

从双层到多层带有微结构的硅硅 直接键合技术研究

袁 星, 陶 智, 李海旺, 谭 啸, 孙加冕

(北京航空航天大学 能源与动力工程学院

航空发动机气动热力国家级重点实验室, 北京 100191)

摘 要: 通过理论分析和实验验证对多层带有微结构的硅硅直接键合技术进行了研究. 采用的硅片表面活化处理方法是亲水湿法, 采用的键合工艺流程是先将硅片在键合机中进行预键合, 再使用退火炉进行高温退火. 其中预键合参数对多层键合成功与否起到决定性的作用, 为节约实验时间, 针对 3 个主要预键合参数(温度、压力、时间)的选取进行了详细的正交实验分析. 使用项目组自制的硅硅键合分析软件对键合片的红外图像进行处理分析, 计算键合率. 采用实验得到的最佳预键合工艺参数, 多层键合的键合率达到了 86.6527%.

关 键 词: 多层键合; 预键合; 正交实验; 键合分析软件; 键合率

中图分类号: V21; TN305

文献标志码: A

Investigation of bonding with micro structures starting from double layers to multi-layers

YUAN Xing, TAO Zhi, LI Hai-wang, TAN Xiao, SUN Jia-mian

(National Key Laboratory of Science and Technology on Aero-Engine Aero-thermodynamics,
School of Energy and Power Engineering,

Beijing University of Aeronautics and Astronautics, Beijing 100191, China)

Abstract: The technique of multi-layers' direct bonding with micro structures was investigated by both theoretical analysis and experimental validation. The adopted method of chemical energy activation in silicon wafer surface was hydrophilic treatment. The adopted bonding process was to firstly pre-bond wafers in bonding machine and then carry out high temperature annealing in annealing furnace. In the process, the parameters in pre-bonding procedure decided whether the bonding could succeed eventually. The three main parameters (temperature, pressure, time) in pre-bonding procedure were elaborately analyzed using orthogonal experiments, significantly reducing the time of experiments. The infrared images of bonded wafers were analyzed by silicon-silicon bonding analysis software prepared by the research group to calculate the bonding rate. Applying the best pre-bonding process parameters concluded by experiments, the bonding rate of multi-layers reached 86.6527%.

Key words: multilayers bonding; prebonding; orthogonal experiments;
bonding analysis software; bonding rate

收稿日期: 2016-08-23

基金项目: 国家自然科学基金(51506002)

作者简介: 袁星(1981—), 男, 湖南郴州人, 讲师, 博士生, 主要从事微尺度通道流动换热研究。

微机电系统 (MEMS) 技术是在微电子技术的基础上发展起来的,它融合了微电子技术和精密机械加工等多种微加工技术,并应用了多种现代信息技术。目前,该系统已经广泛应用于航空航天、生物、化学、医药等各领域,而微型飞行器是其重要的应用领域之一。20 世纪 90 年代初,微型飞行器的概念由美国国防高级研究计划局提出,研制微型飞行器的风潮由此而生。研制微型飞行器的核心在于其动力装置,普通的微型锂电池能量密度低、续航时间短,因而不能支持微型飞行器拥有足够的载荷和飞行时间。基于此,新型的微型涡轮喷气发动机由美国麻省理工学院提出^[1],一经提出,就引起了世界范围内的广泛关注。麻省理工学院的微型发动机是由多层硅片加工而成的,其工艺的核心技术之一就是多层硅硅直接键合技术。

硅硅键合技术起步于 20 世纪 80 年代,1986 年,美国 IBM 公司的 Lasky^[2] 和日本东芝公司的 Shimbo 等^[3] 分别独立开发出硅-硅直接键合技术 (SDB)。1995 年,匈牙利的 Wiget 等^[4] 使用〈111〉硅片进行键合实验,随后在其上加工出了高质量的 PIN 二极管 (positive-intrinsic-negative diode)。1999 年, Gan^[5] 系统总结了硅硅键合技术的已有研究,并展望了其未来的发展方向。2001 年,美国麻省理工学院 (MIT) 的 London 等^[6] 使用了 6 片 4 英寸 (101.6 mm) 的双面抛光硅片进行键合实验,制造出微型高压火箭发动机。国内对硅硅直接

键合技术的研究起步较晚,特别是多层硅硅直接键合技术未有深入报道。在 20 世纪 80 年代末,东南大学首次展开了对硅硅直接键合深入的研究^[7]。2009 年,华中科技大学阮传植利用氧等离子、乙二醇和紫外光照等辅助键合方法实现了 3 层硅硅直接键合,但键合面积较小^[8]。2011 年,聂磊等对硅圆片多层直接键合工艺进行了研究,实现了 3 层不带结构的硅片直接键合,但结果不理想^[9]。2011 年,东南大学康兴华加工了简单的多层硅硅结构,但其不涉及对准问题^[10]。总的来说,目前要已有的多层键合研究键合率不高,尤其是带有微结构的硅片,键合效果很差。为实现微型航空动力装置的批量化生产制造,带有微结构的高键合率多层硅硅直接键合技术必须突破,是本文的主要研究对象。

1 实验方案

本实验采用的硅片为 4 英寸 (101.6 mm), 双抛,〈100〉晶向,电阻率 $20 \sim 40 \Omega \cdot \text{m}$, P 型掺杂硅,其他物理性质如表 1。表 1 中 4 个指标代表着机械切割、研磨后硅片制造精度和加工水平。翘曲程度和弯曲程度越大,在键合时需要施加更大或者更长时间的力,键合更加困难,所以双抛硅片比单抛硅片更加难以直接键合。同时,国内和国外硅片加工精度有很大区别,国外加工精度高,表 1 中为国产一般硅片加工精度。

表 1 硅片物性参数

Table 1 Physical property parameters of silicon wafer

类型	总厚度偏差/ μm	总计指示读数/ μm	弯曲程度/ μm	翘曲程度/ μm	表面粗糙度/ nm
单抛硅片	≤ 7	≤ 3	≤ 15	≤ 15	≤ 1
双抛硅片	≤ 15	≤ 7	≤ 25	≤ 25	≤ 1

本文从双层硅硅直接键合展开研究,首先通过不断改善清洗活化工艺和设计预键合的正交化实验,实现双层硅硅直接键合,其中从正交化实验中确定合适的预键合参数,为多层键合打下基础。最后,运用合理的加工工艺流程和参数,实现硅硅多层键合 (图 1)。

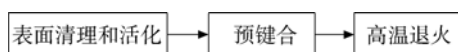


图 1 硅硅键合的主要工艺流程

Fig. 1 Major technological process of Si-Si bonding

1.1 表面清洗和活化

硅硅键合的表面清洗和活化方法分为亲水处理和疏水处理两种,其中亲水处理工艺较为简单,因此本文使用亲水处理方法,其湿法处理步骤为:

1) 丙酮超声清洗 3 min, 去离子水清洗, 氮气吹干。

2) 120 °C 硫酸双氧水混合 (SPM) 溶液 ($\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_2\text{O}_2 = 3 : 1$) 处理 10 min, 水槽清洗 2 次, 去离子水清洗, 氮气吹干。

3) 70 °C 氨水双氧水混合 (RCA1) 溶液 ($\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 = 1 : 1$) 处理 15 min, 水槽清洗,

去离子水清洗,氮气吹干。

1.2 正交化实验

多层键合本质上是基于双层键合的多次键合,首先掌握双层键合的加工步骤和参数是进行多层键合的必要途径,所以为了找到预键合工艺的最佳参数,本文首先设计了1组双层正交化实验方案。影响预键合效果的3个主要因素是温度、压力、时间。除与实验指标相关的因素外,还需要设置1个验证因素用于验证实验的准确性。因此设计正交实验使用的因素为:键合压力、键合温度、键合时间和验证因素共4个因素。每个因素设置3个水平,键合压力为1400,1500,1600 N;键合温度为250,300,350℃;键合时间为15,20,25 min;验证因素为水平1、水平2、水平3。

由此因素数和水平数从而决定选择 $L_9(3^4)$ 的正交表,此正交表示意图如图2所示。

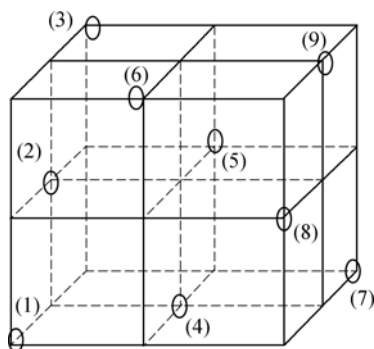


图2 实验点示意图

Fig. 2 Schematic diagram of experiment points

如图2,标有实验号的9个圆圈内的点就是利用正交表 $L_9(3^4)$ 从27个实验点中挑选出来的9个实验点。从图中可以看到,9个实验点在优选区中分布是均衡的,在立方体的每个平面上都恰有3个实验点,在立方体的每条线上也恰有一个实验点。9个实验点均衡地分布于整个立方体内,有很强的代表性,能够比较全面的反应优选区内的基本情况,这样就使得实验次数大大减少^[11]。在设计正交表时,往往需要新增1个水平数,这个水平数在物理上没有意义,但是其具有数学上的计算意义,该水平数在一定程度上表征了其正交化实验可信度的程度。

1.3 键合质量检测

键合质量检测是硅硅键合研究中的关键技术之一。Malshe, Butler 等^[12-13]均在硅硅键合的研究中对键合质量检测技术投入了很大精力,目前

该技术已发展出了X光照射、红外透射、超声检测等多种方法。

本文选用的红外透射法操作简便,成本较低,是检测键合质量的常用方法。红外透射法是通过在硅片上照射均匀的红外光,在红外 CCD (charge coupled device) 相机下观察硅片透射情况,从而得到硅片键合情况。本文选用的双抛硅片(电阻率 $20 \sim 40 \Omega \cdot \text{m}$) 可以通过波长大于 $1.1 \mu\text{m}$ 的红外光。

如图3^[14]所示,如果在两硅片的键合界面有未能键合成功的部分,就会使光线发生2次反射产生相干光,而后经过 CCD 相机拍照,在图片上就会有干涉条纹出现。若未键合区域较小,红外图片上此区域就会出现牛顿环;若未键合区域的空隙较大,导致红外光,反映在红外照片上此处显示为黑色,因此,通过硅片的红外透射图像就可以检测到硅片键合界面的空洞分布和键合质量。

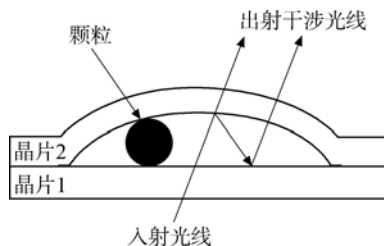


图3 硅片未键合区域光线反射图^[14]

Fig. 3 Sketch of light reflection in unbonded area of silicon wafers^[14]

硅片键合质量检测装置由光源部分、CCD 摄像系统和数据采集系统以及硅硅键合图像分析软件4大部分组成。工作步骤为将待测试的硅片夹持在光源与 CCD 摄像机之间,光源与 CCD 摄像机高度位置均可调,从而可以得到最佳的拍摄角度,通过计算机上安装的 CCD 摄像机软件界面调整焦距,得到最佳的红外照片,照片通过数据采集线存储在计算机里。

光源的选择是实验准备的第1个关键点,备选的光源种类主要有两种:LED 阵列和白炽灯。本文采用的是容易得到的白炽灯。为了使得白炽灯射出的光均匀化,必须使用扩散均匀板(光学级导光亚克力板)来进行散光处理。它是由经过高精度挤压法的粒料制作而成,而此种粒料是在 PM-MA (polymethyl methacrylate) 单体中加入纳米级全氟化半透明晶体反应而成的。光线透过颗粒的缝隙从而得到均匀化。通过测试实验发现扩散

均光板的均光效果良好,同时可以适当减小白炽灯的光强,是理想的均光工具. CCD 摄像机部分和数据采集部分使用的是 Flir 品牌的机型号为 SC7700MF/3(MCT)红外 CCD 摄像机,自带温度采集处理软件. 将摄像机处理好的红外照片导入自制的能够进行硅硅键合图像分析的键合率分析软件,进行进一步的软件分析,软件界面如图 4 所示.

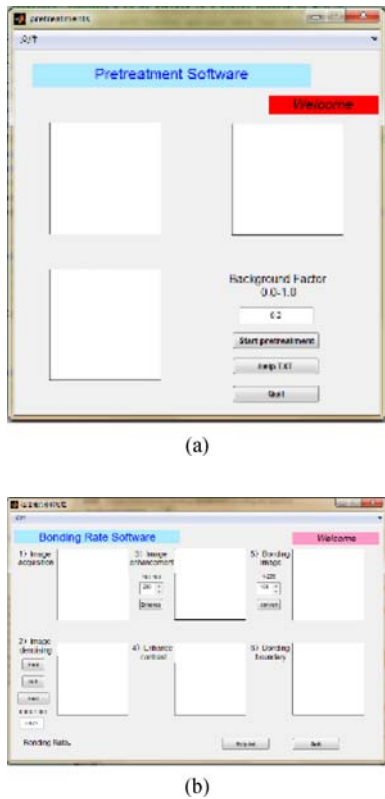


图 4 硅硅键合图像分析软件界面
Fig. 4 Interface of Si-Si bonding analysis software

该软件主要利用的是小波去噪的原理,在软件中有 4 个主要参数,分别为:背景影响因子、去噪阈值、增强因子及键合阈值. 这几个参数对于最后确定硅硅键合效果,也就是键合率大小的有着一定影响. 为保证实验可信度和可比性,在保证图像清晰的前提下,前 3 个因子均取同一的实验经验参数. 最后一个键合阈值对于键合率影响较大,不同的图像对于阈值的敏感度不同,对于其值的选取本文采取了平均的办法进行分析. 其主要原理为:软件最终会出现一个边界轮廓提取的结果图,通过观察,可以发现不同的键合阈值对应着不同的边界轮廓清晰度. 本文认为,只有清晰的接近真实图像的轮廓才是具有分析价值的,所以在最后分析数据时会将不真实的图像删去,即忽略其对应的键合率结果.

2 实验结果及分析

2.1 正交化实验

正交实验完成后,将获得的键合界面红外照片分别使用硅硅键合软件处理计算键合率,去噪硬阈值设置为 0.667,加强阈值设置为 110. 在设置键合阈值时,针对每一个图像,在不失真的情况下,选取了合适的键合阈值范围,得到了该图像的键合率范围. 由软件分析结果可知,键合率和键合阈值是呈线性关系的,所以确定了键合阈值范围以后,获得的键合率可以取平均值来表征其键合效果. 具体结果如表 2.

验证因素由于并没有直接参与实验,因此不应该对实验指标产生影响. 验证因素在数学意义上可以由表 2 的取值看出,每 1 组水平因素底下

表 2 正交实验的硅硅键合软件分析结果
Table 2 Analysis result of orthogonal experiments by Si-Si bonding analysis software

实验序号/因素	温度/℃	压力/N	时间/min	验证因素	键合率/%
1	250	1 400	15	水平 1	19.636 5
2	250	1 500	20	水平 2	52.227 9
3	250	1 600	25	水平 3	45.335 2
4	300	1 400	20	水平 3	37.362 6
5	300	1 500	25	水平 1	80.438 2
6	300	1 600	15	水平 2	49.473 5
7	350	1 400	25	水平 2	35.756 7
8	350	1 500	15	水平 3	56.146 6
9	350	1 600	20	水平 1	42.288 6

3组水平的值将9个的实验点分别取到,比如水平1中3组数据:(250,1400,15),(300,1500,25)及(350,1600,20).这3组依次选取了9个实验点,数学上对3组数据其做平均,在实际意义上认为是对整个正交数据做平均,如果水平1、水平2、水平3中3组平均值相近,则认为整体数据围绕着9个实验点没有太大的偏差,数据是可信的.由上表数据知,验证因素的水平1、水平2、水平3的平均键合率分别为47.4544%,45.8194%和46.2815%,即验证因素的3个水平的平均键合率差别很小,证明验证因素几乎对键合率没有影响,这说明正交实验结果较准确,可以信任正交实验其他3个因素的实验结果.

极差越大,则该因素的变化造成越多的键合率变化,即表示该因素的水平变化对实验指标的影响越大.根据得到的实验数据,压力因素的极差最大,温度因素的极差次之,时间因素的极差最小,由此可知各因素影响键合率的主次顺序为:压力>温度>时间.压力对键合率的影响最大,为主要因素.时间对键合率的影响最小,为不重要因素.

根据各因素各水平的平均值确定优水平,进而选出优组合(图5).对于预键合温度,键合率与其为非单调变化关系,在300℃时键合率最高,350℃时次之,250℃时最低;对于预键合压力,键合率与其为非单调变化关系,在1500N时键合率最高,1600N时次之,1400N时最低;对于预键合时间,键合率与其为单调变化关系,随着时间的增长,键合率升高,15min最低,在25min达到最高.因此,由实验结果得知,在当前实验条件下,优选组合是使用300℃预键合温度,1500N预键合压力,25min预键合时间,在这样的实验因素水平下可以得到最高的键合率.虽然由实验结果知,预键合时间越长,键合率越高,但由于预键合时间是不重要因素,且键合率80%已经是可以接受的结果,为了控制工艺时间,本文仍取25min为最佳预键合时间.

2.2 多层带有微结构的硅硅直接键合

根据上文提到的清洗和表面活化工序,对3层双抛硅片进行同样处理.将其中两硅片逐一放入键合机中,采用正交实验获得的最佳参数进行预键合,之后等待预键合完成,再将第3片硅片放入键合机中,与前两片硅片进行预键合.等待3片硅片预键合完成,尽快将其放入退火炉中进行退火,退火时间为18h(图6).退火完成后,利用红外热像仪进行拍摄,所得结果图如图7所示.

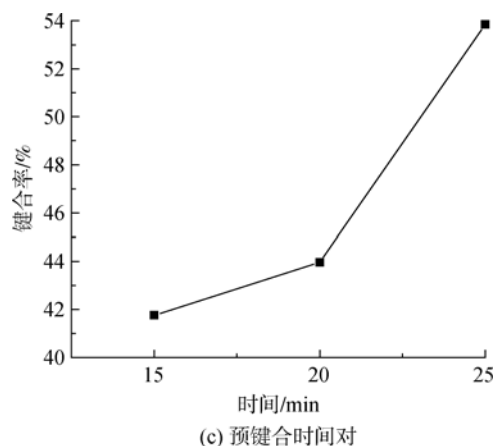
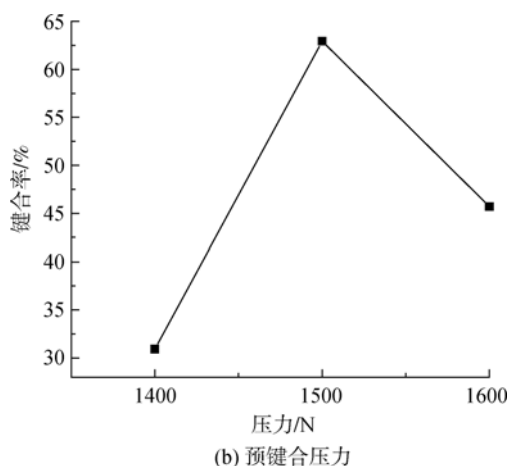
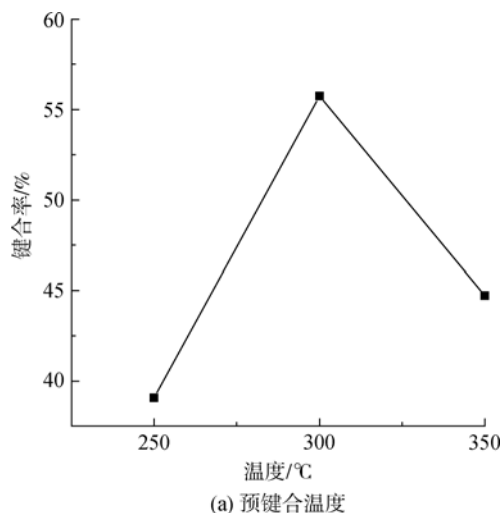


图5 各因素对键合率的影响

Fig. 5 Bonding ratio influenced by all the factors

在键合过程中,最上和最下层均为带微小结构的硅片,利用键合机可以实现其结构的对准,对准示意图和对准后的红外结果图如图8所示,可以从图中看出对准结果非常好.

通过红外探测^[15]和小波分析^[16-17]相结合的办法,经过硅硅键合分析之后,键合率达到了86.6527%.分析结果图如图9所示.

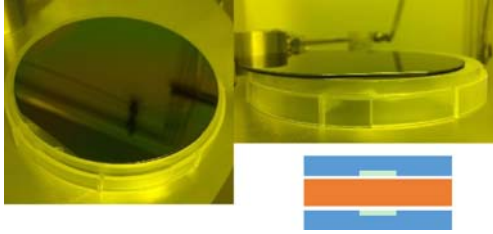


图 6 实物图和键合模型示意图

Fig. 6 Real photos of multilayer bonding and the schematic of bonding model

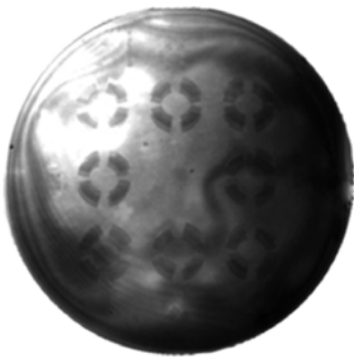


图 7 多层键合红外图像

Fig. 7 Infrared image of multilayer bonding



图 8 多层标记对准示意图

Fig. 8 Sketch of alignment of multilayer bonding

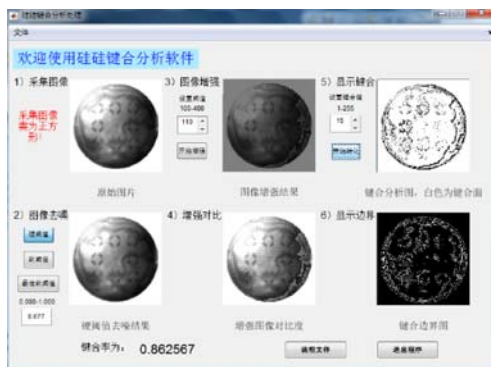


图 9 多层键合的软件处理结果

Fig. 9 Result of software processing of multilayer bonding

图 9 中的结果很明显地显示出了多层键合的键合边界,同样也将键合率表示了出来.对比于国内其他研究多层键合的结果来说,该如软件非常直观地表示出键合的好坏,并且将键合效果量化,具体和文献[8-10]中多层键合的键合率比较结果如图 10 所示.

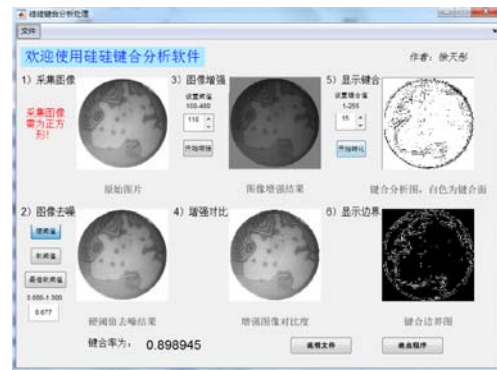
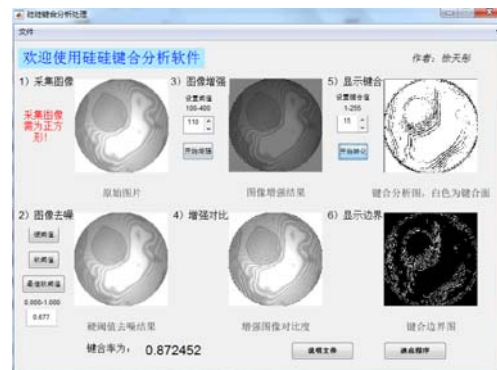
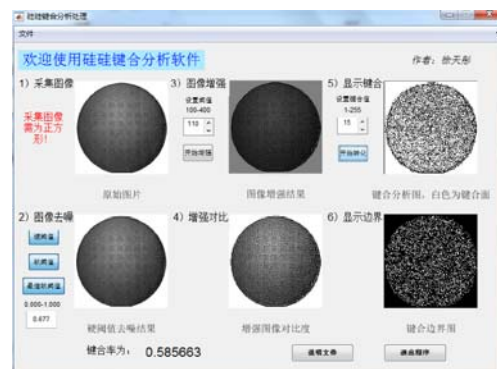
(a) 阮植植多层键合结果^[8](b) 聂磊多层键合结果^[9](c) 康兴华多层键合结果^[10]

图 10 国内其他研究人员多层键合效果对比图

Fig. 10 Comparison images of multilayer bonding compared with other researchers

从图 10 中可以看到,国内 3 个成功实现多层键合的结果中,前两个键合率在 87% 和 89%,这个结果和本文结果接近.第 3 个结果的键合率只

有58%。前两个的多层键合的硅片均为不带结构的硅片,由于其硅片不涉及到光刻、深刻蚀、清洗等可能污染硅片的工艺,所以多层键合相对容易,键合率较高。但是第3个结果表明,经过一系列的工艺处理后,多层键合变得困难,而本文经过改进工艺,是带结构多层键合能够达到与不带结构多层键合相当的键合效果。

3 结 论

本文通过正交化实验方法确定了最佳预键合方案,利用一定的数学分析和自制的红外分析软件,得到了300℃预键合温度、1500N预键合压力、25min预键合时间的最佳预键合参数。其中,压力对键合率的影响最大,为主要因素。时间对键合率的影响最小,为不重要因素。

通过寻找到最佳双层键合工艺规范,实现了多层带有微结构的硅硅直接键合。其红外拍摄结果良好,键合率达到了86.6527%。这个结果表明,虽然带结构的多层键合难度远高于无结构的多层键合,但通过改进工艺,本文实现了高键合率的带结构多层键合,键合率与国内已有的无结构多层键合研究相近,远高于已有的带结构多层键合研究。

参考文献:

- [1] Epstein A H, Senturia S D, Al-Midani O, et al. Micro-heat engines, gas turbines, and rocket engines the mit micro-engine project[R]. [s. n.]: AIAA Fluid Dynamics Conference, 1997.
- [2] Lasky J B. Wafer bonding for silicon-on-insulator technologies[J]. Applied Physics Letters, 1986, 48(1): 78-80.
- [3] Shimbo M, Furukawa K, Fukuda K, et al. Silicon-to-silicon direct bonding method[J]. Journal of Applied Physics, 1986, 60(8): 2987-2989.
- [4] Wiget R, Peczs B, Burte E P. Silicon direct bonding(SDB): a substrate material for electronic devices[J]. International Conference on Power Electronics and Drive Systems, 1995, 81(6): 629-642.
- [5] Gan Q. Surface activation enhanced low temperature silicon wafer bonding[D]. Durham: Duke University, 2000.
- [6] London A P, Ayón A A, Epstein A H, et al. Microfabrication of a high pressure bipropellant rocket engine[J]. Sensors and Actuators A Physical, 2001, 92(1/2/3): 351-357.
- [7] 孙国梁. 硅片直接键合制备 SOI 及高压器件的研究[J]. 固体电子学研究进展, 1988, 8(4): 700-702.
SUN Guoliang. Research on silicon direct bonding to fabricate SOI and high pressure device[J]. Research and Development of Solid-State Electronics, 1988, 8(4): 700-702. (in Chinese)
- [8] 阮传植. 多层硅硅直接键合实验研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2009.
RUAN Chuanzhi. Experimental research on multi-layer silicon-silicon direct bonding[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2009. (in Chinese)
- [9] 聂磊, 钟毓宁, 张业鹏, 等. 硅圆片多层直接键合工艺研究[J]. 半导体光电, 2011, 32(6): 800-802.
NIE Lei, ZHONG Yuning, ZHANG Yepeng, et al. Research on multi-layer silicon wafer direct bonding process[J]. Semiconductor Photoelectricity, 2011, 32(6): 800-802. (in Chinese)
- [10] 康兴华. 多层硅直接键合技术的研究[D]. 南京: 东南大学, 2011.
KANG Xinghua. Research on multi-layer silicon direct bonding technology[D]. Nanjing: Southeast University, 2011. (in Chinese)
- [11] 董如何, 肖必华, 方永水. 正交试验设计的理论分析方法及应用[J]. 安徽建筑大学学报, 2004, 12(6): 103-106.
DONG Ruhe, XIAO Bihua, FANG Yongshui. Theoretical analytical method and application of orthogonal experimental design[J]. Journal of Anhui Architecture University, 2004, 12(6): 103-106. (in Chinese)
- [12] Malshe A P, O'Neal C, Singh S B, et al. Challenges in the packaging of MEMS[J]. International Journal of Microcircuits and Electronic Packaging, 1999, 22(3): 233-241.
- [13] Butler J T, Bright V M, Comtois J H. Advanced multichip module packaging of microelectromechanical systems[J]. International Conference on Solid State Sensors and Actuators, 1997, 1(1): 261-264.
- [14] 周平. 硅片直接键合测量技术研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2007.
ZHOU Ping. Measuring technique research on silicon wafer direct bonding[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2007. (in Chinese)
- [15] Wei Y, Shi Z, Yu H. An automatic target detection algorithm based on wavelet analysis for infrared image small target in background of sea and sky[J]. Proceedings of SPIE: International Society for Optical Engineering, 2003, 5082(1): 123-131.
- [16] Wei Y, Shi Z, Yu H. Wavelet analysis based detection algorithm for infrared image small target in background of sea and sky[J]. International Symposium on Image and Signal Processing and Analysis, 2003, 1(1): 23-28.
- [17] Feng Z, Qi-Shuang M A. Research on infrared image non-linear enhancement algorithm based on wavelet analysis[J]. Laser and Infrared, 2010, 40(3): 315-318.

(编辑: 叶 青)