

MEOMS 封装的锗窗金属化结构界面特性研究

王新宇, 史梦然

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘要:基于微光机电系统对真空封装的要求,采用磁控溅射法在锗窗口上制备不同膜系的金属化结构,研究在相同的热处理条件下,不同膜系结构对锗窗口界面特性的影响。采用俄歇电子能谱分析原子在膜层间和膜基间的扩散行为。采用划痕测试仪分析膜基间的力学性能。结果表明: Ni 元素对 Au 元素的阻挡效果明显, Cr/Ge 的界面扩散剧烈。Cr/Ni/Au 金属化结构的膜基结合力为 14N, 优于其他膜系结构, 对于提高锗窗膜基结合强度效果最显著。

关键词: 锗窗; 金属化; 热处理; 俄歇电子能谱

中图分类号: TG156.2⁺2 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1001-5078.2016.04.014

Study on interface characteristics of metal structure on Ge window for MEOMS packaging

WANG Xin-yu, SHI Meng-ran

(North China Research Institute of Electro-optics, Beijing 100015, China)

Abstract: The metal films on Ge window are prepared by DC magnetron sputtering to satisfy the vacuum packaging requirement of MEOMS devices. The effect of different metal films on interface characteristics on Ge window was studied under the same heat treatment condition. The interface diffusion characteristics between different thin films and substrate were analyzed by Auger electron spectroscopy. Finally, adhesion strength is analyzed by using scratching tester. The results show that Ni can effectively prevent Au, and the interface between Ge and Cr diffuses intensively. Metal structure composed of Cr/Ni/Au can improve the adhesion strength of infrared window effectively.

Key words: Ge window; metal structure; heat treatment; Auger electron spectroscopy

1 引言

对于红外传感器件, 由于波段的需要, 往往利用锗窗作为红外透过窗口。锗窗与封装管壳材料在气密性焊接前, 要进行锗窗金属化, 以提高可焊性和焊接可靠性。在锗窗、金属膜层、焊料及可伐盖板之间存在三个界面, 当钎焊后成为一体时, 三个界面都要能够承受足够的垂直方向的拉力和水平方向的剪切力, 同时要满足焊接结构的气密性, 所以在锗窗金属化中制备的金属膜不能具有太高的应力, 应该尽量减少空洞, 减少金属膜层对气体的吸附^[1-4]。因此金属化结构要满足下列条件: 金属化结构使锗窗的

表面改性, 使其易于钎焊; 金属化结构与锗窗要有良好的附着力; 金属化结构要有良好的力学参数匹配和热学参数匹配, 以减少膜层和基底结构中存在的应力。

2 试验方法

2.1 金属化膜层设计

(1) 膜层厚度确定: 要满足膜的结合强度的要求, 膜厚度应该有一个膜厚范围。由于在红外窗口上制备的是薄膜而不是厚膜。而薄膜膜厚一般在 0.01 ~ 1 μm 的数量级的范围里^[5-7]。因此, 在本设计中各层金属薄膜的总厚度小于 2 μm 。

(2)膜层材料的选择:设计采用传统三层金属化结构,自基底向上依次是:1)粘附层;2)阻挡层;3)润湿层。设计的阻挡层应当有效阻止润湿层元素向下发生过多扩散。膜基间应当形成较宽的界面以满足气密性封装对力学性能的要求。因此,粘附层所用材料与基底材料的共晶点在 $150 \sim 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围之内。阻挡层所用材料的激活能在 $150 \sim 500\text{ kJ/mol}$ 范围内。润湿层与阻挡层所用材料在硬度和弹性模量两个力学参数上要匹配。

2.2 试验

锗窗进行金属化之前,需清洗,首先在丙酮中浸泡 1 h,然后在无水乙醇中超声清洗 30 min,最后用无尘布擦拭。取 4 片锗窗,依次编号为:样品 1、样品 2、样品 3、样品 4,均用直流磁控溅射的方法制备三层金属薄膜,其中样品 1 淀积 Ti/Ni/Au,样品 2 淀积 Cr/Ni/Au,样品 3 淀积 Ti/Pd/Au,样品 4 淀积 Cr/Pd/Au。三层金属薄膜的厚度依次为 100 nm/200 nm/100 nm,每层金属薄膜厚度误差为 $\pm 5\%$ 。直流磁控溅射镀膜的工艺参数,如靶基间距、加热时间、本底真空度、溅射气压、溅射功率等见表 1。金属薄膜淀积后,这四片样品在真空退火炉内,进行 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 真空热处理。

表 1 红外窗口金属化工艺参数

Tab. 1 The metallization process parameters of infrared window

红外窗口金属化工艺参数			
靶与基片距离	200 mm	本底真空度	10^{-6} Torr
加热温度	$150\text{ }^{\circ}\text{C}$	加热时间	600 s
离子束清洗时间	600 s	氩气流量	35 sccm
溅射气压	5 mTorr	溅射功率	1000 W

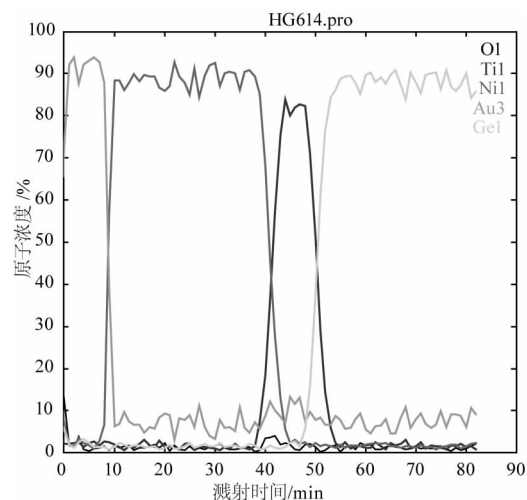
采用俄歇电子能谱分析原子在膜层间和膜基间的扩散行为。俄歇电子能谱结合离子溅射技术,可得到元素沿深度方向的分布。仪器型号为 Scanning Auger Nanoprobe PHI 700。

采用划痕测试仪分析膜基间的力学性能。划痕仪是兰州中科凯特科工贸有限公司 MFT-4000 划痕仪,采用金刚石划针,锥角为 120° ,曲率半径为 0.2 mm。在连续增加的正压力作用下,以一定的速度在薄膜表面划动,直至发生膜层结合的破坏,以对应的临界荷载 L_c 作为膜基结合强度的度量^[8-10]。对四个样品的测试,在每一个样品的中部,选五个点进行测试。相邻测试点之间的间距为 2 mm。

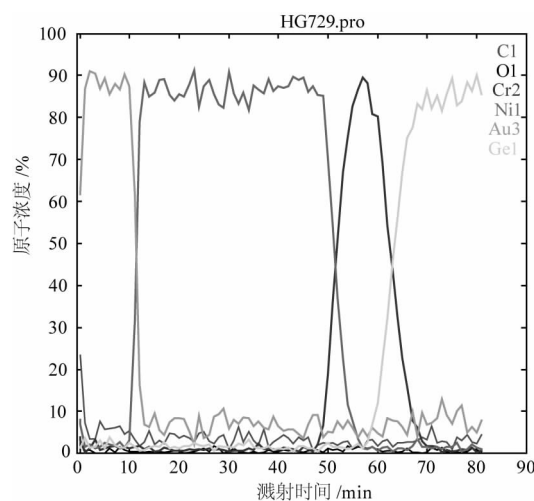
3 试验结果及讨论

3.1 锗窗金属化结构界面原子的互扩散

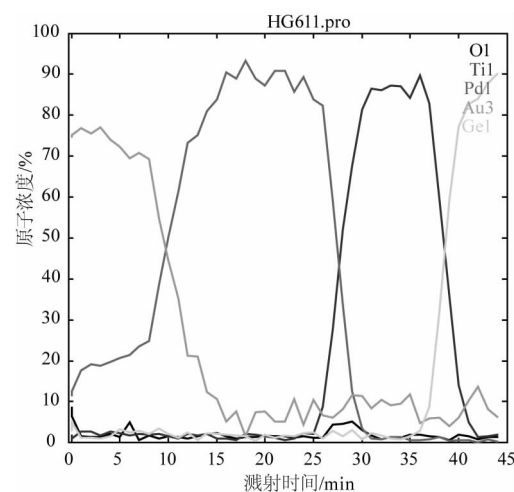
图 1 为不同膜系的三层金属薄膜的俄歇深度剖析谱,横坐标表示 Ar^+ 离子溅射时间,纵坐标表示元素的百分比含量。



(a) Ti/Ni/Au(Sput. Rate=10nm/min)



(b) Cr/Ni/Au:(Sput. Rate=10nm/min)



(c) Ti/Pd/Au:(Sput. Rate=10nm/min)

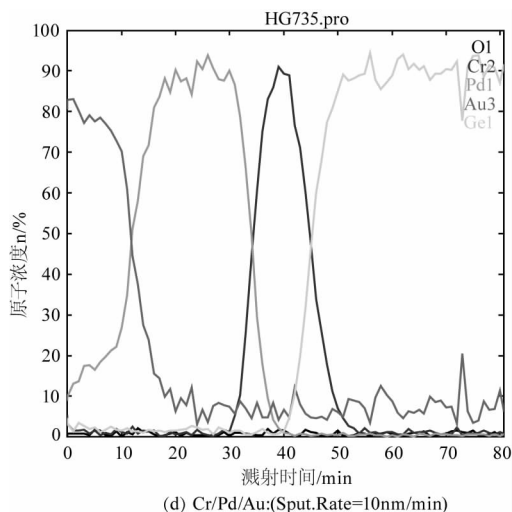


图1 不同膜系的三层金属薄膜的俄歇深度剖析谱

Fig. 1 Auger depth analysis of the different three metal layers

首先,对比顶层金属膜层和中间阻挡层之间的原子扩散行为。由图1可见,在Ti/Pd/Au和Cr/Pd/Au金属化结构中,Pd元素已经扩散到Au膜层表面,Au膜层表面的Pd元素的含量已达10%,Pd/Au相互扩散形成的界面宽度达150 nm至200 nm。表明Au元素和阻挡层的Pd元素相互扩散已经很强烈,Pd作为阻挡层阻止膜层间过扩散的作用已失效。而在Ti/Ni/Au和Cr/Ni/Au金属化结构中,Ni元素在Au膜层中的含量不足2%,Ni元素对Au元素的阻挡是明显的,因此选择Ni元素作阻挡层优于Pd元素。

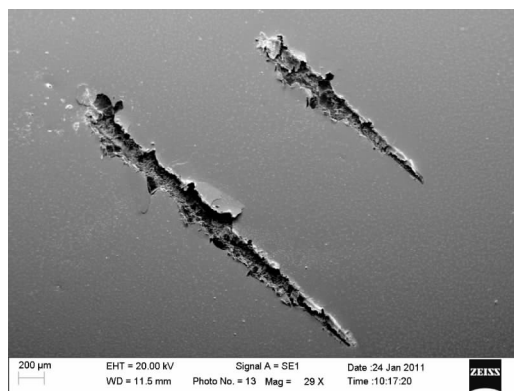
然后,对比基底和底层金属膜层之间的原子扩散行为。Cr/Ge的界面宽度可达到150 nm,而Ti/Ge的界面宽度可达到50 nm,Cr/Ge的界面扩散比较剧烈,形成的界面宽度要大于Ti/Ge界面宽度。对比底层金属膜层的杂质元素含量发现,Ti膜层中氧元素含量接近5%,Cr膜层内的氧元素含量基本为零。表明在原子扩散过程中,Ti膜层比Cr膜层更易被氧化,Cr膜层比Ti膜层更稳定。因此,Cr/Ge的界面宽度和Cr膜自身不易氧化的特点都能更好地满足气密性封装对力学性能的要求。

3.2 锆窗金属化结构界面的力学性能

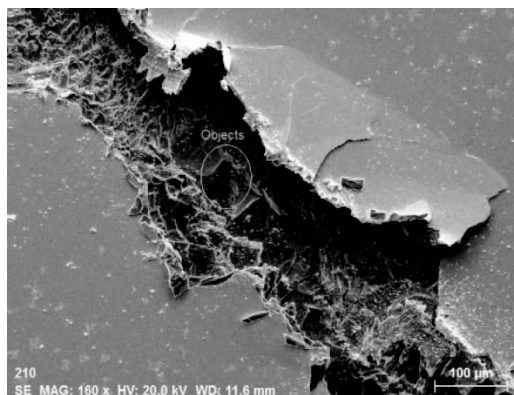
薄膜结合强度是评定薄膜力学性能最关键的指标,是保证薄膜满足机械、物理和化学等使用性能的基本前提。采用划痕测试仪分析膜基间的力学性能,划痕形貌如图2所示。在图2中,划痕的尖端为划痕的初始端,载荷力从尖端处从0N开始均匀加载。划痕较粗端为划痕的末端,载荷力从末端停止加载。当压头连续加载到一定程度时,薄膜开始出现剥落现象。

四个样品的测试结果如图3所示,可以看到当样品1到样品4的金属化膜层的载荷依次增加时,

样品1 Ti/Ni/Au的金属化结构和基底膜基分离在10N附近,样品2 Ti/Pd/Au的金属化结构和基底膜基分离的载荷在8N附近,样品3 Cr/Ni/Au的金属化结构和基底膜基分离的载荷在13N附近,样品4 Cr/Pd/Au的金属化结构和基底膜基分离的载荷在9N附近。从上述数据可以表明,不同膜系的金属化结构对膜基结合强度产生了较为明显的影响。以Cr作粘附层的金属化结构的膜基结合强度略大于Ti作粘附层的膜基结合强度。以Ni作阻挡层的金属化结构的膜基结合强度略大于Pd作阻挡层的膜基结合强度。



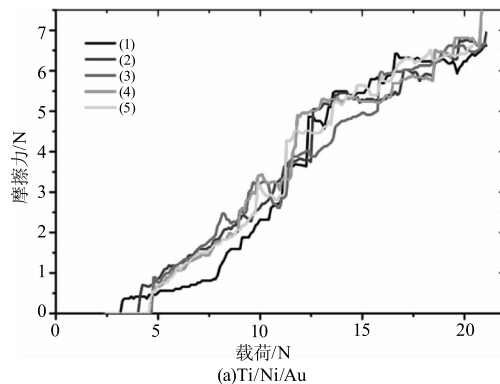
(a) 完整划痕形貌图



(b) 膜基分离处划痕形貌图

图2 用SEM观测划痕仪的划痕形貌

Fig. 2 Morphology of scratch by SEM Observation



(a) Ti/Ni/Au

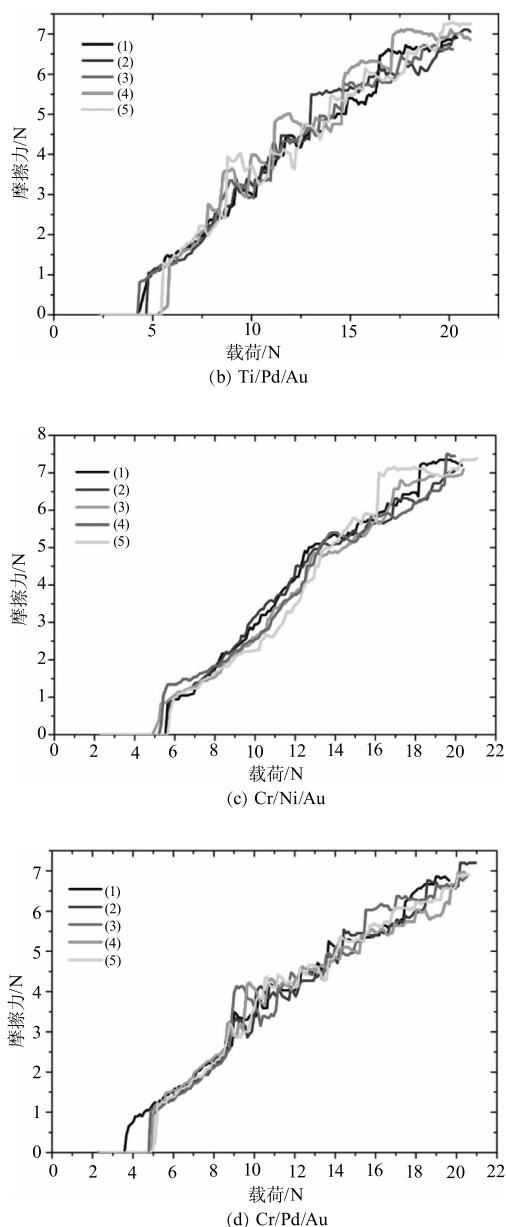


图3 不同膜系金属化结构的载荷和结合力的关系

Fig. 3 Relation between load and cohesion of different metallization structures

5 结论

通过试验发现,在相同的退火条件下,不同膜系的红外窗口金属化结构的界面扩散和膜基结合强度有较明显的变化。

(1) Ni 元素在 Au 膜层中的含量不足 2%, Ni 元素对 Au 元素的阻挡是明显的,因此选择 Ni 作中间阻挡层要好些。

(2) Cr/Ge 形成的界面宽度达到 150 nm, 大于 Ti/Ge 界面宽度。Ti 膜比 Cr 膜更易氧化, Cr 膜更稳定。Cr/Ge 的界面宽度和 Cr 膜自身不易氧化的特

点都能更好地满足气密性封装对力学性能的要求。

(3) 膜系为 Cr/Ni/Au 的金属化结构的膜基分离载荷为 14N, 大于其他三种膜系的膜基分离载荷。

参考文献:

- [1] Chalker R, Bull S J, Rickerby D S. Review of methods for the evaluation of coating-substrate adhesion[J]. Materials Science and Engineering A, 1991, 140(1): 583 - 592.
- [2] SHI Mengran, CAO Xuefeng, ZHAO Jianzhong. Influence of heat treatment on the metal films of the infrared window [J]. Laser & Infrared, 2011, 41(6): 657 - 659. (in Chinese)
- [3] 史梦然, 曹雪峰, 赵建忠. 热处理对红外窗口镀层金属的影响[J]. 激光与红外, 2011, 41(6): 657 - 659.
- [4] Pauleau Y. Generation and evolution of residual stresses in physical vapour-deposited thin films [J]. Vacuum, 2001, 61(2-4): 175 - 181.
- [5] Kato Masaharu. Diffusional relaxation and void growth in an aluminum interconnect of very large scale integration [J]. Appl Phys, 1990, 68(1): 334 - 336.
- [6] Shao M H. Interfacial mechanical properties and fracture morphology of a Ti-coated steel wire upon tensile loading [J]. Thin Solid Films, 2000, 358(1): 159 - 165.
- [7] Jayatilaka A S. Fracture Engineering Materials [M]. London: Applied Science Publishers, 1979.
- [8] Howard S J. Interfacial fracture toughness of vacuum plasma-sprayed coatings [J]. Surface Coat Tech, 1991, 45(1): 333 - 339.
- [9] FAN Ruiying, FAN Zhengxiu. Stress analysis of thin films and some measurement results [J]. Optical Instrument, 2001, 23(5-6): 84 - 91. (in Chinese)
- [10] 范瑞瑛, 范正修. 薄膜应力分析及一些测量结果[J]. 光学仪器, 2001, 23(5-6): 84 - 91.
- [11] Li Che-Yu, Black Ronald D, Lafontaine William R. Analysis of thermal stress-induced grain boundary cavitation and notching in narrow Al-Si metallizations. [J]. Appl Phys Lett, 1988, 53(1): 31 - 33.
- [12] GE Jiping, ZHENG Lin, WANG Xuezhi, et al. Study on Ni-P alloy coating adhesion strength by using scratch method, 1991, (6): 34 - 36. (in Chinese)
- [13] 葛继平, 郑林, 王学芝, 等. 划痕法测 Ni-P 合金镀层结合力的研究[J]. 热加工工艺, 1991, (6): 34 - 36.
- [14] B Okolo. The effect of deposition parameters and substrate surface condition on texture, morphology and stress in magnetron-sputter-deposited Ti thin films [J]. Thin Solid Films, 2005, 474: 50 - 63.