２）の高さでの前記薄膜（３）の剥離と、を含み、前記薄膜（３）が前記自由面（８）とは反対側の、前記支持基板（７）上に位置付けされた第２の面を有すること、および前記エッチングパラメータが、前記薄膜（３）の前記自由面（８）が前記薄化ステップの終了時に閾値を超えない粗さを有するように選択されることを特徴とする、
方法。
【請求項２】
前記提供するステップが、前記ドナー基板（１）内に水素イオンを注入することによる前記脆化平面（２）の形成を含む、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記薄化ステップの後に、前記自由面（８）の化学機械的タッチ研磨が続く、請求項１または２に記載の方法。
【請求項４】
前記提供するステップが、前記薄膜（３）の前記自由面（８）をある特定のガス雰囲気に曝す熱処理ステップを含む、請求項１～３のいずれか一項に記載の方法。
【請求項５】
前記熱処理が、３００℃～前記薄膜（３）を構成する前記強誘電体材料のキュリー温度の温度で、３０分～１０時間の期間にわたって実行される、請求項１～４のいずれか一項に記載の方法。
【請求項６】
前記熱処理ステップが、酸化性または中性のガス雰囲気下で実行される、請求項４または５に記載の方法。
【請求項７】
前記熱処理ステップと前記薄化ステップとの間に、前記自由面（８）を平滑化して、前記自由面（８）の表面粗さを前記粗さ閾値よりも低い値に低減するステップを含む、請求項４～６のいずれか一項に記載の方法。
【請求項８】
前記平滑化ステップが、前記自由面（８）の化学機械的タッチ研磨を含む、請求項７に記載の方法。
【請求項９】
前記粗さ閾値が、３ｎｍ～７ｎｍである、請求項１～８のいずれか一項に記載の方法。
【請求項１０】
支持体（７）上に配置された単結晶およびモノドメインの強誘電体材料の薄膜（３）を備える基板であって、前記薄膜が、７００ｎｍ以下の厚さおよび６０ｎｍ以下の厚さ均一性を有する、基板。
【請求項１１】
前記薄膜（３）と前記支持体（７）との間に位置付けされたアモルファス中間層を備える、請求項１０に記載の基板。
【請求項１２】
前記アモルファス中間層が、酸化シリコン、酸窒化シリコン、または窒化シリコンであ

る、請求項１１に記載の基板。
【請求項１３】
前記薄膜（３）が、０．５ｎｍ未満の粗さを有する自由面（８）を備える、請求項１０～１２のいずれか一項に記載の基板。
【請求項１４】
前記薄膜（３）の前記強誘電体材料が、$LiTaO_3$または$LiNbO_3$である、請求項１０～１３のいずれか一項に記載の基板。
【請求項１５】
前記支持体（７）が、前記薄膜（３）の側に電荷トラップ層を備える、請求項１０～１４のいずれか一項に記載の基板。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
（発明の分野）
本発明は、強誘電体材料の薄膜を準備するための方法に関する。より詳細には、本発明は、最終製品の薄膜において強誘電体材料のモノドメインの性質を維持することを可能にする準備方法に関する。この準備方法は、例えば、マイクロエレクトロニクス、マイクロメカニクス、フォトニクスなどの分野で用いられる。
【背景技術】
【０００２】
（発明の技術的背景）
前文では、強誘電体材料は、自然状態で電気分極を有する材料であり、その分極は、外部電界を印加することによって反転させられ得ることに留意されたい。「強誘電性ドメイン」は、分極が均一である（すべての双極子モーメントが所与の方向に互いに対して平行に整列している）、単一ピースの材料内の各領域を指す。したがって、強誘電体材料は、この材料が分極が均一である単一の領域によって形成されている場合には「モノドメイン」として、または強誘電体材料が異なり得る極性を有する複数の領域を備える場合には「マルチドメイン」として特徴付けられ得る。
【０００３】
様々なプロセスが、強誘電体材料の薄膜を形成するための最先端技術から知られている。このプロセスは、例えば、分子線エピタキシー、プラズマスパッタリング、レーザパルス堆積を用いた技法、またはさらには、薄膜が軽い種の注入により固体基板内に形成された脆弱ゾーン（または脆化平面）上で破砕することによって、強誘電体材料の固体基板から除去される、Ｓｍａｒｔ　Ｃｕｔ（商標）技術の適用であり得る。
【０００４】
本発明は、より詳細には、そのような方法の適用によって得られる強誘電体薄膜の準備に関し、その具体的で例示的な実施形態は、文献欧州特許第３６４６３７４号明細書に見られ得る。
【０００５】
この方法によれば、膜を除去するステップの後、膜の表面状態もしくは膜の結晶品質を改善すること、または膜の厚さを修正することを目的とした処理を膜に適用する必要があることが多い。しかしながら、本出願人は、これらの準備ステップがシリコン支持体上に転写された強誘電体薄膜に適用された場合、薄膜内に複数の強誘電性ドメインの形成をもたらし、それによってマルチドメインの性質が与えられる可能性があることを観察した。
【０００６】
このような特徴は、例えば表面弾性波デバイス（ＳＡＷ）などの薄膜上／薄膜内に形成されるデバイスの性能に影響を及ぼすため、膜を使用に適さないものにする。
【０００７】
文献国際公開第２０２０２００９８６号は、膜の表面部分における強誘電性ドメインの形成が、熱処理の適用中の薄膜内の水素濃度勾配の存在によって引き起こされることを開

示している。この水素は、特に、固体基板内に脆化ゾーンを形成し、そこで薄膜を除去することを可能にするために、固体基板内に注入される軽い種に対応し得る。薄膜のモノドメインの性質を永続的に回復させるために、この文献は、そのような熱処理の適用後に強誘電体薄膜を薄化することを推奨している。

【０００８】

この薄化は、特に膜の化学機械研磨によって達成され得るが、研磨によって材料を比較的厚く除去すると、この膜の厚さの均一性が低下する傾向がある。例として、約７００ｎｍの目標厚さを達成するために４００ｎｍ程度の厚さを除去すると、１００ｎｍ程度の厚さ均一性（すなわち、この厚さ測定が、例えば反射率測定またはエリプソメトリーによって、膜の全範囲にわたる複数の測定点で実行されたときの最大厚さと最小厚さとの差）を有する膜が形成される。この厚さのばらつきは、そのような膜から、すべての必要な特徴を有するデバイスをまとめて製造することを可能にしないため、許容できない。

【０００９】

化学機械研磨による薄化の代替形態が存在する。特に、イオンエッチング、例えば反応性イオンによるエッチング（すなわち通常採用される表現によれば「反応性イオンエッチング」のＲＩＥエッチング）によって薄い強誘電体膜を薄化することを想定することが可能である。ＲＩＥは、化学反応性イオンプラズマを使用してウェハから表面材料を除去するドライエッチングの一種である。プラズマは、電磁界によって低圧下で生成される。高エネルギープラズマイオンは、膜の表面を攻撃し、膜の表面と反応して膜の表面を粉砕し、それによって膜を徐々に薄化する。

【００１０】

したがって、文献米国特許出願公開第２０１８２６１７５６号明細書は、ＣＳＤ堆積によって約２ミクロンの厚さのＰＺＴを形成してアモルファス圧電膜を形成することを提案している。この膜を温度に曝して多結晶を形成する。次いで、膜の粗さを低減し、膜の誘電圧を改善するために、例えばＲＩＥエッチングによって５０ｎｍの厚さがエッチングされる。

【発明の概要】

【００１１】

（発明の主題）

本発明は、単結晶強誘電体材料の薄膜を薄化するために、単結晶強誘電体材料の薄膜の自由面にイオンエッチングを適用する条件を決定することを目的とする。本発明の目的は、少なくとも前述の欠点に部分的に対処する強誘電体材料の薄膜を準備するための方法を提案することである。より詳細には、本発明の目的は、脆化平面でドナー基板から剥離することによって得られる単結晶強誘電体材料の薄膜のイオンエッチングのための方法であって、この方法が、薄膜のモノドメインの性質を持続させるまたは回復する、方法を提案することである。本発明の別の目的は、ドナー基板の脆化平面で剥離することによって得られた薄膜を薄化するための方法であって、薄化方法が、モノドメインであり、かつ化学機械研磨を実施する薄化プロセスによって得られ得る厚さよりも均一な厚さを有する単結晶強誘電体材料の薄膜を形成することを可能にする、方法を提案することである。

【００１２】

（発明の簡単な説明）

これらの目的の１つを達成するために、本発明の主題は、単結晶強誘電体材料の薄膜を準備するための方法であり、方法は、以下の、

－薄膜を提供するステップであって、薄膜が、第１の自由面を露出させる、提供するステップ、

－イオンエッチングによって薄膜を薄化し、かつエッチングパラメータによって規定されたステップ、

を含む。

【００１３】

本発明によれば、提供ステップは、脆化平面を備えるドナー基板と支持基板との組付け

と、脆化平面の高さでの薄膜の剥離と、を含み、薄膜は、自由面とは反対側の、支持基板上に位置付けされた第２の面を有する。さらに、エッチングパラメータは、薄膜の自由面が薄化ステップの終了時に閾値を超えない粗さを有するように選択される。

【００１４】

本発明の他の好適かつ非限定的な特徴によれば、単独でまたは任意の技術的に実行可能な組合せで、以下が採用される。

・提供ステップが、ドナー基板内への水素イオン注入によって脆化平面を形成することを含む。

・ドナー基板が、固体材料のブロックである。

・ドナー基板が、マニピュレータ基板上に配置された強誘電体材料の厚層を含む。

・薄化ステップの後に、自由面の化学機械的タッチ研磨が続く。

・提供ステップが、薄膜の自由面をある特定のガス雰囲気に曝す熱処理ステップを含む。

・熱処理が、３００℃～薄膜を構成する強誘電体材料のキュリー温度の温度で、３０分～１０時間の期間にわたって実行される。

・熱処理が、酸化性または中性のガス雰囲気下で実行される。

・方法が、熱処理ステップと薄化ステップとの間に、自由面を平滑化して、自由面の表面粗さを粗さ閾値よりも低い値に低減するステップを含む。

・平滑化ステップが、自由面の化学機械的タッチ研磨を含む。

・粗さ閾値が、３ｎｍ～７ｎｍである。

【００１５】

別の態様によれば、本発明は、支持体上に配設された単結晶およびモノドメインの強誘電体材料の薄膜を備える基板であって、薄膜が、７００ｎｍ以下の厚さおよび６０ｎｍ以下の厚さ均一性を有する、基板に関する。

【００１６】

本発明の他の好適かつ非限定的な特徴によれば、単独でまたは任意の技術的に実行可能な組合せで、以下が採用される。

【００１７】

・基板が、薄膜と支持体との間に位置付けされたアモルファス中間層を備える。

【００１８】

・アモルファス中間層が、酸化シリコン、酸窒化シリコン、または窒化シリコンである。

【００１９】

・薄膜が、０．５ｎｍ未満の粗さを有する自由面を備える。

【００２０】

・薄膜の強誘電体材料が、ＬｉＴａＯ３またはＬｉＮｂＯ３である。

【００２１】

・薄膜の強誘電体材料が、４２°ＲＹ結晶方向を有する。

【００２２】

・支持体が、薄膜側に電荷トラップ層を備える。

【００２３】

本発明の他の特徴および利点は、添付の図を参照して、本発明の以下の詳細な説明から明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

【００２４】

【図１】図１は、第１の実施形態による薄膜提供ステップを示す。

【図２】図２は、第２の実施形態による薄膜提供ステップを示す。

【図３】図３は、本発明による準備方法を示す。

【発明を実施するための形態】

【００２５】

（詳細な説明）
以下の説明を簡単にするために、開示される方法の異なる実施形態において、同一の要素または同じ機能を実行する要素には同じ参照符号が使用されている。
【００２６】
図は概略図であり、これは、読み易くするために縮尺通りではない。特に、層の厚さは、これらの層の横方向寸法に対して縮尺通りではない。
【００２７】
層または基板に関して本明細書の残りの部分で使用される「熱膨張係数」という表現は、この層またはこの基板を画定する主平面内に画定された方向の膨張係数を指す。材料が異方性である場合、係数の保持値は最大振幅を有する値となることとなる。係数の値は、室温で測定した値である。
【００２８】
本発明は、ドナー基板１に軽い種を注入することを含む転写技法によって、単結晶ドナー基板１から支持基板７に転写された強誘電体材料で作製された薄膜３を準備する方法に関する。薄膜のこの提供ステップのいくつかの実施形態が存在する。
【００２９】
図１Ａから図１Ｄに示す第１の実施形態によれば、ドナー基板１は、強誘電体材料、例えば$LiTaO_3$、$LiNbO_3$、$LiAlO_3$、$BaTiO_3$、$PbZrTiO_3$、$KNbO_3$、$BaZrO_3$、$CaTiO_3$、$PbTiO_3$、または$KTaO_3$の固体の単結晶およびモノドメインのブロックで構成されている。ドナー基板１は、規格化されたサイズ、例えば直径１５０ｍｍまたは２００ｍｍの円形ウェハの形態をとり得る。しかしながら、本発明はこれらの寸法またはこの形状に決して限定されない。ドナー基板は、強誘電体材料のインゴットから除去されていてもよく、この除去は、ドナー基板１が所定の結晶配向を有するように実行されている。配向は、意図される用途に従って選択される。したがって、薄膜の特性を利用してＳＡＷフィルタを形成することを意図する場合、４２°ＲＹの配向を選択することが一般的な方法である。しかしながら、本発明は特定の結晶配向に決して限定されない。
【００３０】
ドナー基板１の結晶配向にかかわらず、方法は、少なくとも１つの軽い種をドナー基板１内に導入することを含む。この導入は、注入、すなわち、水素イオンおよび／またはヘリウムイオンなどの軽い種によるドナー基板１の平面４のイオン衝撃に対応し得る。
【００３１】
それ自体公知の方法で、図１Ｂに示すように、注入されるイオンの目的は、平面４の側に位置する転写される強誘電体材料の薄膜３と、基板の残りの部分を形成する別の部分５との境界を定める脆化平面２を形成することである。
【００３２】
注入される種の性質、ドーズ量、および注入エネルギーは、転写されることが意図される膜の厚さおよびドナー基板の物理化学的特性に応じて選択される。したがって、ＬｉＴａＯ３から作製されたドナー基板１の場合、３０～３００ｋｅＶのエネルギーで$1^{E}16$～$5^{E}17$ａｔ／ｃｍ^{2}の水素ドーズ量を注入することを選択して、２００～２０００ｎｍ程度で薄膜３の境界を定めることが可能となる。
【００３３】
次のステップでは、図１Ｃに示すように、ドナー基板１の平面４が支持基板７の面６に組み付けられる。支持基板７は、ドナー基板と同じ大きさ、および同じ形状であり得る。可用性およびコストの理由から、支持基板７は、単結晶または多結晶シリコンウェハである。しかしながら、より一般には、支持基板７は、任意の材料、例えばシリコン、サファイア、またはガラスで形成され得、任意の形状であり得る。
【００３４】
特定の実施形態では、支持基板は、例えば単結晶シリコンのベース基板７ｂを備え、ベース基板７ｂ上に電荷トラップ層７ａが配置されている。ベース基板７ｂは、１０００オ

ーム．ｃｍを超えるか、またはより従来的には１０００オーム．ｃｍ未満の高い抵抗率を有し得る。電荷トラップ層７ａは、それ自体知られているように、多結晶シリコンの層から形成され得、典型的には５００ｎｍ～１０ミクロンに含まれる厚さを有し得る。

【００３５】

組付けステップの前に、洗浄、ブラッシング、乾燥、もしくは研磨ステップを用いて、または例えばプラズマによる活性化を用いて、組み付けられる基板の面を準備することを想定することが可能である。

【００３６】

組付けステップは、分子接着および／または静電結合によってドナー基板１を支持基板７に密着させるように位置付けすることに対応し得る。任意選択的に、２つの基板１、７の組付けを容易にするために、特にそれらが直接結合によって組み付けられるときに、少なくとも１つのアモルファス中間層が、組付け前に、ドナー基板１の平面４上に、または支持基板７の組み付けられる平面６上に、またはその両方上に形成されてもよい。この中間層は、例えば、酸化シリコン、窒化シリコン、酸窒化シリコンで作製されている。中間層は、数ナノメートル～数ミクロンに含まれる厚さを有し得る。

【００３７】

文献国際公開第２０２０２００９８６号の教示に従い、低い水素濃度を有するか、または水素拡散に対する障壁を形成する中間層が設けられることが好ましいこととなり、したがって、薄膜と薄膜３の第２の面の側のアモルファス中間層との間の境界面におけるマルチドメインゾーンの形成が回避される。中間層は、熱酸化または窒化処理、化学的堆積（ＰＥＣＶＤ、ＬＰＣＶＤ．．．）などの最先端技術で知られている様々な技法に従って生成され得る。

【００３８】

この組付けステップの終了時に、２つの関連する基板を備える組立体が得られ、支持基板７の平面６はドナー基板１の平面４に接着している。

【００３９】

次いで、組立体が処理されて、例えば脆化平面２での劈開によって強誘電体材料の薄膜３がドナー基板１から剥離される。

【００４０】

したがって、この剥離ステップは、８０℃～３００°程度の温度範囲内で組立体に熱処理を適用して、薄膜３が支持基板７上に転写されることを可能にすることを含み得る。熱処理の代わりに、または熱処理に加えて、このステップは、脆化平面２におけるガスまたは液体流体のブレードまたはジェットの適用を含んでもよい。

【００４１】

この剥離ステップに続いて、図１Ｄに示す構造体９が得られる。この構造体９は、第１の自由面８および支持基板７上に配置された第２の面４を備える単結晶強誘電体材料の薄膜３を備える。

【００４２】

図２Ａから図２Ｄは、異成分の構造体９を生成するのに特に適した第２の実施形態を示しており、ここでは薄膜３は、例えば１０％を超える差を有する、支持体７の熱膨張係数とは非常に異なる熱膨張係数を有する。この第２の実施形態は、主に、ドナー基板１の性質が第１の実施形態と異なる。したがって、簡潔にするために、第１の実施形態とは異なるこの第２の実施形態の要素のみがここに提示され、したがって、第１の実施形態のすべての他の特徴が想定され得る。

【００４３】

図２Ａを参照すると、この場合のドナー基板１は、第１の実施形態に関連して強誘電体材料の固体ブロックについて説明した特性と同じ特性を有する強誘電体材料１ａの厚層と、マニピュレータ基板１ｂと、で構成されている。

【００４４】

マニピュレータ基板１ｂは、好適には、支持基板７を構成する熱膨張係数に近い熱膨張

係数をマニピュレータ基板１ｂに提供する材料（または複数の材料）で形成されている。「近い」とは、マニピュレータ基板１ｂの熱膨張係数と支持体の熱膨張係数との差が、強誘電体材料の固体ブロックの熱膨張と支持基板７の熱膨張との差よりも絶対値として小さいことを意味する。

【００４５】

マニピュレータ基板１ｂと支持基板とは、同一の熱膨張係数を有することが好ましい。ドナー基板１と支持体７との組付け中に、比較的高温の熱処理に耐えるのに適した構造体が形成される。実施を簡潔にするために、これは、マニピュレータ基板１ｂが支持基板７の材料と同じ材料で形成されるようにマニピュレータ基板１ｂを選択することによって得られ得る。

【００４６】

この実施形態のドナー基板１を形成するために、強誘電体材料の固体ブロックが、最初に、例えば、上述のような分子接着による結合技法または接着剤層の助けを借りて、マニピュレータ基板１ａに組み付けられる。次いで、強誘電体材料１ａの膜が、例えば、研削および／または化学機械研磨および／またはエッチングにより薄化することによって形成される。組付け前に、接触する面の一方上および／または他方上に接着層（例えば、酸化シリコンおよび／または窒化シリコンの堆積による、接着剤層、例えばポリマー）を形成するための提供が行われてもよい。組付けは、薄化の次のステップを可能にするために結合エネルギーの十分な強化を可能にする低温熱処理（例えば、５０～３００℃、典型的には１００℃）の適用を含み得る。

【００４７】

マニピュレータ基板１ｂは、支持基板７の厚さと実質的に同等の厚さを有するように選択される。薄化ステップは、厚層１ａの厚さが、プロセスの残りの部分で適用される熱処理中に発生する応力がより低い強度になるように十分に小さくなるように実行される。同時に、この厚さは、薄膜３、または複数のそのような膜を除去することができるように十分に大きい。この厚さは、例えば、５～４００ミクロンであり得る。

【００４８】

この第２の実施形態の方法の以下のステップは、第１の実施形態で説明したステップのものと同等である。図２Ｂに示すように、厚層１ａ内に軽い種を注入して脆化平面２を生成し、これは、ドナー基板１の残りの部分５からの薄膜３の分離を示す。このステップの後、図２Ｃに示すように、支持基板７上にドナー基板１を組み付けるステップが続く。次いで、図２Ｄに示す構造体９を得るために、薄膜３が基板の残りの部分５から剥離される。

【００４９】

この実施形態は、ドナー基板１および支持体７から形成された組立体が、基板のうちの１つの制御されない破砕または薄膜３のドナー基板１の層間剥離のいかなるリスクもなく、第１の実施形態で適用された温度よりもはるかに高い温度に曝され得るという点で好適である。したがって、この組立体の熱膨張係数に関してバランスのとれた構造は、組立体を比較的高い温度、例えば１００℃～５００℃に曝すことによって薄膜３を剥離するステップを容易にすることを可能にする。

【００５０】

選択された実施形態にかかわらず、および本出願の導入部で指定されているように、薄膜３を仕上げる段階は、したがって薄膜３の結晶性および表面品質を改善し、その厚さが目標厚さに一致するかまたは目標厚さに近づく薄膜３を提供するために必要である。これらの仕上げステップは、特に、ドナー基板の残りの部分からの薄膜３の劈開および剥離から生じる加工硬化された粗い表面層を排除することを目的とする。

【００５１】

文献国際公開第２０２０２００９８６号に説明されているように、最初に、転写された薄膜３に熱処理ステップが適用される。この熱処理により、薄膜３に存在する結晶欠陥を修復するか、またはさらには薄膜の自由面の粗さを低減することが可能になる。さらに、

この熱処理は、薄膜３と支持体７との間の結合を強固にするのに役立つ。熱処理により、３０分～１０時間の期間にわたって、構造体を３００℃～強誘電体材料のキュリー温度の温度にする。この熱処理は、好ましくは、薄膜３の自由面を酸化性または中性のガス雰囲気に曝すことによって、すなわち、薄膜のこの面を保護層で覆うことなく実行される。

【００５２】

曖昧さを避けるために、薄膜３の仕上げ熱処理ステップは、組み付けられた構造体に適用される破砕熱処理とは異なることが強調される。

【００５３】

本発明による方法はまた、仕上げ熱処理の後に、薄膜３を薄化するステップを含む。このステップは、特に、前の熱処理ステップ中に作り出された可能性があるマルチドメイン表面層を排除することを目的とする。また、前述のように、その厚さが目標厚さに対応する薄膜３を提供することを目的とする。この薄化は、一般的に、例えば機械的、化学機械的薄化技法による薄膜３の第１の自由面８の研磨に対応し得る。この薄化により、転写された層の厚さ、薄膜３の目標厚さ、仕上げ熱処理から表面上に存在するマルチドメインおよび／または加工硬化層の厚さに応じて、１００ｎｍ～１ミクロンの厚さを除去することになり得る。しかしながら、本出願の導入部で提示したように、このような化学機械研磨による薄化の手法は、薄膜３の均一性の特質を低下させる傾向があり、許容できない。かくして、本出願人によって実施された追加の実験は、この均一性が１００ｎｍの除去に対して約２５ｎｍ低下することを示した。

【００５４】

研磨による薄化の代替的な解決策を模索する中で、本出願人は、イオンエッチングによる薄化のこのステップを実施することを目的とした以下の実験を実施した。

【００５５】

実験サンプルは、（仕上げ熱処理を含む、今開示された方法により）シリコン基板上に転写されたタンタル酸リチウムの単結晶薄膜からなり、薄膜は薄化段階を受けていなかった。したがって、この薄膜に適用された準備方法は、熱処理ステップのみからなっていた。したがって、薄膜はマルチドメイン表面厚さを有した。マルチドメイン表面厚さは、６８０ｎｍの厚さおよび１０ｎｍＲＭＳ程度の粗さを有した。

【００５６】

このサンプル上に、各々がＣＨＦ３の反応性ガスに基づく第１のＲＩＥ　Ｐ１型イオンエッチングプロセスおよび第２のＲＩＥ　Ｐ２型イオンエッチングプロセスをそれぞれ適用した。本出願の導入部で想起されるように、ＲＩＥエッチングプロセスは、処理される表面（ここでは薄膜３の自由面８）を反応性イオンプラズマに曝すことからなる。このプラズマは、薄膜の自由面を備える材料の表面エッチングをもたらす。

【００５７】

膜の粗さに対するイオンエッチング、特にＲＩＥ型のイオンエッチングの効果は、エッチングパラメータ、特に反応性イオンのプラズマを作り出すために形成される無線周波数フィールドのパワー、反応性ガスの流量、（基板が上に載置される支持体の温度を制御することによって制御され得る）薄膜の温度、およびＲＩＥ機器の処理チャンバ内に広がる圧力に依存する。

【００５８】

サンプルに適用された第１のＲＩＥ　Ｐ１プロセスは、特に、チャンバ内に導入される反応性ガスの流量を標準条件に対して６５ｓｃｃｍ（「標準立方センチメートル毎分」より）、すなわち１．０８　１０＾－６ｍ＾３／ｓに選択することによって、薄膜の粗さを増加させる傾向があるエッチングパラメータを示した。このプロセスがサンプルに適用されて、薄膜の厚さが２００ｎｍ低減され、したがって４８０ｎｍの厚さが達成された。

【００５９】

サンプルに適用された第２のＲＩＥ　Ｐ２プロセスは、特に、チャンバ内に導入される反応性ガスの流量を標準条件下で２０ｓｃｃｍ、すなわち０．３　１０＾－６ｍ＾３／ｓに選択することによって、薄膜の粗さを低減する傾向があるエッチングパラメータを示し

た。このプロセスがサンプルに適用されて、薄膜の厚さが２００ｎｍ低減され、したがって４８０ｎｍの厚さがもたらされた。

【００６０】

以下の表は、実施した実験の最後に得られた結果を提示する。粗さは、原子間力による測定により５×５μｍのフィールドで測定されたＲＭＳ量で表されている。

【００６１】

【表１】

	薄化ステップ後の薄膜の特質
Ｐ１	マルチドメイン 粗さ：１７ｎｍ 均一性：１５．３ｎｍ
Ｐ２	モノドメイン 粗さ：２．９ｎｍ 均一性：９．９ｎｍ

【００６２】

第１のプロセスＰ１（そのエッチングパラメータは薄膜の粗さを増加させる傾向がある）の適用は、高い粗さを有する薄化された膜を得ることにつながることに留意されたい。さらに、予想されたこととは反対に、この薄膜３のモノドメインの性質は回復していない。

【００６３】

反対に、第２のプロセスＰ２（そのエッチングパラメータは薄膜の粗さを低減する傾向がある）の適用は、その粗さがはるかに小さい薄化された膜を得ることにつながるだけでなく、薄膜３のモノドメインの性質を回復させることも可能にする。

【００６４】

どちらの場合も、研磨による薄化処理を受けていないサンプルの均一性は良好な品質であることに留意されたい。

【００６５】

本発明の準備方法の性能を決して制限しないこれらの結果の可能な解釈によれば、プラズマのイオンは、粗さのピーク内に存在する圧電材料と、前記粗さが過剰であるときに圧電材料の分極特性を変更するために相互作用し、その結果、表面上にマルチドメインの厚さを作り出すかまたは維持する結果になると思われる。

【００６６】

したがって、この現象を防ぐために、薄膜の粗さを、分極特性のこの変更がトリガされる閾値未満に低減するエッチングパラメータを選択することが必要であると考えられる。

【００６７】

薄膜の初期粗さ、すなわち、薄化ステップの適用直前の薄膜の粗さが大きいほど、特に、初期粗さが粗さ閾値を超える場合、このステップの間および終了時に粗さ閾値を低減および／または超えないようにエッチングパラメータをより多く制御しなければならない。逆に、初期粗さが低いほど、特に、初期粗さが粗さ閾値よりも低い場合、エッチングパラメータはより自由に選択され得るが、薄化ステップの終了時に粗さ閾値を超えることはもたらされない。このようにして、方法は、化学機械研磨によって薄化された膜の均一性よりもはるかに優れた均一性のモノドメインの薄膜を提供することができる。

【００６８】

薄膜を構成する強誘電体材料の性質に応じて、粗さ閾値は３ｎｍ～７ｎｍ、例えば５ｎｍまたは６ｎｍであり得る。

【００６９】

したがって、本発明は、これらの結果を利用して、図３に概略的に示す薄膜３を準備するための方法を提案する。

【００７０】
したがって、準備方法は、例えば図１および図２に表された方法のうちのいずれかに従って、上記で説明したような単結晶薄膜３の提供ステップを含み、この膜の第１の自由面８は露出させられる。この提供ステップはまた、特に薄膜内に存在する水素を排出し、マルチドメインの表面厚さ（図３Ａ）の形成をもたらすことを目的とした仕上げ熱処理ステップの適用を含む。このステップの終了時に、薄膜は、原子間力測定（ＡＦＭ）によって５×５ミクロンのフィールドにわたって測定された典型的には１０ｎｍＲＭＳ程度の決定された粗さを有する。薄膜は、１０００ｎｍ以上程度の比較的厚い厚さを有する。
【００７１】
この提供ステップの後、本発明による準備方法は、典型的には７００ｎｍ以下程度の厚さの選択された層、すなわち単結晶およびモノドメインを提供することを目的とした薄化ステップを含む。
【００７２】
非常に一般的に、図３Ｂに示すように、この薄化ステップは、イオンエッチング、すなわち、薄膜の自由面８をイオン、好適には反応性イオンに曝すことによって実行される。反応性イオンは、特に、アルゴンのイオン、ＣＨＦ３のイオン、または圧電薄膜を構成する材料と化学的に反応することができる任意の他のイオンであり得る。提供された薄膜３の厚さおよび目標厚さに応じて、薄化ステップは、５０ｎｍ～９００ｎｍ程度の厚さを排除し、典型的には１００ｎｍを超える、例えば１００ｎｍ～４００ｎｍの厚さを排除することになり得る。すべての場合において、膜の均一性は、膜が化学機械研磨によって薄化された場合よりもはるかに低下されず、この厚さ均一性は、反射率測定またはエリプソメトリーによって測定される際、６０ｎｍ未満であってもよく、またはさらには３０ｎｍ未満であってもよく、さらには２０ｎｍ以下に達してもよい。
【００７３】
これを達成するために、本発明によれば、エッチングパラメータは、薄膜３の自由面８が薄化ステップの終了時に閾値を超えない粗さを有するように選択される。排除されるべき比較的大きな厚さを考慮して、粗さよりも除去速度を優先するようにエッチングパラメータを選択することがより自然であり得たことに留意されたい。
【００７４】
上記で指定されたように、イオンエッチングによる薄化ステップの「粗化」効果は、以下の、反応性ガスの流れ、反応性イオンプラズマを作り出すために形成される無線フィールド周波数のパワー、薄膜３の温度、およびエッチング機器の処理チャンバ内に広がる圧力のエッチングパラメータのうちの少なくとも１つを低減することによって低減され得る。
【００７５】
当業者は、所与の材料および薄膜３の初期表面状態について、粗さ閾値を超えることを回避しながらどのパラメータの組合せがエッチングをもたらすかを決定するために、一連の日常的な実験中にこれらのパラメータを非常に簡単に調整し得る。
【００７６】
提供ステップが十分にマスターされておらず、この粗さが薄膜の提供ごとに異なる場合、準備方法は、提供ステップと薄化ステップとの間に、測定された粗さに対してＲＩＥエッチングプロセスのエッチングパラメータを層ごとに調整するために、薄膜の粗さを測定するステップを提供してもよい。
【００７７】
特に好適な実施形態によれば、本発明の準備方法は、仕上げ熱処理ステップと薄化ステップとの間に、自由面８を平滑化して自由面８の表面粗さを比較的低い初期値、例えば１ｎｍＲＭＳ未満に低減するステップを含む。
【００７８】
例えば、平滑化ステップは、自由面８の化学機械的タッチ研磨を含む。この研磨は、薄膜の粗さを、この膜を著しく薄化することなく低減することを目的とする。この非常に表

面的な平滑化ステップは、膜の均一性に影響を及ぼさない。

【００７９】

薄膜３の自由面８の粗さが低減されると、薄化ステップの終了時に粗さ閾値を超えるリスクが低減されることにより、したがって薄膜のモノドメインの性質が回復されることにより、エッチングパラメータは、この平滑化ステップがない場合よりも自由に選択され得る。

【００８０】

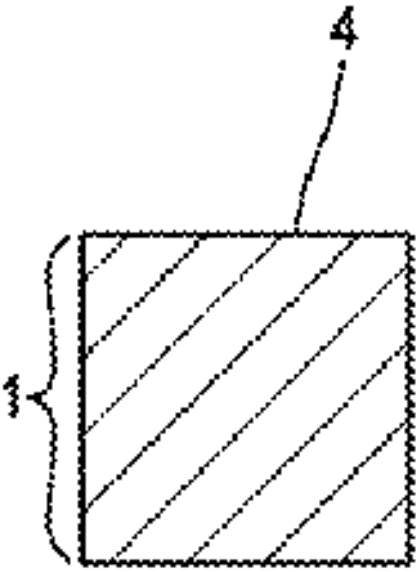
この予備の平滑化ステップが実装されるかどうかにかかわらず、薄膜を準備するための方法は、薄化ステップの後に、自由面の化学機械的タッチ研磨が続いてもよい。このステップにより、この膜の均一性に影響を与えることなく、最終的に（薄化ステップの最後にこれが得られなかった場合）５×５μｍの原子間力測定（ＡＦＭ）により例えば０．５ｎｍＲＭＳ未満の低い粗さを有するように自由面８を準備することが可能になる。

【００８１】

当然のことながら、本発明は記載された実施形態に限定されず、特許請求の範囲によって定義される本発明の範囲から逸脱することなく変形実施形態を追加することが可能である。

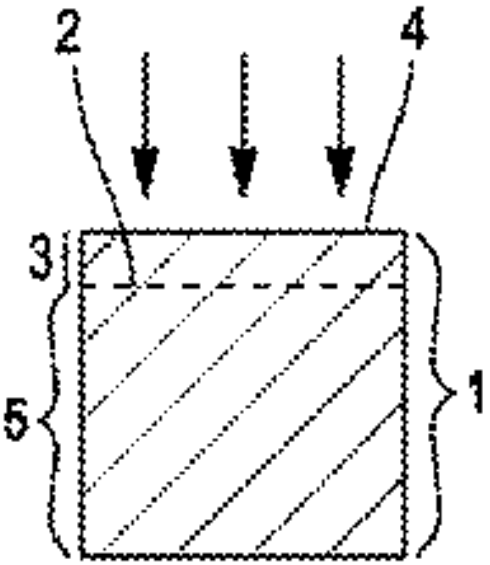
【図面】

【図１Ａ】



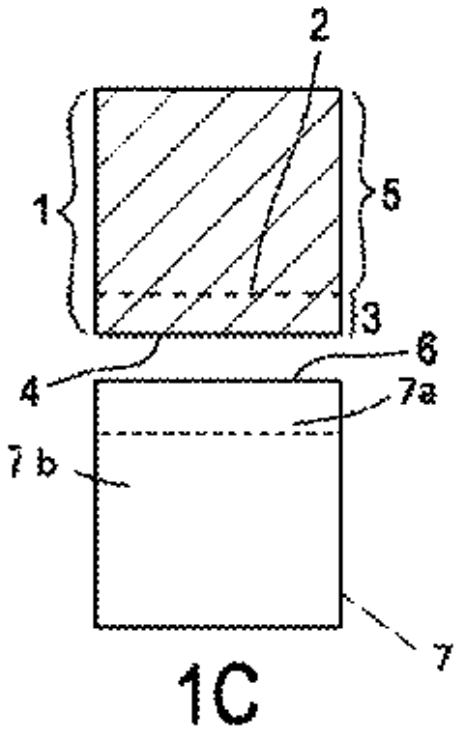
1A

【図１Ｂ】

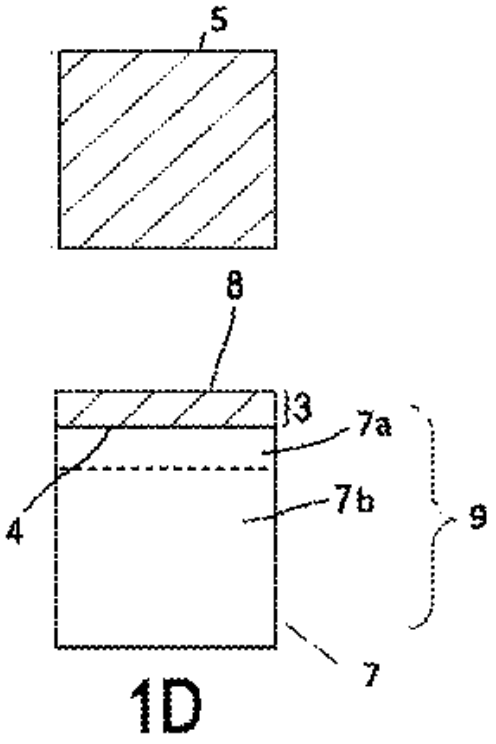


1B

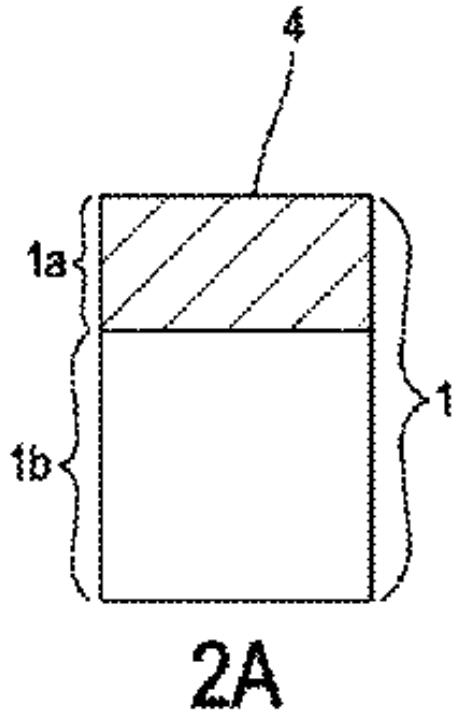
【図１Ｃ】



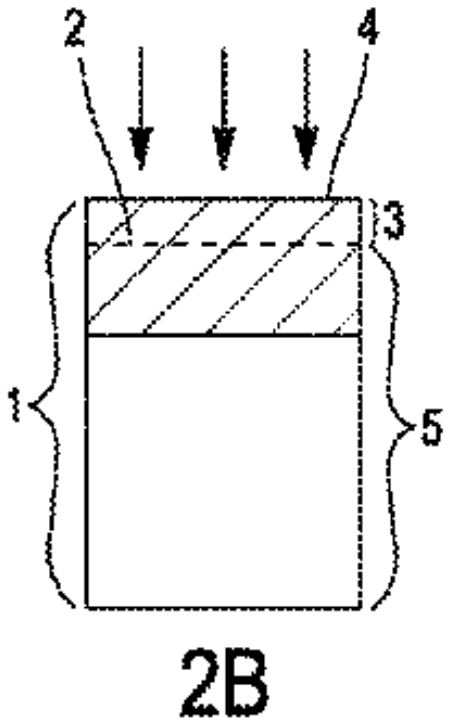
【図１Ｄ】



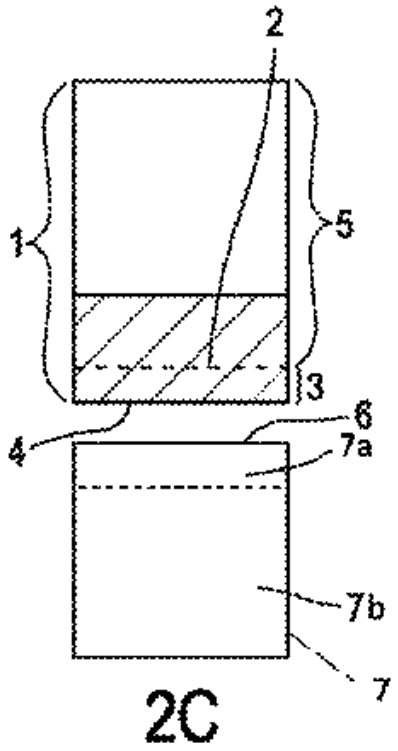
【図２Ａ】



【図２Ｂ】

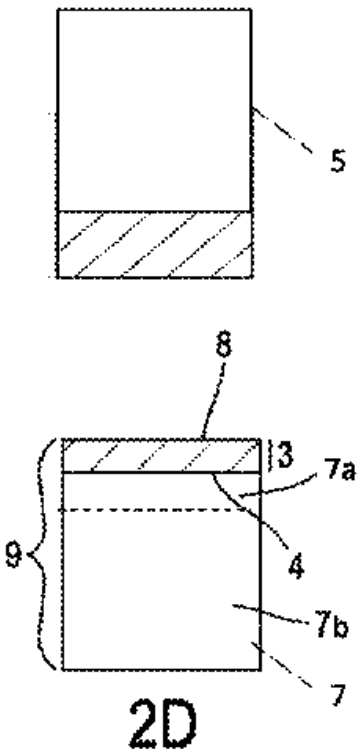


【図２Ｃ】



2C

【図２Ｄ】



2D

【図３】

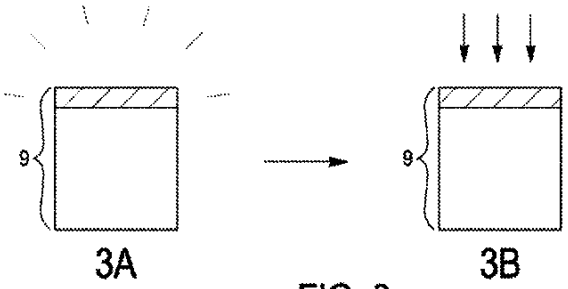


FIG. 3

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/FR2022/051837

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H10N 30/082(2023.01)i; ***H10N 30/072***(2023.01)i; ***H10N 30/853***(2023.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2018261756 A1 (AKIYAMA NORIYUKI [JP] ET AL) 13 September 2018 (2018-09-13) paragraph [0064] - paragraph [0070]; figures 3,6	1-15
A	WO 2020200986 A1 (SOITEC SILICON ON INSULATOR [FR]) 08 October 2020 (2020-10-08) cited in the application	1-15
A	US 2017170385 A1 (NAGAE TOMOKI [JP] ET AL) 15 June 2017 (2017-06-15)	1-15
A	KR 20040077327 A (IBULE PHOTONICS) 04 September 2004 (2004-09-04)	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
13 February 2023	**24 February 2023**
Name and mailing address of the ISA/EP **European Patent Office** **p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk** **Netherlands** Telephone No. **(+31-70)340-2040** Facsimile No. **(+31-70)340-3016**	Authorized officer **Koskinen, Timo** Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/FR2022/051837

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
US	2018261756	A1	13 September 2018	CN	108028310	A	11 May 2018
				EP	3340325	A1	27 June 2018
				JP	2017063080	A	30 March 2017
				US	2018261756	A1	13 September 2018
				WO	2017051681	A1	30 March 2017
WO	2020200986	A1	08 October 2020	CN	113544869	A	22 October 2021
				EP	3948966	A1	09 February 2022
				FR	3094573	A1	02 October 2020
				JP	2022528388	A	10 June 2022
				KR	20210144772	A	30 November 2021
				SG	11202110012U	A	28 October 2021
				TW	202105780	A	01 February 2021
				WO	2020200986	A1	08 October 2020
US	2017170385	A1	15 June 2017	CN	108352442	A	31 July 2018
				DE	112016000125	T5	24 May 2017
				KR	20170139489	A	19 December 2017
				TW	201728893	A	16 August 2017
				US	2017170385	A1	15 June 2017
				WO	2017047605	A1	23 March 2017
KR	20040077327	A	04 September 2004	NONE			

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (January 2015)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2022/051837

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. H10N30/082 H10N30/072 H10N30/853
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
H01L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 2018/261756 A1 (AKIYAMA NORIYUKI [JP] ET AL) 13 septembre 2018 (2018-09-13) alinéa [0064] - alinéa [0070]; figures 3,6	1-15
A	WO 2020/200986 A1 (SOITEC SILICON ON INSULATOR [FR]) 8 octobre 2020 (2020-10-08) cité dans la demande	1-15
A	US 2017/170385 A1 (NAGAE TOMOKI [JP] ET AL) 15 juin 2017 (2017-06-15)	1-15
A	KR 2004 0077327 A (IBULE PHOTONICS) 4 septembre 2004 (2004-09-04)	1-15

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée
"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
"X" document particulièrement pertinent;; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
"Y" document particulièrement pertinent;; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
13 février 2023	24/02/2023

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Koskinen, Timo

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (avril 2005)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/FR2022/051837

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2018261756 A1	13-09-2018	CN 108028310 A	11-05-2018
		EP 3340325 A1	27-06-2018
		JP 2017063080 A	30-03-2017
		US 2018261756 A1	13-09-2018
		WO 2017051681 A1	30-03-2017
WO 2020200986 A1	08-10-2020	CN 113544869 A	22-10-2021
		EP 3948966 A1	09-02-2022
		FR 3094573 A1	02-10-2020
		JP 2022528388 A	10-06-2022
		KR 20210144772 A	30-11-2021
		SG 11202110012U A	28-10-2021
		TW 202105780 A	01-02-2021
		WO 2020200986 A1	08-10-2020
US 2017170385 A1	15-06-2017	CN 108352442 A	31-07-2018
		DE 112016000125 T5	24-05-2017
		KR 20170139489 A	19-12-2017
		TW 201728893 A	16-08-2017
		US 2017170385 A1	15-06-2017
		WO 2017047605 A1	23-03-2017
KR 20040077327 A	04-09-2004	AUCUN	

Formulaire PCT/ISA/210 (annexe familles de brevets) (avril 2005)

フロントページの続き

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

弁理士　野田 雅一

(72)発明者　ベルハケミ， ジャメル

フランス共和国， ３８１９０ ベルナン， パルク テクノロジーク デ フォンテーヌ， シュマンデ フランク， ケアオブ ソイテック

(72)発明者　カウルミローネ， ラファエル

フランス共和国， ３８１９０ ベルナン， パルク テクノロジーク デ フォンテーヌ， シュマンデ フランク， ケアオブ ソイテック

(72)発明者　フエット， イザベル

フランス共和国， ３８１９０ ベルナン， パルク テクノロジーク デ フォンテーヌ， シュマンデ フランク， ケアオブ ソイテック

(72)発明者　コノンチュク， オレグ

フランス共和国， ３８１９０ ベルナン， パルク テクノロジーク デ フォンテーヌ， シュマンデ フランク， ケアオブ ソイテック

Ｆターム（参考）　4G077　AA03 BC32 BC37 FD02 FE02 FE11 FF01 FG11 FG14 HA11