

基于干湿法活化相结合的硅-硅低温键合

王凌云*, 王 申, 陈丹儿, 梁楚尉, 周如海, 蔡建法, 杜晓辉

(厦门大学物理与机电工程学院, 福建 厦门 361005)

摘要: 针对传统的硅片低温键合方法, 提出了一种将湿法活化与等离子体干法活化相结合的硅片直接键合方法. 通过工艺参数实验得到了在等离子体活化时间为 90 s、预键合施加负载为 1 500 N 时可以实现较好的键合. 之后进行了此法与干法活化和湿法活化的对比实验, 结果表明此法在获得较高键合强度的同时可以明显减少采用干法时在退火后空洞的产生, 满足后续工艺的使用要求. 最后用干湿结合的方法实现了带腔体硅片的键合, 弥补了湿法活化在硅片键合上的运用限制.

关键词: 微机电系统(MEMS); 低温键合; 直接键合; 等离子体活化

中图分类号: TN 305

文献标志码: A

文章编号: 0438-0479(2013)02-0165-07

硅片低温直接键合是一种无需任何黏合剂和外加电场, 只需将 2 片表面光洁平整的晶片经过一定处理后在一定温度和压力下接触即可实现硅片键合的技术, 其灵活性和方便性使其在绝缘体上硅(SOI)结构、微机电系统(MEMS)器件以及高亮度发光二极管(LEDs)等研究领域有着广泛的应用. 目前发展的低温键合法主要有以下几种: 1) 表面活化低温键合(surface activated bonding, SAB)^[1]: 利用离子的撞击作用破坏硅晶圆表面原有化学键的连接, 并形成新的化学键达到键合的目的; 2) 真空键合^[2]: 让 2 片硅晶圆在真空中进行预键合, 实现在较低的退火温度下达到所需的键合强度, 完成键合; 3) 中间介质键合^[3-4]: 通过在两硅晶圆表面涂布一层低熔点的介质, 以较低退火温度达到所需的键合强度, 实现键合; 4) 湿法活化低温键合^[5]: 是利用不同溶液的化学作用在硅晶圆表面增加悬浮键, 以增加硅晶圆表面的活化能实现键合. 其中, 真空键合要求真空环境, 成本太高, 而中间介质键合不适用于气密性要求良好的封装以及高温环境下. 因此当前的低温键合技术主要集中在表面活化低温键合以及湿法活化低温键合上, 但是这 2 种方法在某些场合下也存在着一定的不足. 例如当用等离子体

(O₂、N₂、Ar 等)表面活化的方法在室温下对硅晶圆进行活化处理键合时, 其键合强度往往较低, 不能满足后续制备工艺要求, 要提高其键合强度往往需要在 200~400 °C 条件下进行长时间退火, 但随着退火时间和键合强度的增加, 键合界面将会出现大量的空洞^[6].

对于湿法活化低温键合, 其在带有可动结构层的硅片键合上运用受限. 通常在一个已经经过前道工艺处理的硅晶圆上, 其表面会有一些结构层, 有些结构层甚至是可动的, 这种类型的硅晶圆则在键合时通常应尽量避免采用湿法处理. 例如悬臂梁在溶液中就会发生粘附效应. 对于此种键合, 目前主要采用等离子体干法活化来处理, 但此法对未进行过任何加工工艺的硅晶圆表面会造成一定的损伤, 并且由于 2 个硅晶圆都采用等离子体干法活化处理, 键合面的水分子层非常少, 这样在 2 个硅晶圆预接触的过程中就缺少了水分子之间的吸引力, 不利于取得良好的键合效果.

对此, 本文提出了一种将湿法活化与等离子体(O₂、N₂、Ar 等)干法活化方法相结合的方法来实现硅晶圆的键合. 首先利用键合机制分析了此方法的原理, 并通过实验得到了此法的工艺参数, 然后将此法与单用干法和单用湿法的方法进行了实验对比, 最后实现了带腔体硅晶圆的良好键合.

1 低温键合机制的模型分析

1.1 化学机制

对于硅晶圆的低温键合, 虽然方法各异, 但其目的

收稿日期: 2012-10-20

基金项目: 航空科学基金项目(20110868001); 惯性技术航空科技

重点实验室资助项目

* 通信作者: rabbitwangly@yahoo.com.cn

都是要在硅晶圆表面产生活跃的化学基团,也就是表面活化,使得当硅晶圆彼此靠近时可以发生缩合等反应而产生相互吸引的力实现键合.不同的表面活化方法产生的活化基团种类不尽相同,数量各异,由此生成的化学键强度差异明显,键合强度也就不同.

湿法活化分为亲水性活化处理和疏水性活化处理.其中亲水性活化是通过特殊溶液处理,在硅晶圆表面产生浓度较高的一OH基团.当2个在室温下吸附有较高浓度一OH基团的硅晶圆相互靠近时,由于范德华力和偶极子力的作用,2片硅晶圆会相互结合在一起.温度升高时,2片硅晶圆吸附的一OH基团会发生脱水缩合反应,形成很强的共价键,使硅晶圆牢固的贴合在一起,其化学反应方程式为:



在实际硅晶圆的亲水键合过程中,因为硅醇键(Si—OH)极易与空气中的水分子结合,因此实际的键合界面通常是通过几个水分子的氢键连接而结合的^[7],当温度升高时,发生脱水缩合作用,最终形成Si—O—Si共价键,如图1所示.

干法活化是利用高能粒子在外加电场的作用下高速撞击硅晶圆表面,并且在紫外辉光射频的作用下,使得硅晶圆表面的Si—O键和Si—H键断裂^[8],经过一系列反应形成了极易断裂的Si—O—Si键以及大量的悬挂一OH基团.当2片硅晶圆片相互靠近时,表面的一OH就会发生脱水缩合反应,形成很强的共价键,从而将2片硅片牢固地结合在一起.

从上面的分析可以看出,亲水湿法活化与干法活化最终都是利用表面的一OH基团产生缩合反应实现键合的,因此当键合的硅片1片用亲水湿法处理,另1片用干法处理时,可以同样通过一OH基团的缩合反应实现键合,综合湿法和干法键合的共同优点.

从键合的化学机制可以得出,硅片表面的一OH基团数量将是键合强度和量的一个重要影响因素,而它与干法和湿法采取的工艺参数有关.等离子体活

化时间的长短影响表面—OH基团的数量,活化时间越长基团越多,但过长时间的高能粒子轰击硅晶圆表面也将增大表面粗糙度^[9],对键合产生不利影响^[10].湿法活化处理溶液的不同也会对表面基团数产生影响,本文采用在文献中已经被证实具有良好活化效果RCA-1溶液^[11]进行湿法活化,因而没有对其进行专门的讨论.

1.2 物理机制

对于键合用的硅晶圆都要经过抛光处理,表面波度和表面粗糙度过大将使硅晶圆无法键合或键合后产生空洞^[10].然而对于商业硅晶圆,即使经过非常细致的机械化学抛光(CMP),其表面也存在着一定的起伏,阻碍了其直接接触.图2是利用原子力显微镜(AFM)扫描得到的硅表面形貌图.可以看出表面存在明显的凹凸起伏,呈现出波峰波谷,当2片硅晶圆表面相接处时,波峰会首先接触.由图可知,硅晶圆键合问题可以被认为是两粗糙表面接触的典型问题.

利用赫兹接触理论^[12]以及高斯分布建立接触模型,最小单位模型等效示意图见图3.对于一个单独的接触峰,假定其曲率半径为 R .硅片预键合时,通常会施加一个外力 F_E ,在此力的作用下,单峰与平整表面接触后将产生一个压缩变形 ω ,以扩大键合发生缩合反应的接触面积,并由此产生一个弹性接触应力 P_L .同时2个接触的硅晶圆表面因键合反应的发生还会受到表面吸附力 F_C 的作用,其作用方向与外部负载力 F_E 的作用方向相同.在预键合过程中,上述3种力之间存在如下平衡关系:

$$F_C + F_E = P_L. \quad (1)$$

根据赫兹弹性接触理论,接触区域面积 A_c 和接触应力 P_L 可以表示为:

$$A_c = \pi \omega R = \pi a^2, \quad (2)$$

$$P_L = \frac{4}{3} E \omega^{\frac{3}{2}} R^{\frac{1}{2}} (\omega < \omega_c), \quad (3)$$

其中 a 为接触面积半径, E 为等效弹性模量.由式(2)

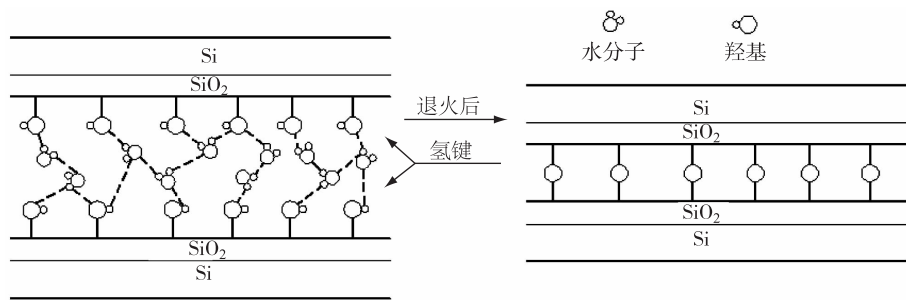


图1 硅晶圆亲水键合机理

Fig. 1 Silicon wafer hydrophilic bonding mechanism

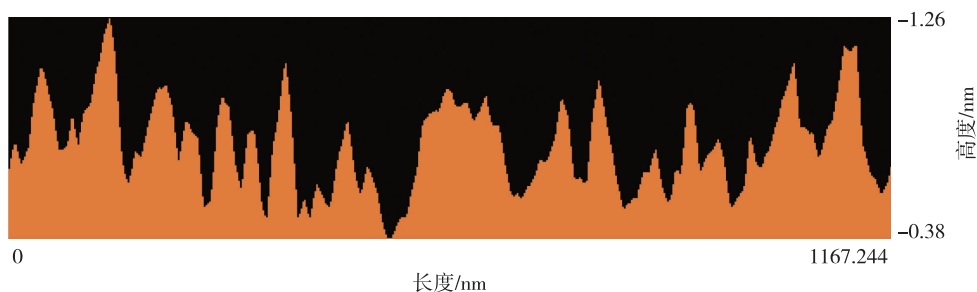


图2 硅晶圆表面形态 AFM 测试图

Fig. 2 The AFM test of silicon wafer surface morphology

可以看出接触区域面积 A_c 受晶圆的变形量 ω 的影响,而变形量 ω 和外作用力 F_E 直接正相关,所以 A_c 受影响于 F_E . F_C 的大小主要与晶圆表面的活化效果以及实际接触发生缩合反应的面积 A_c 有关,于是 F_C 通过 A_c 也会受 F_E 的影响,且在活化效果一定时 F_E 越大, A_c 越大, F_C 也相应越大. 从式(3)可以看出, P_L 受 ω 控制,也就是会受 F_E 影响, F_E 越大, P_L 就越大. 也就是说,外力 F_E 将影响 F_C 以及 P_L 的大小,从而对键合质量的好坏起着重要的作用.

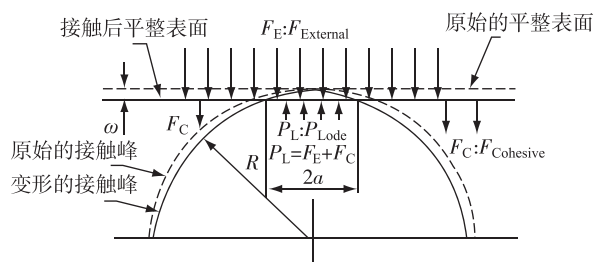


图3 硅晶圆接触变形过程模型

Fig. 3 Process analysis of silicon wafer contact deformation

正式键合时,若要实现硅晶圆的自发键合, F_C 应大于 P_L . 在键合晶圆表面活化效果一定和表面粗糙度达到要求且一定的情形下,键合质量的好坏就与外作用力的大小直接相关. 增大预键合压力可以增大接触区域面积 A_c , 有助于使原来峰峰接触处周围未键合上的地方因为发生形变而接触吸合, F_C 得以增大,但同时接触应力 P_L 也会随之增加,因此需要找到合适的预键合压力以提高键合质量. 另外,当表面粗糙度增大时,接触峰增多,使得发生基团缩合的实际接触面积 A_c 变小,从而 F_C 变小,对键合不利,为此要控制键合表面的粗糙度.

2 低温键合实验

考虑到实验的多次和重复性,为节约成本,实验中

采用4寸硅晶圆的划片进行键合. 4寸硅晶圆为双面抛光的P型(110)晶向圆片,其厚度为 $(525 \pm 20) \mu\text{m}$,电阻率为 $10 \sim 20 \Omega \cdot \text{cm}$,粗糙度均方根(RMS)值约为 0.2 nm ($10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ 区域),将其划成若干片 $1.7 \text{ cm} \times 1.7 \text{ cm}$ 的小正方形. 为避免经过划片处理后硅晶圆边缘处可能产生的翘曲对键合的影响,实验中同一组别的以及相互键合的2片硅晶圆来自同一批次的划片处理,且2片的翘曲方向保持相背.

整个工艺流程主要分为4步,即清洗、活化、预键合和退火. 键合后的质量表征从2个方面来检测,即键合强度和空洞数量. 实验中对于键合强度的表征用直拉法进行测量,运用电子万能试验机进行拉力测试,记录拉力值大小. 空洞数量的表征用光学检测法,利用红外检测系统拍摄硅晶圆键合前后的红外透射界面图,在有空洞的地方会产生光圈,可以利用得到的图像计算光圈面积得出键合率.

为了得到干湿结合方法较好的键合质量,需要对其工艺参数进行实验研究. 对于等离子体活化时间这一关键参数,本文取30片硅晶圆($1.7 \text{ cm} \times 1.7 \text{ cm}$)分为15组,将其中15片采用RCA-1溶液进行湿法活化处理,另外15片在400 W下进行等离子体活化处理,并且等离子活化时间按3组一个参数分别为70,80,90,100,110 s,在相同的条件下键合后,进行键合质量的表征. 这里在键合前还先对样品表面进行了AFM检测,观察粗糙度的变化,以说明等离子体活化时间对表面粗糙度的影响. 对预键合压力的考察,同样取30片硅晶圆($1.7 \text{ cm} \times 1.7 \text{ cm}$)分为15组,在键合机中完成15组硅晶圆的预键合,键合施加的负载按3组一个参数从1400 N以100 N为一个梯度递增至1800 N,其他条件相同,完成后对键合质量进行表征.

为了体现干湿结合的方法和单用干法以及单用湿法键合之间的区别,进行了他们三者之间的对比实验. 将18片硅晶圆($1.7 \text{ cm} \times 1.7 \text{ cm}$)分为9组,每3组采

用上述一种方法,所有实验等离子体活化时间均为 90 s,预键合时施加的负载均为 1 500 N,将预键合好的硅晶圆进行退火处理,退火温度为 400 °C,升温速率为 10 °C/min,在氮气氛围下保温 2 h. 退火前后进行红外观察,退火后进行拉伸强度测试.

最后为了验证干湿结合的方法可用于带有可动结构硅晶圆密封键合,又进行了带有腔体的键合实验. 为了节约成本,这里将没有腔体的硅晶圆模拟为带有活动结构的硅晶圆与另一个带有腔体的硅晶圆进行真空键合实验,其中带有腔体的硅片采取湿法活化处理,没有腔体的硅片采取等离子体活化得到,用已获得的工艺参数进行实验.

3 结果与讨论

3.1 工艺参数实验

采用干湿结合的方法,等离子体活化时间对键合质量的影响趋势如图 4,5 所示. 可以看出硅圆片的键合率和键合强度随等离子体活化时间的增加先增加后减小,在 90 s 时达到最大值. 这是由于活化时间较小时,随着活化时间的增加,硅晶圆表面—OH 基团不断增多,发生缩合反应产生的吸附能力不断增强,键合质量得以不断提升. 而当活化时间超过 90 s 时,尽管经过等离子体活化的硅晶圆表面—OH 基团数量增多,但是过长时间的高能粒子轰击硅晶圆表面增大了其表面粗糙度,使得它与未经过等离子体活化的硅晶圆表面粗糙度之间差别变大,从而导致键合效果不佳,键合率和键合强度不断减弱. 图 6 是 AFM 检测下活化时间分别是 70,90,110 s 时样品表面形貌图照片,从图中可以明显看出,随着活化时间的增加,样品表面出现的“峰”和“谷”明显增多,表面越来越凹凸不平,表明表面的粗糙程度越来越大. 图 7 是通过 AFM 检测中表面粗糙度 RMS 值定量描述的粗糙程度随活化时间增大的变化情况,图中趋势表明,在 70 s 以后其表面粗糙度是随活化时间的增加而不断增大的.

预键合压力对键合质量的影响研究结果如图 8,9 所示,可以看出键合率和键合强度随着预键合压力的增大而先增大后减小,在 1 500 N 时达到最大值. 在压力较小时,因接触区域面积 A_c 较小,导致键合吸附力 F_c 过小,键合率和键合强度不高;当压力过大超过 1 600 N 时,由变形产生的接触应力急剧增大,超过了压力的增大速率,过大的接触应力阻碍了键合,导致键合质量迅速下降. 在中间 1 500 N 时,达到一个折中点,可以实现良好的键合质量.

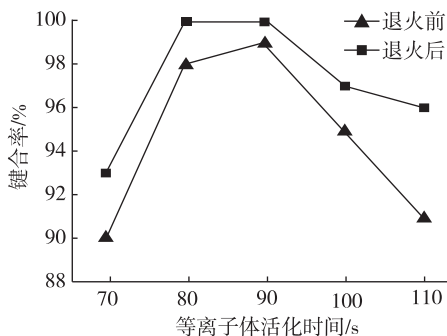


图 4 等离子体活化时间对键合率的影响

Fig. 4 Plasma activation time's influence to bonding rate

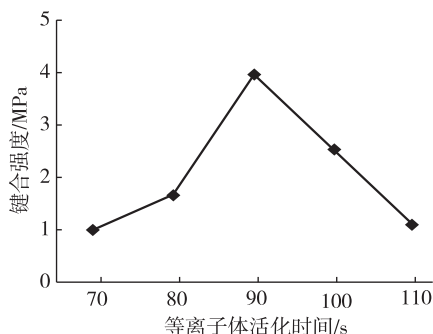


图 5 等离子体活化时间对键合强度的影响

Fig. 5 Plasma activation time's influence to bonding strength

3.2 干湿活化方法与其他活化法的实验对比

3 种方法键合后硅片的红外图和拉伸测试结果分别如图 10,11 所示. 可以看出,采用等离子体活化的方法在经过退火后虽然强度提高了,但由红外图可以看出退火后产生了明显的空洞,键合率大大降低. 湿法活化的方法可以实现较高的键合率,空洞较小,但从拉伸断面图可以看出其断裂处大多位于键合处,拉伸强度也过小. 对于干湿结合的方法,从红外图中可以看出退火前后硅圆片的键合率都在 95% 以上,退火后基本上没有空洞的产生. 并且其拉伸强度也接近于采用等离子体活化方法退火后的强度,达到了 3.75 MPa,拉伸断面图显示的断裂面也发生在非键合区域,可以满足后续的一般加工工艺要求.

3.3 带腔体硅片的真空键合实验

键合实验结果如图 12 所示. 图中退火前键合率为 28%,退火后键合率为 99%,实现了用干湿结合的方法完成带腔体硅片的良好键合. 此实验结果中硅片在退火后键合率有了一个巨大的提升,这是因为在采用湿法活化与等离子体干法活化的方法中,表面能不会太高,键合过程中产生的水分子在键合界面运动的阻

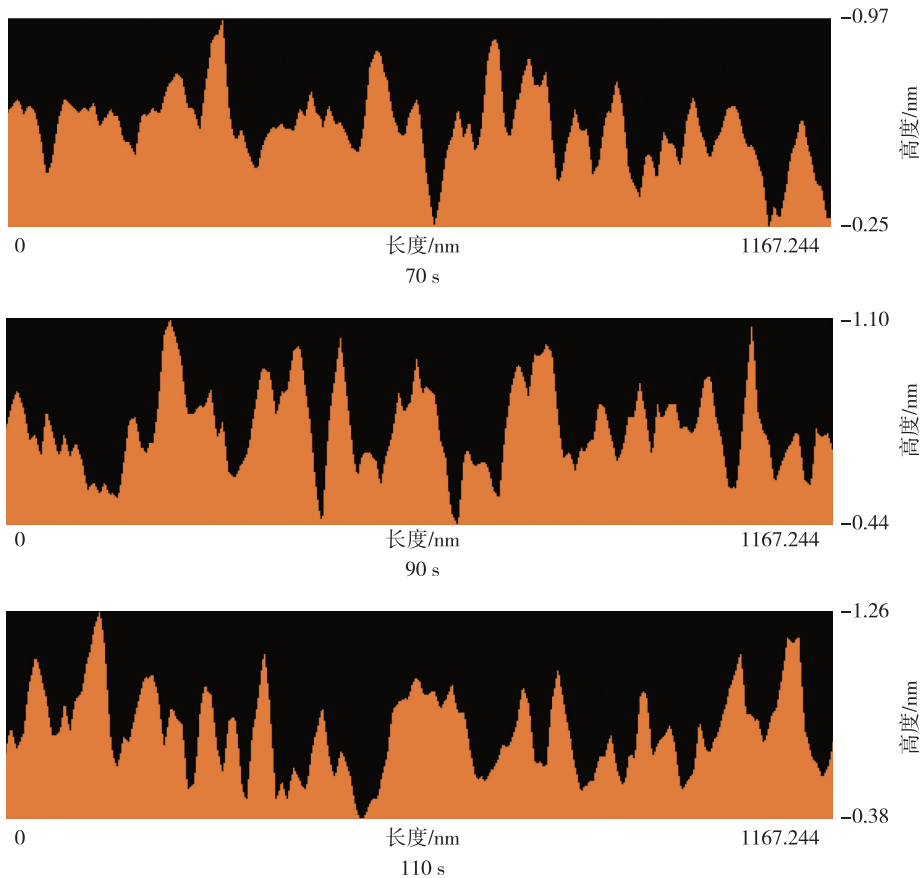


图 6 不同活化时间下的 AFM 检测样品表面形貌图
Fig. 6 Surface morphology under AFM test for different plasma activation time

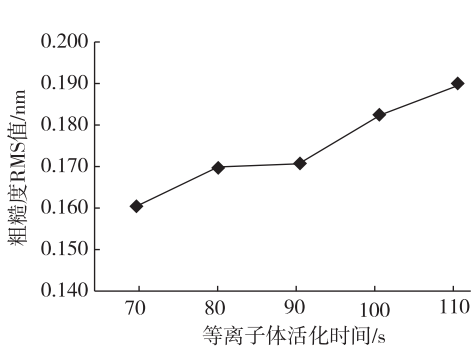


图 7 等离子体活化时间对样品表面粗糙度的影响
Fig. 7 Plasma activations time's influence to surface roughness

力相对较小;又由于硅晶圆带有的腔体相当于为键合退火过程中的副产物提供了储存空间,在退火温度较高时,水等副产物加快运动到腔体中从而脱离反应过程,使脱水缩合反应得以进一步正向进行,从而增大了键合率,提高了键合质量。

事实上,实验证明,此种键合方法同样适用于带有氧化层的硅-硅键合,例如硅和二氧化硅的键合,且可以达到较好的键合质量。

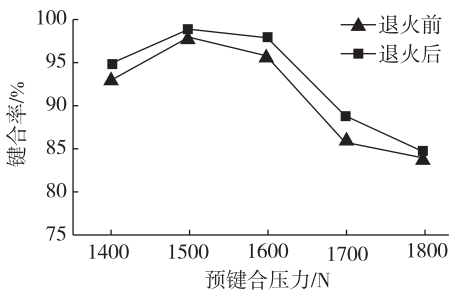


图 8 预键合压力对键合率的影响
Fig. 8 Prebonding pressure's influence to bonding rate

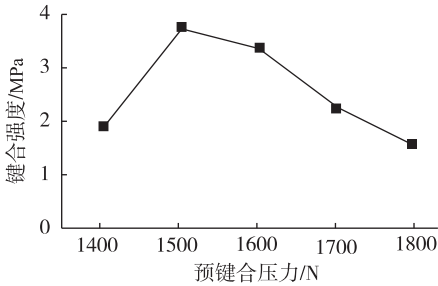


图 9 预键合压力对键合强度的影响
Fig. 9 Prebonding pressure's influence to bonding strength

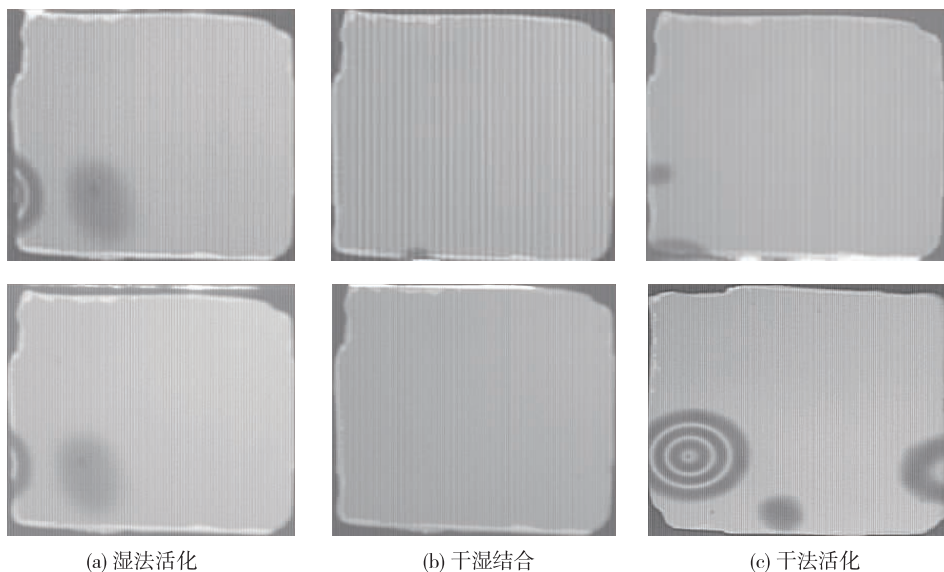


图 10 键合样品退火前(上)后(下)红外透射界面图
Fig. 10 Infrared transmission diagram of bond sample before and after annealing

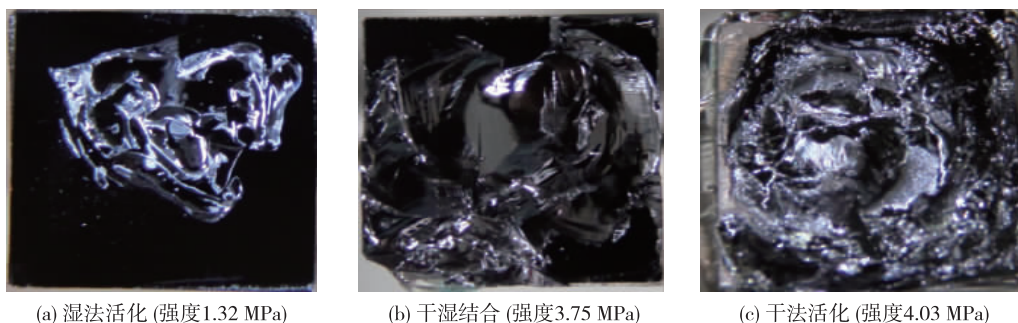


图 11 样品拉伸断面图
Fig. 11 Sample tensile profile

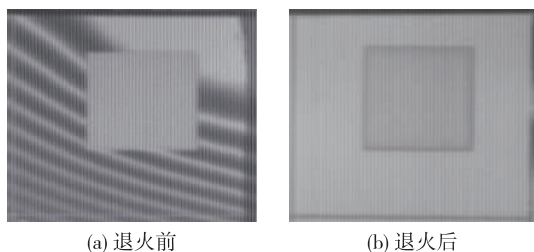


图 12 退火前后带腔体硅片
红外透射界面图

Fig. 12 The infrared transmission interface diagram of silicon wafer with cavity before and after annealing

相结合的方法来实现硅片的低温键合. 对硅晶圆键合化学和物理机制分析, 论证了此法的可行性, 并提出了工艺上的某些重要参数. 通过工艺参数实验得到了在等离子体活化时间为 90 s、预键合压力为 1 500 N 时可以实现良好的键合效果. 利用 3 种方法的实验对比以及用于湿结合的方法进行的带有腔体的硅晶圆键合实验, 表明了此种方法在获得较大键合强度的同时可以明显减少采用等离子体活化键合退火后空洞的产生, 实现高的键合率, 满足后续使用要求, 并且可以完成带有腔体的硅片键合, 弥补湿法活化在此种键合上的运用限制.

4 结 论

本文提出了一种将等离子体干法活化和湿法活化

参考文献:

- [1] Takagi H, Maeda R. Direct bonding of two crystal substrates at room temperature by Ar-beam surface activa-

- tion[J]. Cryst Growth, 2006, 29(2): 429-432.
- [2] Sele G U, Stenzel H, Martini T, et al. Self-propagating room temperature silicon wafer bonding in ultrahigh vacuum[J]. Applied Physics Letters, 1995, 67(24): 3614-3616.
- [3] Ko W H, Suminto J T, Yeh G J. In micromachining and micro-packaging of transducers[M]. Amsterdam: Elsevier, 1985: 41-61.
- [4] Niklaus F, Enoksson P, Kalvesten E, et al. Low-temperature full wafer adhesive bonding[J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2001, 11(2): 100-106.
- [5] Tong Q Y, Cha G, Gafiteanu R, et al. Low temperature wafer direct bonding[J]. Microelectromech Syst, 1994, 3(1): 29-35.
- [6] Zhang X X, Raskin J P. Low-temperature wafer bonding: a study of void formation and influence on bonding strength [J]. Microelectromech Syst, 2005, 14(2): 368.
- [7] Tong Q Y, Lee T H, Gasele U, et al. Role of surface chemistry in bonding of standard silicon wafers[J]. The Electrochemical Society, 1997, 144(1): 384-389.
- [8] Reiche M, Gutjahr K, Stolze D, et al. The effect of a plasma pretreatment on the Si/Si bonding behaviour[C] // Semiconductor Wafer Bonding: Science, Technology and Applications IV. New Jersey, USA: The Electrochemical Society, 1997: 437-444.
- [9] Reiche M, Sele U G, Wiegand M. Modification of Si(100)-surfaces by SF₆ plasma etching-application to wafer direct bonding[J]. Crystal and Research and Technology, 2000, 35(6/7): 807-821.
- [10] Sanz-Velasco A, Amirfeiz P, Bengtsson S, et al. Room temperature wafer bonding using oxygen plasma treatment in reactive ion etchers with and without inductively coupled plasma [J]. The Electrochemical Society, 2003, 150(2): 155-162.
- [11] Tong Q Y, Fountain G, Enquist P. Room temperature SiO₂/SiO₂ covalent bonding[J]. Applied Physics Letters, 2006, 89(4): 042110-3.
- [12] Hertz H. Miscellaneous papers by heinrich hertz[M]. London: Macmillan & Co, 1896: 146-183.

Study on Low-temperature Si-Si Bonding Based on Combination of Dry and Wet Activation Methods

WANG Ling-yun^{*}, WANG Shen, CHEN Dan-er, LIANG Chu-wei,

ZHOU Ru-hai, CAI Jian-fa, DU Xiao-hui

(School of Physics and Mechanical & Electrical Engineering, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

Abstract: Aimed at the traditional low-temperature silicon bonding methods, this article proposed another silicon direct bonding method combining the wet processes of activation with plasma dry of activation. A fine bonding quality can be achieved using the parameters of 90 s plasma activation time and 1 500 N prebonding pressure acquired by the process parameter experiment. Then a comparison experiment between this method and both the only dry and wet activation methods was presented. The consequence shows that this combination method can effectively avoid cavities that can be produced while using dry activation method after annealing, and a high bonding strength can be achieved at the same time. Subsequence application requirement can be meted in this way. At last, based on this combination of dry and wet activation method, the bonding of silicon and silicon with the hermetic cavity was realized making up for the limitation of wet activation method's application.

Key words: MEMS; low-temperature bonding; direct bonding; plasma activation