

硅-玻璃-硅阳极键合机理及力学性能

陈大明¹, 胡利方^{1,2}, 时方荣¹, 孟庆森¹

(1. 太原理工大学 新材料界面科学与工程教育部重点实验室, 太原 030024;
2. 太原理工大学 先进镁基材料山西省重点实验室, 太原 030024)

摘要: 采用两步法阳极键合技术成功实现了硅-玻璃-硅的连接。两次键合过程中, 电流特征有明显差异, 第一次键合电流先迅速增大到峰值电流, 然后迅速衰减至一较小值。受先形成 Na^+ 离子耗尽层的影响, 第二次键合电流从峰值电流衰减的过程中, 出现二次增大然后衰减的现象。利用扫描电镜对键合界面进行观察, 结果表明玻璃两侧界面均键合良好, 玻璃表面可观察到大量析出物。利用万能材料试验机对键合强度进行测试, 结果表明, 界面强度随着键合电压的升高而增大。断裂主要发生在玻璃基体内部靠近第二次键合界面一侧。

关键词: 阳极键合; 硅-玻璃-硅; 电子封装; 键合强度

中图分类号: TG 456.9 文献标识码: A doi: 10.12073/j.hjxb.2019400054

0 序 言

阳极键合, 又称为电场辅助扩散连接。自 1969 年由 Wallis^[1]首次提出以来, 经过近 50 年的发展, 该技术现已成为支撑微机电系统 (micro-electro-mechanical systems 简称 MEMS) 的关键技术之一。目前被广泛应用于微压力传感器^[2]、RF 谐振器^[3]、微加速度计^[4]、磁力仪^[5]等器件的封装。

为提高阳极键合质量, 国内外学者对阳极键合进行了深入的研究。刘翠荣等人^[6]研究了 Pyrex 玻璃与 Kovar 合金的界面微观结构, 并深入分析了其形成机制。杨启荣等人^[7]设计的新型电极可实现玻璃-硅高效高质量的连接。唐佳丽等人^[8]利用 HRTEM 和 EDS 研究 glass-Si 界面, 发现界面产物为 SiO_2 。阴旭等人^[9]制备了新型固态复合聚合物电解质, 实现了高分子材料与铝箔的键合。

近年来随着电子电路集成化程度的提高, 特别是在复杂的 MEMS 器件中, 原来的双层封装结构已不能满足产品的需求, 迫切需要开发多层晶片封装结构^[10]。秦会峰等人^[11]利用共阳极法成功实现了玻璃-铝-玻璃的连接, 但是共阳极法要求中间层必须为导体, 该方法无法实现 Si-glass-Si 结构的键合封装。文中采用两步法阳极键合技术, 实现了硅-玻璃-硅

的成功键合, 重点研究了键合过程中电流的变化规律, 键合界面结构及键合参数对力学性能的影响。

1 试验方法

阳极键合装置如图 1 所示。该装置由四部分组成: 可控直流电源系统、温控系统、定位平台和压力系统。

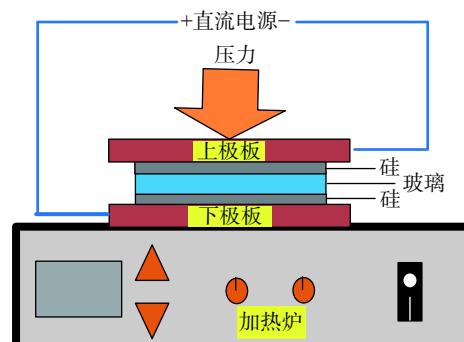


图 1 试验装置示意图
Fig. 1 Schematic of anodic bonding setup

试验所采用的材料为单面抛光的单晶硅 [11] 晶向和双面抛光的肖特 Borofloat33 玻璃, 玻璃的化学成分如表 1 所示。玻璃和硅片的厚度分别为 2 mm 和 300 μm 。玻璃和硅片分别被切成试验所需的 15 mm \times 15 mm 大小的试片。

(1) 试验开始前, 将玻璃和硅片分别置于丙酮和酒精中超声清洗 5 min, 除去材料表面的油污, 然后用热空气吹干。

表 1 肖特 Borofloat33 玻璃的化学成分 (质量分数, %)
Table 1 Material composition of the Schott Borofloat33 glass

B ₂ O ₃	Na ₂ O/K ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂
13%	4%	2%	81%

(2) 将清洗吹干后的样片按硅-玻璃-硅的顺序置于键合试验炉平台的平行板电极之间。上极板和直流电源的负极相接, 下极板和直流电源的正极相接。对样片施加一定的压力, 然后开始缓慢加热。当温度升至 400 ℃ 时保温。接通直流电源, 并记录电流曲线, 时间为 60 s。随后保温 10 min, 消除应力, 完成第一个玻璃-硅界面的键合。

(3) 第一个玻璃-硅界面键合完成后, 将电极板的正负极互换, 即上极板和电源的正极相接, 下极板和电源的负极相接。再次接通直流电源, 记录电流曲线, 时间为 60 s。保温 10 min 完成第二个玻璃-硅界面的键合。键合完成后切断电源开关和加热炉开关, 试样随炉冷却, 以避免材料由于热膨胀系数不同而产生过大的残余应力。

(4) 用砂纸打磨键合试样两侧的硅片使之粗糙化, 超声清洗吹干后, 用高强度环氧树脂胶粘在铝棒上。24 h 后, 利用长春机械科学研究院有限公司生产的 D2-20 型电子万能材料试验机对样品进行抗拉强度测试。

2 试验结果分析

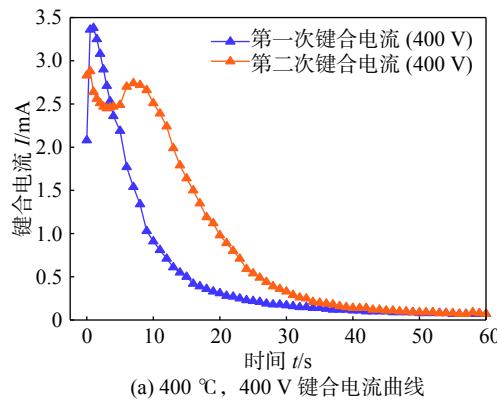
2.1 键合电压对电流的影响

图 2 为键合温度为 400 ℃, 键合电压分别为 400, 700 和 1 000 V 时键合电流随时间的变化曲线。由图 2 可以看出, 在硼硅玻璃与硅进行第一次键合时, 温度升至预定值, 接通外加电场, 键合迅速开始, 电流迅速增大到最大值后迅速衰减, 最后稳定在一极小值。在硼硅玻璃与硅进行第二次键合时, 电流迅速增大到最大值后在衰减的过程中会出现先增大后衰减的现象, 然后再次衰减至一极小值。

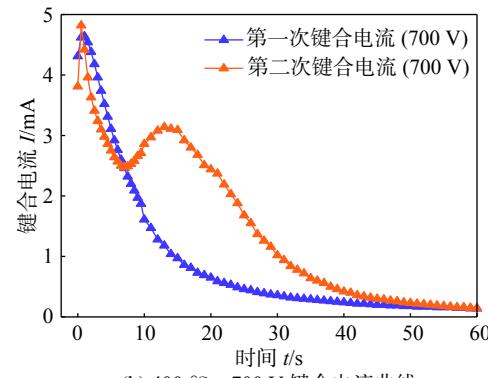
键合电压对最大电流的影响如表 2 所示。由表 2 可以看出, 键合电压对最大电流的影响较大, 且第一次键合电流峰值和第二次键合电流峰值均随键合电压的增大而增大。

2.2 微观界面形貌

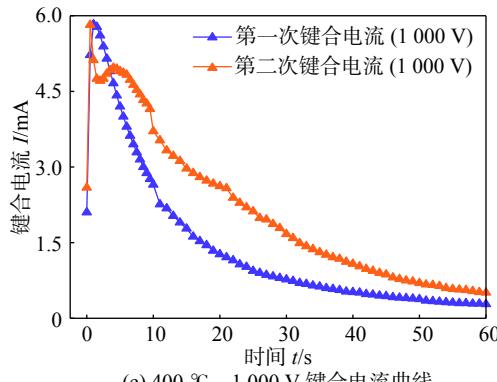
利用扫描电镜, 对原始玻璃表面形貌和第一次



(a) 400 ℃, 400 V 键合电流曲线



(b) 400 ℃, 700 V 键合电流曲线



(c) 400 ℃, 1 000 V 键合电流曲线

图 2 不同键合电压下的电流-时间曲线

Fig. 2 Graph showing current vs. time for anodic bonding at different applied voltages

表 2 键合电压对最大电流值的影响

Table 2 Influence of applied voltage on the maximum current

键合电压 U/V	键合温度 T/℃	第一次最大键合电流 I ₁ /mA	第二次最大键合电流 I ₂ /mA	键合时间 t/s
400	400	3.38	2.88	60
700	400	4.64	4.82	60
1 000	400	5.83	5.82	60

键合后玻璃表面形貌以及硅-玻璃-硅键合界面进行观察。由图 3 可观察到, 原始玻璃表面干净平整, 第一次键合后玻璃表面产生了析出物。图 4a 所示

的是 400 °C, 700 V 的键合参数下硅-玻璃-硅界面, 界面平整, 硅-玻璃-硅实现了良好键合. 进一步在高倍扫描电镜下观察, 键合界面处并没有发现气

孔, 裂纹和未键合区域, 界面完全连接成一体, 如图 4b, 4c 所示. 对不同键合电压参数下的界面进行观察, 并没有发现明显的不同.

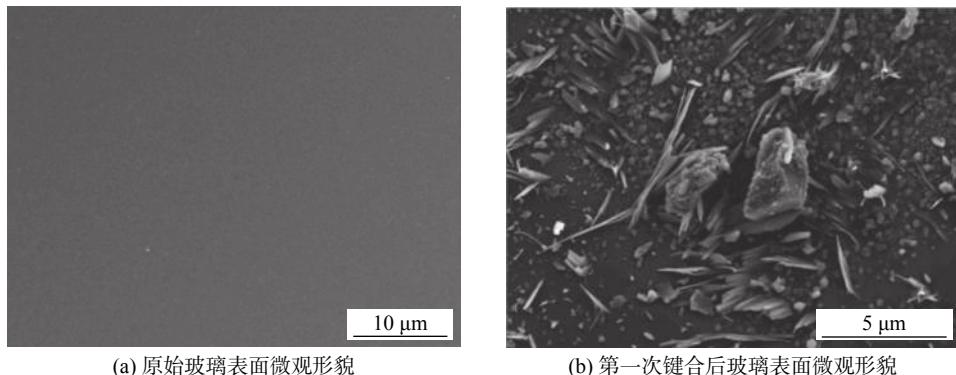


图 3 玻璃表面微观形貌
Fig. 3 SEM images of the glass surface

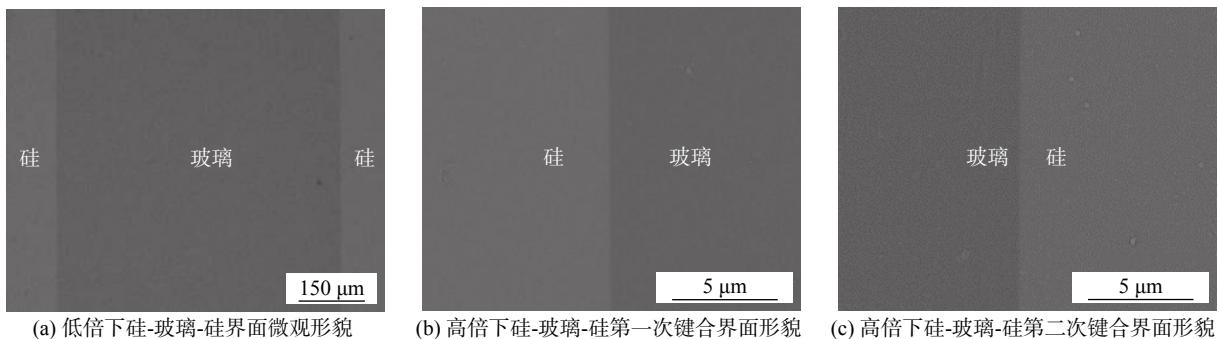


图 4 三层结构的硅-玻璃-硅界面微观形貌 (400 °C, 700 V)
Fig. 4 SEM images of interfaces of Si-glass-Si structure bonded at 400 °C, 700 V

2.3 键合电压对键合强度的影响

为了测试键合试样的强度, 对不同键合电压下的 9 个样品进行了抗拉强度测试, 研究键合电压对键合强度的影响. 试验在室温下进行, 拉伸速率为 1 mm/min. 试验结果表明, 试样的平均抗拉强度为 4.48 MPa. 尽管不同键合电压下试样的微观界面结构并没有明显的差异, 但是试样的抗拉强度随着键合电压的增大而增大, 如图 5 所示.

在试样的拉伸试验过程中, 样品主要断裂在邻近第二次键合界面一侧的玻璃内, 键合界面并未发生开裂, 表明硅-玻璃实现了良好的键合, 如图 6b 所示. 多次重复试验, 绝大多数试样仍主要沿第二次键合界面一侧的玻璃处开裂.

3 讨 论

试验利用两次阳极键合技术, 分步实现了硅-玻璃-硅的键合. 键合的第一步为玻璃和硅的两层

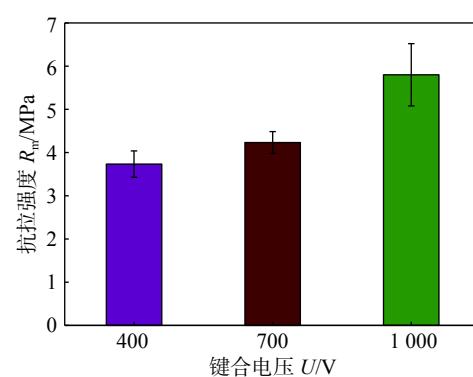


图 5 键合电压对界面强度的影响
Fig. 5 Tensile strength of the Si-glass-Si samples bonded at different voltages

键合, 当对试样施加电场后, 玻璃体中的 Na_2O 在高温和电场的作用下电离, 电离产生的 Na^+ 离子在电场力的作用下发生定向迁移, 并最终在玻璃表面析出, Na^+ 离子的迁移会在键合界面附近产生带负电的 Na^+ 离子耗尽层, 为了保持整个键合系统的电中性, 硅片表面会聚集等量的正电荷, 两者产生强大



(a) 硅-玻璃-硅拉伸试样断口宏观形貌

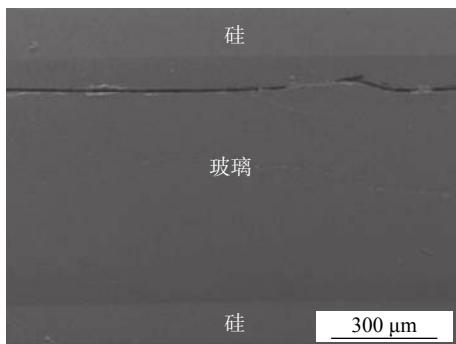


图 6 硅-玻璃-硅拉伸试样断口形貌

Fig. 6 Fracture images of bonded Si-glass-Si after tensile test

的电场力使得玻璃和硅片紧密接触, 同时使界面附近玻璃中的 O^{2-} 离子开始向硅表面移动, 并在此发生化学反应生成化合物, 实现玻璃与硅的键合^[12], 如图 7 所示。Albaugh B K 等^[13]认为 Na^+ 离子耗尽层存在高场强和低场强两个不同的区域, 在高场强区域, 玻璃中电解出来的离子都可以移动, 而在低场强区域, 只有 Na^+ 离子可以移动。键合的第二步过程为硅和两层结构的硅-玻璃的键合, 在这个过程中, 由于电场反转, 玻璃中的 Na^+ 离子会在电场力作用下重新向 Na^+ 离子耗尽层移动, 在玻璃的上表面再次形成 Na^+ 离子耗尽层, 玻璃和硅再次在电场力的作用下紧密接触, 并在此发生化学反应, 最终实现硅-玻璃-硅的键合, 如图 8 所示。

键合过程中的电流特征表明, 两次键合过程中离子迁移过程存在较大的不同。在第一次键合过程中, 当对试样施加电场后, Na^+ 离子在电场力的作用下定向迁移形成电流, 随着玻璃和硅接触面积的不断增大, 电流不断增大, 当玻璃和硅接触面积达到最大时, 电流达最大值。随着界面化合物不断增多以及 Na^+ 离子耗尽层不断变宽, 电阻不断增大, 电流减小, 最后稳定在一极小值附近。对比两次键合电流可知, 第二次键合电流在衰减过程中出现明显增

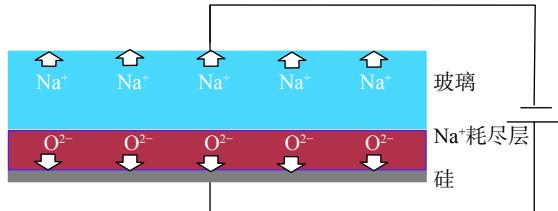


图 7 硅-玻璃阳极键合原理图

Fig. 7 Schematic of the anodic bonding mechanism of Si-glass

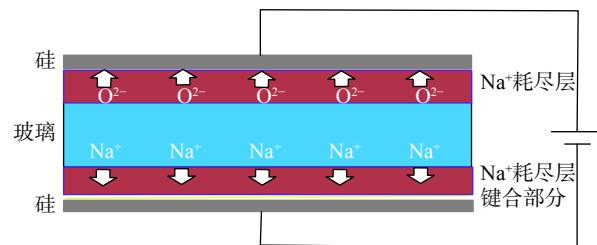


图 8 硅-玻璃-硅三层结构阳极键合原理图

Fig. 8 Schematic of the anodic bonding mechanism of Si-glass-Si

大再减小的现象。分析认为, Na^+ 离子重新向耗尽层迁移的过程中会经过低场强和高场强两个不同区域。当 Na^+ 离子运动至高场强区域时, 由于大量 Na^+ , O^{2-} 离子的迁移而留下大量空位, 这些空位的存在有利于 Na^+ 离子的迁移, Na^+ 离子的迁移速率因此加快, 宏观表现为电流在衰减的过程中会出现增大的趋势。随着界面化合物不断增多, 以及 Na^+ 离子耗尽层不断变宽, 电阻再次增大, 电流再次下降, 最后稳定在一极小值。

由于 BF33 玻璃和硅片热膨胀系数相近, 因此界面残余应力不是造成界面开裂的主要原因。断裂多数发生在第二次键合界面一侧的玻璃处, 分析认为, (1) 反向电场并没有对第一次键合生成的化合物造成破坏; (2) 第二次有效键合面积小于第一次有效键合面积。在键合过程中, Na^+ 离子在电场力作用下迁移, 并且一部分 Na^+ 离子在玻璃表面析出, 对比图 3a 和图 3b 可以看出, 生成的钠的氧化物减小了硅和玻璃的键合面积。

4 结 论

- 试验利用阳极键合技术, 分步实现了硅-玻璃-硅的成功键合, 键合界面良好, 没有观察到裂纹、未键合区域等缺陷。不同键合电压下试样界面并没有观察到明显的不同。

(2) 键合过程中的电流特征表明,第一次键合电流迅速增大到最大值后呈单调衰减的趋势,受第一次键合后形成的 Na^+ 离子耗尽层的影响,第二次键合电流在衰减过程中存在明显的波动,电流出现二次增大进而再次衰减的现象。第一次键合过程中形成的 Na^+ 离子耗尽层是能够实现三层硅-玻璃-硅结构键合的关键,且有利于第二次键合过程中 Na^+ 离子的迁移。

(3) 试样的抗拉强度随着键合电压的增大而增大。拉伸试验结果表明,断裂主要发生在玻璃基体内部靠近第二次键合界面一侧,第二次键合强度低于第一次键合强度。

参考文献:

- [1] Wallis G, Pomerantz I. Field assisted glass-metal sealing[J]. *Journal of Applied Physics*, 1969, 40(10): 3946 – 3949.
- [2] Xiong D, Cheng J, Li H, et al. Anodic bonding of glass-ceramics to stainless steel coated with intermediate SiO_2 layer[J]. *Microelectronic Engineering*, 2010, 87(9): 1741 – 1746.
- [3] Joyce R, Singh K, Varghese S, et al. Stress reduction in silicon/oxidized silicon-Pyrex glass anodic bonding for MEMS device packaging: RF switches and pressure sensors[J]. *Journal of Materials Science Materials in Electronics*, 2014, 26(1): 411 – 423.
- [4] Hsu Y W, Chen J Y, Chien H T, et al. New capacitive low-g triaxial accelerometer with low cross-axis sensitivity[J]. *Journal of Micromechanics & Microengineering*, 2010, 20(5): 477 – 480.
- [5] Gopal R. Fabrication of MEMS xylophone magnetometer by anodic bonding technique using SOI wafer[J]. Springer-Verlag, 2017, 23(1): 81 – 90.
- [6] 刘翠荣, 孟庆森, 胡立方, 等. Pyrex 玻璃与 Kovar 合金阳极键合界面微观结构及其形成机制 [J]. *焊接学报*, 2008, 29(2): 73 – 76.
- [7] Liu Cuirong, Meng Qingsen, Hu Lifang, et al. Microstructure and bonding mechanism of anodic bonded interface between Pyrex glass and Kovar alloy[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2008, 29(2): 73 – 76.
- [8] Yang C R, Wu J W, Chang L Y. Design and implementation of a novel conical electrode for fast anodic bonding[J]. *Journal of Micromechanics & Microengineering*, 2014, 24(10): 105003.
- [9] Tang J, Cai C, Ming X, et al. Morphology and stress at silicon-glass interface in anodic bonding[J]. *Applied Surface Science*, 2016, 387: 139 – 148.
- [10] Yin Xu, Liu Cuirong, Du Chao, et al. Solid electrolyte and anodic properties of the polymer Al[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2015, 136(11): 37 – 40.
- [11] Daschner R, Baur H, Pfau T. Triple stack glass-to-glass anodic bonding for optogalvanic spectroscopy cells with electrical feed-throughs[J]. *Applied Physics Letters*, 2014, 105(4): 041107 – 041107-4.
- [12] 秦会峰, 孟庆森. 玻璃/铝/玻璃三层结构阳极键合机理分析 [J]. *兵器材料科学与工程*, 2012, 35(1): 32 – 34.
- [13] Qin Huifeng, Meng Qingsen. Mechanism analysis of anodic bonding between glass/aluminum/glass layer[J]. *Ordnance Material Science and Engineering*, 2012, 35(1): 32 – 34.
- [14] 陆春意. 基于电流控制的阳极键合工艺方法及实验研究 [D]. 苏州: 苏州大学, 2015.
- [15] Albaugh K B, Rasmussen D H. Rate processes during anodic bonding[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1992, 75(75): 2644 – 2648.

第一作者简介:陈大明,男,1989年生,硕士研究生。研究方向为MEMS器件的封装。Email: chen.daming@163.com

通信作者简介:胡利方,男,博士,副教授,硕士研究生导师。Email: hulifang0727@163.com