

文章编号: 2095-4980(2023)10-1198-06

## 氢气退火在 UV-LIGA 制作折叠波导慢波结构中的影响

姜 琪, 谢云竹, 李兴辉, 潘 攀, 蔡 军, 冯进军

(中国电子科技集团公司第十二研究所 微波电真空器件国家级重点实验室, 北京 100015)

**摘 要:** 详细研究了利用紫外-光刻、电铸(UV-LIGA)技术制作全铜结构折叠波导各个阶段中氢气退火工艺对实验的影响。氢气退火工艺主要用于两个阶段: 第一阶段为对铜基板的烧氢处理(前期), 第二阶段为实现金属结构后对基板和铸层整体的烧氢处理(后期)。实验发现, 前期氢气退火除清洁基板、降低内应力外, 还能发生晶界迁移, 使晶粒在高温下生长趋于稳定, 利于生长与之结合更紧密的电铸层。但该处理需提前至基板抛光之前, 否则会导致平整度变差。后期氢气退火除检测全铜结构能否经受高温焊接外, 还有助于进一步去除光刻胶, 并促进基板和铸层在高温下生长为结合紧密的共同体。

**关键词:** 氢气退火; 紫外-光刻、电铸技术; 慢波结构; 折叠波导

中图分类号: TN129

文献标志码: A

doi: 10.11805/TKYDA2023206

## Research on hydrogen annealing in UV-LIGA microfabrication of folded waveguide slow wave structures

JIANG Qi, XIE Yunzhu, LI Xinghui, PAN Pan, CAI Jun, FENG Jinjun

(National Key Laboratory of Science and Technology on Vacuum Electronics, The 12th Research Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Beijing 100015, China)

**Abstract:** The effect of hydrogen annealing in each stage of the production of all-copper structure folded waveguide by Ultraviolet-Lithographie Galvanoformung Abformung(UV-LIGA) is studied in detail. The hydrogen annealing step is in two stages, the first stage is the hydrogen treatment of the copper substrate(early stage), and the second stage is the treatment of the substrate and the electroformed layer after realizing the metal structure(later stage). Experiments show that in addition to cleaning the substrate and reducing the internal stress, hydrogen annealing in the early stage also migrates grain boundaries, so that the grain growth tends to be stable at high temperatures, which is conducive to the growth of the electroformed layer with better combination. However, this treatment needs to be advanced before the substrate is polished, otherwise the flatness will deteriorate. In addition to testing whether the all-copper structure can withstand high-temperature welding, hydrogen annealing in the later stage also helps to further remove the photoresist and promotes grain growth of substrate and electroformed layer as a whole at high temperature.

**Keywords:** hydrogen annealing; Ultraviolet-Lithographie Galvanoformung Abformung; slow wave structure; folded waveguide

太赫兹辐射源一般指 0.3~3.0 THz 频率范围的辐射源<sup>[1]</sup>, 在雷达、通信、电子对抗、生化材料探测、医疗成像等领域潜力巨大。在军事领域, 340 GHz 波段行波管在太赫兹成像雷达系统中作为末级功率放大器, 是下一代武器装备的关键核心器件。作为电子注与电磁波进行能量交换的主要场所, 慢波结构的性能对行波管性能起着至关重要的决定作用<sup>[2]</sup>。太赫兹频段下, 器件尺寸减小, 对粗糙度要求更高。考虑到散热问题, 全金属结构优势明显。结合材料、加工精确度和加工粗糙度, 对于 340 GHz 及更高频段的折叠波导慢波结构, 优先选用紫外-光刻、电铸(UV-LIGA)技术制作<sup>[3-4]</sup>。UV-LIGA 工艺主要涉及光刻、微结构精密电铸、研磨抛光、半封闭通道胶膜去除, 以实现符合设计尺寸的半腔结构。最终形成的折叠波导慢波结构由两部分组成: 一部分是由铜基板构成

收稿日期: 2023-07-27; 修回日期: 2023-09-12

的波导底面；另一部分为电铸铜形成的波导侧壁。

由于铜基板在最终结构中充当半腔波导底面，同时是光刻和电铸的母材，较好的平整度及光洁度是整个工艺顺利开展的基础。先对基板进行清洗，随后在氢炉中进行退火。一般认为，此步骤可以进一步清洁基板表面，同时退火定形，消除铜基板内应力。电铸铜形成的波导侧壁、半腔结构完成后，会对高频结构再次进行烧氢退火，以提前检测全铜结构的高温表现，无鼓泡变形的样品才会最终进行高温焊接。

本文对氢气退火进行了深入分析，探究其在 UV-LIGA 工艺各阶段的影响，确认其在 UV-LIGA 工艺中的必要性，同时对氢气退火工艺提出优化建议。

## 1 实验

### 1.1 材料

本文中采用的抛光铜基板直径为 101.6 mm，厚度为 10 mm，表面粗糙度为 20 nm，平面度为 10  $\mu\text{m}$ 。

### 1.2 前期烧氢实验

铜基板在烧氢退火之前先进行丙酮超声处理，目的在于去除残留的少量抛光液及油污；之后用稀盐酸处理样品 10 s，去除表面氧化层。清洗吹干后，将基板放置在氢炉中，850  $^{\circ}\text{C}$  保温 30 min，随后自然冷却。对比样品前期只进行清洗工作不做烧氢退火处理。

### 1.3 后期烧氢实验

基板完成清洗和烧氢处理后，进行光刻、电铸、研磨抛光和去胶工艺，得到折叠波导的半腔结构。样品同样放置在氢炉中，850  $^{\circ}\text{C}$  保温 30 min，随后自然冷却。

## 2 结果与讨论

### 2.1 前期烧氢对基板的影响

烧氢工艺简单，能清除杂质气体、氧化物，释放内应力等，但过程中融入的氢会集中在工件的晶格缺陷部位，加剧晶格畸变，产生一些开裂<sup>[5]</sup>。实验发现，烧氢步骤完成后，宏观表现为基板出现了肉眼可见的晶界和裂纹，如图 1 所示。在基板上原位取 90 个点(取点方式如图 2 所示，在基板中心区域选取 9 行，行间距 10 mm，每行内等间距测量 10 个点，点间距 5 mm)，利用全自动影像测量仪 CNC Video Measuring System VMR-H3030 测量，烧氢后铜晶粒无规则长大，基板会发生微变形，使基板平面度增大至 20  $\mu\text{m}$  以上。

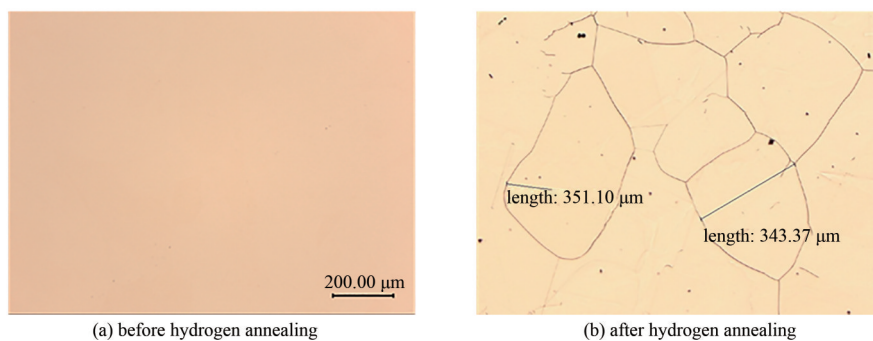


Fig.1 Surface morphology of substrates before and after hydrogen annealing  
图 1 烧氢前后基板表面形貌图

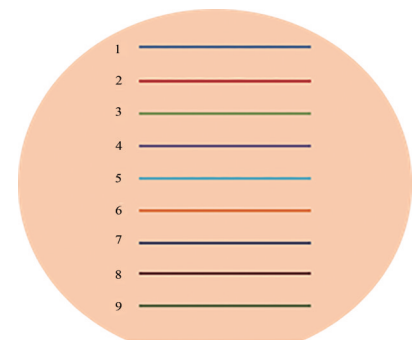


Fig.2 Schematic of substrate measurement  
图 2 基板取点示意图

平面度增大至 20  $\mu\text{m}$  以上会直接使前期 10  $\mu\text{m}$  以内的抛光结果无效，在光刻过程中增加散射效应影响精确度，最终该高度差也会直接反映在折叠波导去胶后的槽深度均匀性里。烧氢前后基板高度测量结果如图 3、图 4 所示。

### 2.2 前期烧氢对电铸层的研究

由于烧氢过程会产生裂纹和平面度变差问题，因此对烧氢的必要性进行研究。准备 A 和 B 2 个铜基板，A 基板清洗后放置在氢炉中，850  $^{\circ}\text{C}$  保温 30 min；B 为对比样品，基板只进行清洗工作但不做烧氢处理。以脉冲波为例，对 A 和 B 基板进行完全相同条件的电铸实验<sup>[6]</sup>。电铸时，平均电流密度为 6.17  $\text{mA}/\text{cm}^2$ ，占空比 20%，电铸

18 h。结果分别如图 5(a)~(b)所示, 两者均无晶枝和毛刺, 生长高度均为  $300\ \mu\text{m}$ 。但 A 样品电铸后表面晶粒尺寸明显大于 B 样品, 出现了一些基板烧氢后晶界的遗传效应。由于电铸结果依赖于基板条件, A 基板前期烧氢使得晶粒高温下生长趋于稳定, 晶界发生迁移, 进而影响电铸过程中铜铸层的生长过程。

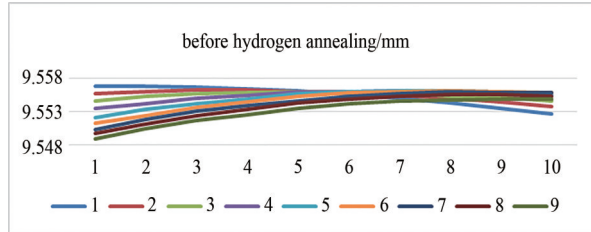


Fig.3 Height measurement of the substrate before hydrogen annealing  
图3 烧氢前基板高度测量结果

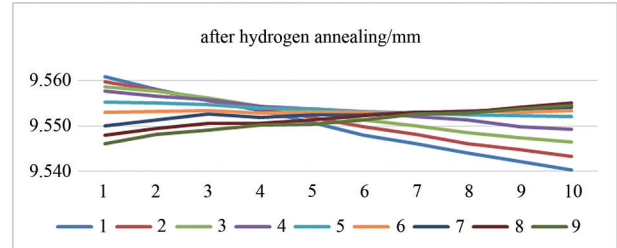


Fig.4 Height measurement of the substrate after hydrogen annealing  
图4 烧氢后基板高度测量结果

对电铸后的 A 和 B 样品进行高温退火检验, 结果分别如图 5(c)~(d)所示, 此时两者出现了显著差异, A 样品保持完好, 而 B 样品出现大量鼓泡。

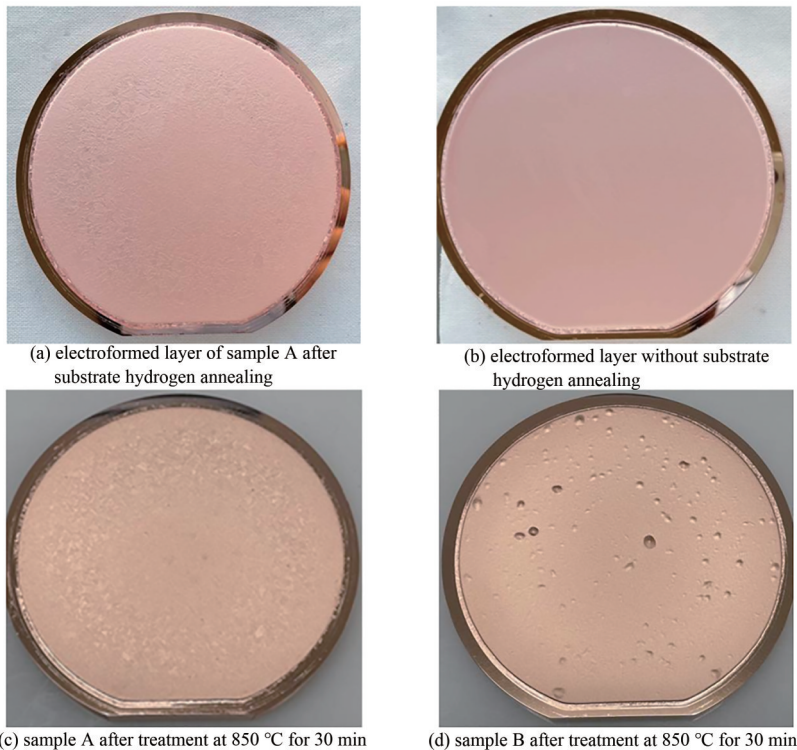


Fig.5 Effect of substrate hydrogen annealing on electroforming and high temperature  
图5 基板烧氢对电铸及耐高温检测的影响

为探究鼓泡原因, 将 A 和 B 样品进行线切割取样, 从 2 个样品中分别切下  $15\ \text{mm} \times 10\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$  小块。10 mm × 5 mm 切面如图 6(a)~(b)所示, 肉眼观察 A 样品铸层和基板无明显分界线, 而 B 样品的铸层位置存在明显分层, 鼓泡现象为铸层发生的显著形变, 铸层脱离基板向上翘曲。对 2 个样品的该切面进行侵蚀抛光, 用显微镜观察暴露出晶界后的断面。观察结果验证了基板是否退火直接影响铸层生长结构的现象。图 6(c)的铸层和基底分层不明显, 晶界之间结合紧密, 不会因为侵蚀抛光而出现孔洞或杂质; 基板未烧氢的 B 样品鼓泡, 是因为后期烧氢验证时, 基板晶粒生长、晶界迁移、内应力释放, 放大了电铸层的缺陷, 再加上两者结合不够牢固, 导致电铸铜层翘曲变形, 铸层与基板直接分层, 晶粒之间结合差, 抛光时部分晶粒脱落, 出现大量孔洞(图 6(d))。对图 6(c)~(d)样品进行平均晶粒度测试, 分别为 9.29 级和 9.9 级。结果表明, 虽然两者均属于超细晶粒度, 但基板未烧氢的铸层拥有更细小的晶粒。在铸层的沉积过程中, 电化学沉积产生的微晶体在基体金属附近外延成核, 晶格类型与基体金属一致, 随厚度增加逐步过渡到镀层固有的晶格属性<sup>[7]</sup>。因此, 这个薄层内产生的晶格扭曲变形产生了内应力。由于基板在烧氢后, 晶粒会发生无规则长大, 生长至  $200\ \mu\text{m}$  左右, 较大的晶粒则接近  $400\ \mu\text{m}$ 。在烧氢

基板上沉积的铸层晶粒会遗传一部分较大晶粒。未烧氢的基板铸层晶粒更小，但在后期烧氢验证时，基板粗晶粒长大和铸层细晶粒长大之间不平衡，加剧了应力的释放，这就解释了图 6(b)中基板和铸层交界处出现鼓泡分层的现象。

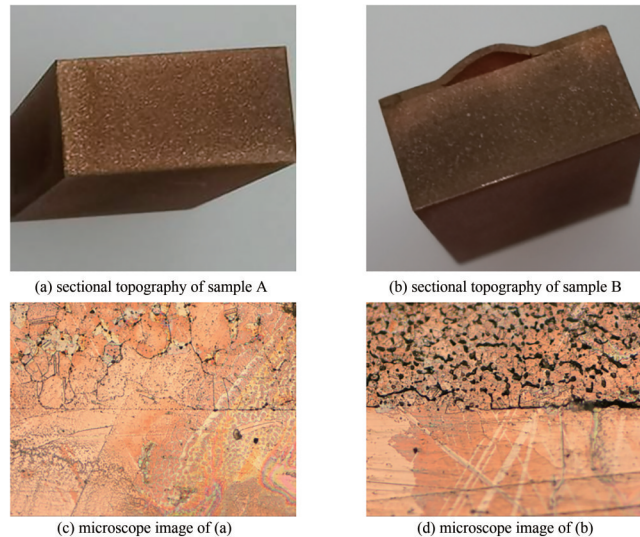


Fig.6 Cutting treatment of samples

图6 样品切割处理

对于金属基板上电铸金属的过程，除了追求晶粒小之外，还需兼顾铸层与基板的晶粒差和过渡层状态，保证两者有较好的结合性能<sup>[8-9]</sup>。因此，烧氢工艺对于后续的加工非常必要，但该工艺需要提前至基板抛光之前，否则烧氢退火过程将使最开始的抛光平整度失效。

### 2.3 后期烧氢对胶膜的影响

半封闭通道胶膜去除过程中，目前主要采用溶剂和等离子体的联合去胶形式，能去除掉95%以上的光刻胶，但半腔内无法做到绝对的干净。基板和铸层结合的位置存在少量残胶，该处的胶同时接触基板与铸层，即使是溶剂浸泡溶胀及等离子体处理，都难以去除彻底。图 7(a)~(b)分别为残胶的光学显微镜和扫描电镜(Scanning Electron Microscope, SEM)照片。烧氢的还原性处理可以进一步将空腔残胶进行碳化，去除半封闭通道中的残胶，获得更干净的半腔结构，如图 7(c)~(d)所示。

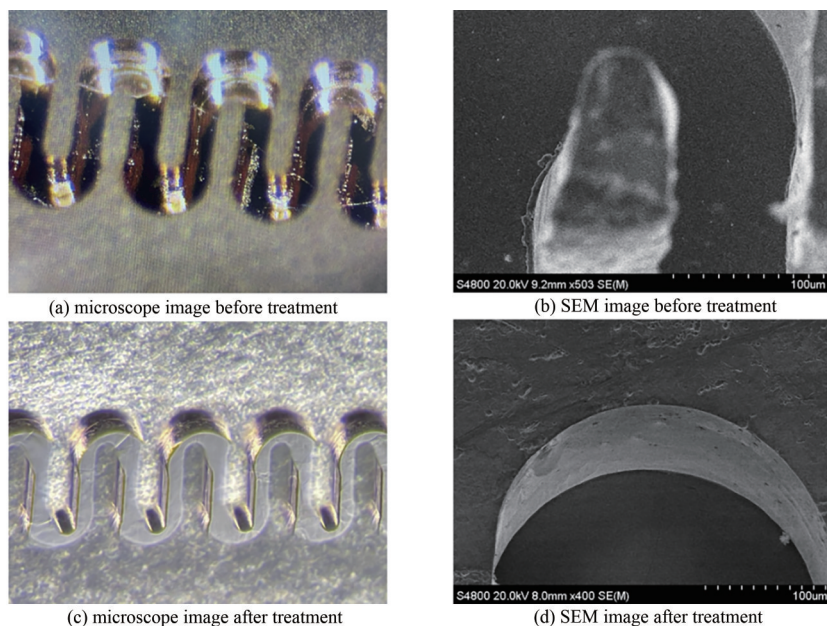


Fig.7 Effect of hydrogen annealing on photoresist in the later stage

图7 后期烧氢对胶膜的影响

### 2.4 后期烧氢对慢波结构的影响

铜基板是利用真空熔炼工艺制备的,波导结构是利用电铸工艺完成的,2种不同的加工方式注定二者生长存在差异性。基板前期烧氢,有助于电铸过程中生长结合更好的铜层,经过后期再次烧氢处理后,该过程中部分晶粒长大以及重组,促进两者进一步结合。同一样品在烧氢前后的显微形貌如图8所示。图8(a)中,半腔结构制作完成,基板的晶粒尺寸明显大于铸层晶粒尺寸,两者存在较明显的边界。经过烧氢工艺后边界明显削弱,由于高温条件下晶粒的再次生长,基板和铸层的部分晶粒生长结合为一体,这对高频结构的力学性能和热学性能是非常有利的<sup>[10]</sup>。

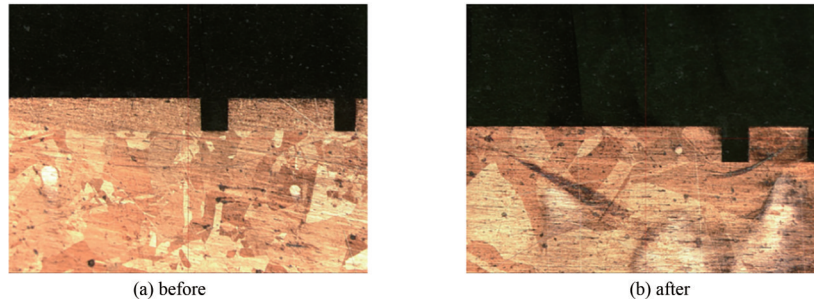


Fig.8 Effect of hydrogen annealing on slow wave structure in the later stage  
图8 后期烧氢对慢波结构的影响

## 3 结论

本文对UV-LIGA工艺制作全铜结构折叠波导中的烧氢过程进行系统研究,实验中2次烧氢的温度和时间均为850℃,保温30min。前期烧氢可使基板晶粒生长趋于稳定,利于生长结合性能好的铸层,防止出现鼓泡现象。前期基板烧氢是个必要过程,但烧氢的高温处理会加剧晶粒的生长与重排,不规则的变化会使基板平面度由10μm增大至20μm。因此,前期基板烧氢处理工艺应移至基板抛光之前,从而维持平面度,保证后续工艺的精确度。

半腔结构的后期烧氢可以进一步去除半封闭通道中的残胶,获得更干净的半腔结构。另外,将基板和铸层一起进行高温处理,有助于两者晶粒的生长结合,增强结合力。

### 参考文献:

- [1] BOOSKE J H, DOBBS R J, JOYE C D, et al. Vacuum electronic high power terahertz sources[J]. IEEE Transactions on Terahertz Science and Technology, 2011,1(1):54-75. doi:10.1109/TTHZ.2011.2151610.
- [2] BHATTACHARJEE S, BOOSKE J H, KORY C L, et al. Folded waveguide traveling-wave tube sources for terahertz radiation[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 2004,32(3):1002-1014. doi:10.1109/TPS.2004.828886.
- [3] 李含雁,冯进军. UV-LIGA技术在毫米波太赫兹器件中的应用进展[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2018,16(5):776-780. (LI Hanyan, FENG Jinjun. Progress in application and research of UV-LIGA techniques in millimeter wave and terahertz devices[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2018,16(5):776-780.) doi:10.11805/TKYDA201805.0776.
- [4] IVES R L. Microfabrication of high-frequency vacuum electron devices[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 2004,32(3):1277-1291. doi:10.1109/TPS.2004.827595.
- [5] 《电子工业生产技术手册》编委会. 电子工业生产技术手册(4):电真空器件卷[M]. 北京:国防工业出版社, 1990. (Editorial Committee of the Electronic Industry Production Technology Manual. Electronic industry production technology manual(4) volume of electric vacuum devices[M]. Beijing:National Defense Industry Press, 1990.)
- [6] 乔瑞华,浦玉萍,张永强,等. 脉冲铜沉积层织构及形貌的研究[J]. 电镀与涂饰, 2010,29(3):17-19. (QIAO Ruihua, PU Yuping, ZHANG Yongqiang, et al. Study on texture and morphology of pulse copper deposit[J]. Electroplating & Finishing, 2010,29(3):17-19.) doi:10.19289/j.1004-227x.2010.03.006.
- [7] 满红娜. 电镀层内应力的产生和消除方法[J]. 电镀与环保, 2009,29(3):17-19. (MAN Hongna. Generation and relieving method of coating internal stress[J]. Electroplating & Pollution Control, 2009,29(3):17-19.) doi:10.3969/j.issn.1000-4742.2009.03.006.

- [ 8 ] 孙书琪,王润梓,苑光健,等. 退火过程中均质和异质结构纯铜晶粒的生长[J]. 机械工程材料, 2021,45(6):62-69. (SUN Shuqi, WANG Runzi, YUAN Guangjian, et al. Growth of homogeneous and heterogeneous structural pure copper grains during annealing process[J]. Materials for Mechanical Engineering, 2021,45(6):62-69.) doi:10.11973/jxgccl202106011.
- [ 9 ] WANG Yinmin, CHEN Mingwei, ZHOU Fenghua, et al. High tensile ductility in a nanostructured metal[J]. Nature, 2002, 419 (6910):912-915. doi:10.1038/nature01133.
- [10] 刘双新,贾涓,柳德超. 退火工艺对电铸铜组织和织构的影响[J]. 热加工工艺, 2016,45(22):190-193. (LIU Shuangxin, JIA Juan, LIU Dechao. Effects of annealing process on microstructure and texture of electroforming copper[J]. Hot Working Technology, 2016,45(22):190-193.) doi:10.14158/j.cnki.1001-3814.2016.22.052.

#### 作者简介:

姜 琪(1996-), 女, 硕士, 工程师, 主要研究方向为 MEMS 工艺制作太赫兹器件. email:342445671@qq.com.

谢云竹(1992-), 女, 硕士, 工程师, 主要研究方向为微细加工.

李兴辉(1971-), 男, 博士, 研究员, 主要研究方向为微细加工、冷阴极行波管研制.

潘 攀(1986-), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为短毫米波及太赫兹真空电子器件、真空微纳电子学.

蔡 军(1978-), 男, 博士, 研究员, 博士生导师, 主要研究方向为短毫米波和太赫兹真空电子器件.

冯进军(1966-), 男, 博士, 研究员, 中国电科首席科学家, 主要研究方向为短毫米波和太赫兹真空电子器件.

(上接第 1197 页)

- [ 6 ] ZI Zhangxiong, LIU Shishuo, XIE Qingmei, et al. A 70 W 81~86 GHz E-band CW travelling wave tube[C]// 2019 International Vacuum Electronics Conference(IVEC). Busan, Korea(South):IEEE, 2019:1-2. doi:10.1109/IVEC.2019.8745285.
- [ 7 ] XIE Qingmei, LIU Shishuo, CHEN Zhaofei, et al. A high efficiency 100 W E-band continuous wave Traveling Wave Tube[J]. IEEE Electron Device Letters, 2023,44(7):1208-1211.
- [ 8 ] LI Fei, XIAO Liu, HE Jun, et al. Development of E-band continuous wave folded waveguide TWT[C]// 2021 The 22nd International Vacuum Electronics Conference(IVEC). Rotterdam, Netherlands: IEEE, 2021: 1-2. doi: 10.1109/IVEC51707.2021.9722528.
- [ 9 ] LIU Shishuo, XIE Qingmei, CHEN Zhaofei, et al. 71~76 GHz traveling wave tube amplifier for high-data-rate wireless communication[C]// 2022 International Wireless Communications and Mobile Computing(IWCMC). Dubrovnik, Croatia: IEEE, 2022:1189-1193. doi:10.1109/IWCMC55113.2022.9824649.
- [10] QU Bo, LI Zhiliang, ZHAO Shilu, et al. Design and experimental study of an E-band CW space TWT[J]. IEEE Transactions on Plasma Science, 2023,51(4):1059-1064.

#### 作者简介:

李志良(1979-), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为毫米波与太赫兹真空器件. email:lizhiliang100@163.com.

李梦园(1994-), 女, 硕士, 工程师, 主要研究方向为毫米波与太赫兹真空器件.

梁文龙(1988-), 男, 硕士, 工程师, 主要研究方向为空间行波管工艺.

梁晓峰(1982-), 男, 硕士, 研究员, 主要研究方向为毫米波空间行波管.

瞿 波(1980-), 男, 博士, 研究员, 主要研究方向为毫米波/太赫兹真空器件.