

石英玻璃与硅的飞秒激光微连接及其接头性能研究

程 战¹ 郭 伟¹ 刘 磊^{2*} 邹贵生² 周运鸿^{2,3}

¹北京航空航天大学机械工程及自动化学院, 北京 100191

²清华大学机械工程系摩擦学国家重点实验室, 北京 100084

³滑铁卢大学机械与机械电子工程系, 安大略 滑铁卢 N2L3G1

摘要 飞秒激光的低热输入、极小热影响区的特点使其在微纳米尺度材料连接领域有明显的优势。为了将石英玻璃与硅可靠地连接在一起, 使用功率为4~30 mW, 频率为1 kHz, 波长为800 nm的飞秒激光对石英玻璃与硅进行连接, 测试了接头的剪切强度, 对接头横截面进行腐蚀处理, 观察截面, 分析了接头断裂前后的形貌特征, 研究了激光参数, 如激光功率、扫描速度、聚焦物镜的数值孔径以及离焦量对接头强度的影响规律。实验结果表明, 根据焊接工艺的不同, 接头强度分布在7~54 MPa之间。将激光准确定位到界面处, 在合适的激光功率和扫描速度下可以降低焊缝缺陷, 得到剪切强度较高的接头。

关键词 激光技术; 微连接; 飞秒激光; 石英玻璃; 硅

中图分类号 O436

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201542.0906004

Mechanical Properties of Microweld of Silica Glass to Silicon by Femtosecond Laser

Cheng Zhan¹ Guo Wei¹ Liu Lei² Zou Guisheng² Zhou Yunhong^{2,3}

¹*School of Mechanical Engineering and Automation, Beijing University of Aeronautics and Astronautics, Beijing 100191, China*

²*State Key Laboratory of Tribology, Department of Mechanical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China*

³*Department of Mechanical and Mechatronics Engineering, University of Waterloo, ON N2L3G1, Canada*

Abstract Femtosecond laser has distinct advantages in the field of micro/nano joining because of its unique properties, such as low heat input, nonlinear absorption and almost no heat affected zone. Silica glass and silicon are welded using 800 nm femtosecond laser with power of 4~30 mW and frequency of 1 kHz. The shear strength and failure modes of the joints are investigated, the joint cross sections processed by etching are observed, and the fracture surface is also studied. The shear strength of the joints is in a range of 7~54 MPa, depending on the welding parameters. It is found that the laser power, scanning speed, numerical aperture and defocusing length have significant effect on the joint strength. The results indicate that focusing the laser on the interface can obtain high shear strength joints with appropriate laser power and scanning speed.

Key words laser technique; microwelding; femtosecond laser; silica glass; silicon

OCIS codes 140.7090; 320.2250; 350.3390; 160.6030; 040.6040

收稿日期: 2015-03-25; 收到修改稿日期: 2015-04-24

基金项目: 国家自然科学基金(51375261, 51405258)、山东省特种焊接技术重点实验室开放课题、先进焊接与连接国家重点实验室开放课题(AWJ-M14-05)

作者简介: 程 战(1989—), 男, 硕士研究生, 主要从事飞秒激光微连接方面的研究。E-mail: 1010624632@qq.com

导师简介: 郭 伟(1976—), 男, 博士, 副教授, 主要从事特种材料的钎焊扩散连接、激光冲击强化技术、激光焊接技术等方面的研究。E-mail: gwei@buaa.edu.cn

*通信联系人。E-mail: liulei@tsinghua.edu.cn

1 引言

玻璃与硅因自身良好的物理和机械性能,在微机电系统(MEMS)中获得了广泛应用。例如在 MEMS 中将玻璃作为器件衬底,器件具有良好的绝缘和绝热性能。将玻璃作为器件封盖,器件具有透明特性,扩展了器件的使用功能^[1]。现有的玻璃与硅微连接技术主要包括激光连接^[2]、熔融连接^[3]、直接键合^[4]、阳极键合^[5]等。随着 MEMS 技术的不断发展,对封装技术提出的要求也越来越高,虽然这些连接技术也取得显著研究进展,但应用到 MEMS 中时仍然存在一些难以解决的问题,如激光连接时,激光照射区的玻璃线性吸收激光能量,使玻璃产生损伤,且有时需要中间层;熔融连接热输入高,易引起连接件的变形,当器件中包含热敏元件时会损伤热敏元件;直接键合对被连接件的表面质量要求过高,且连接强度低;阳极键合使用高电场和较高温度(180 ℃~500 ℃,175~1050 V)并使玻璃中存留大量碱金属^[2-5]。因此有必要开发热输入低、对器件影响小且能实现可靠封装的微连接技术。

飞秒激光脉冲作用时间极短,远小于材料的热弛豫时间(约几十皮秒),峰值功率极高,平均功率很低,加工精度高^[6]。这些特点有利于精准地控制热输入^[7],大量减小线能量和热影响区^[8],进而控制加工过程中产生的缺陷,在微加工中有很大的优势^[9]。飞秒激光聚焦后,当焦点处峰值功率达到材料的烧损阈值时,高强度电磁场会引起材料多光子吸收作用,获得破坏性电离的种子电子^[10],熔化甚至汽化材料,而不会损伤非聚焦处的材料^[11]。因此将飞秒激光脉冲聚焦于玻璃与硅的连接部位,并适当控制工艺参数,使聚焦区域的能量累积,促使两块材料局部熔化,在脉冲结束后快速凝固形成接头,实现玻璃与硅的连接。该连接技术起步较晚,2006年,大阪大学 Tamaki 等^[12]首次使用波长为 1558 nm,频率为 500 kHz 的飞秒激光将玻璃与硅片连接了起来,并达到了 3.74 MPa 的强度。本文系统地研究了玻璃硅连接工艺,分析了飞秒激光工艺参数对微连接工艺的影响规律,获得了较好接头强度的工艺规范。

2 实验材料与方法

实验采用的母材分别为熔融石英玻璃和单晶硅,石英玻璃是二氧化硅单一成分的非晶态材料,各向同性,光学性能优异,熔融温度为 1695 ℃~1720 ℃,表面质量:粗糙度小于 2 nm,平面度小于 125 nm,尺寸为 10 mm×10 mm×1 mm。硅片采用单晶硅材质,尺寸为 10 mm×10 mm×0.4 mm。

飞秒激光连接玻璃与硅时,对试样之间的间隙有较为严格的要求,研究表明,间隙不能超过最短可见光波长的 1/4^[13]。为了保证间隙达到要求,对玻璃与硅进行超声清洗,清除表面沾染的各种颗粒和有机物。焊前利用装夹装置(图 1),通过力的作用使玻璃与硅之间形成一个暗斑作为连接区域。根据薄膜干涉原理,暗斑区域中,试样间隙小于 100 nm。清洗夹装试样后,将激光聚焦在界面上,实验过程中,激光光路不变,通过三轴移动平台的移动实现激光的扫描。实验采用美国 Coherent 公司生产的 Ti 宝石飞秒激光器,激光脉宽为 50 fs,频率为 1 kHz,单脉冲功率为 3.8 mJ,线偏振光,中心波长为 800 nm。实验中所使用的激光平均功率为 4~30 mW,聚焦所用显微物镜的数值孔径为 0.25 和 0.4。实验中主要参数有激光平均功率、扫描速度、扫描路径、数值孔径和离焦量。

剪切强度测试示意图如图 2 所示。测量试样拉断时拉力 F 的大小,用 F 除以焊缝面积作为接头的名义剪切强度。实验后,用光学显微镜观察腐蚀前后试样焊缝横截面和断口;用扫描电子显微镜(SEM)观察喷金后的焊缝横截面。



图 1 夹装后试样中的暗区

Fig.1 Dark area of the sample after clamp

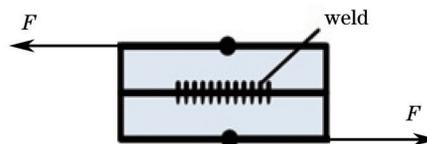


图 2 接头拉剪测试原理图

Fig.2 Schematic of shear strength testing

3 实验结果与讨论

3.1 焊缝微观形貌

飞秒激光聚焦后在聚焦区域的能量密度达到材料烧损阈值时,材料发生多光子离子化并形成等离子体^[14]。等离子体的热效应使玻璃与硅熔化,试样在界面处相连。对试样截面抛光后,采用腐蚀液(H₂O, 35% HCl, 65% HNO₃, 33% HF, 体积比为 10:3:5:2)^[15]对截面进行腐蚀,可以得到清晰的焊缝轮廓,如图 3 所示。飞秒激光聚焦后,能量达到玻璃损伤阈值时,会引起 O₃≡Si-O-Si≡O₃ 键的键角变化^[16],这种变化使氧的价电子构型发生改变,增加玻璃中硅原子和氧原子的活性,因此其腐蚀速率相对于玻璃得到很大提高^[16]。虽然腐蚀液中的 HNO₃ 可以促进 HF 对 Si 的腐蚀速率,但相对于 HF 对玻璃的腐蚀依然很弱。腐蚀液对接头的腐蚀速率由高到低依次为焊缝、石英玻璃、硅,因此可以得到清晰的焊缝轮廓。图 4 为焊缝截面的 SEM 图像,可以看到焊缝质量很好,并无裂纹和孔洞的出现。

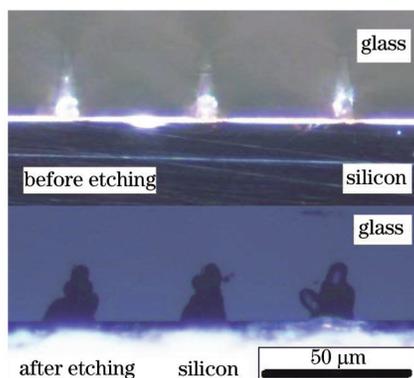


图 3 氢氟酸腐蚀前后的接头横截面

Fig.3 Cross section of a joint before and after etching

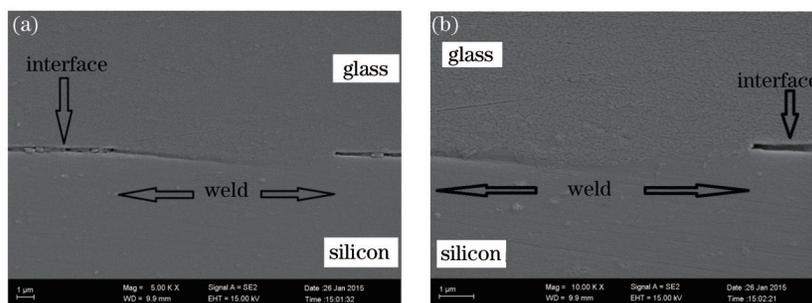


图 4 接头横截面的 SEM 图像。(a) 5000×; (b) 10000×

Fig.4 Typical SEM images of a cross section of a glass joint. (a) 5000×; (b) 10000×

3.2 离焦量对接头的影响

连接过程中,改变焦点与界面相对位置即改变离焦量对焊缝的宽度、熔化区域的长度和接头强度有较大影响^[17]。焦点位于玻璃内部时,取离焦量为正,位于硅内部时为负,图 5 为平均功率为 6.5 mW,扫描速度为 100 μm/s, NA=0.4 时在不同离焦量下接头的强度。从图 5 中可以看出,当焦点偏离界面处时,剪切强度下降很快。当离焦量为正时,激光聚焦位置上移,在玻璃内部聚焦,由于玻璃的非线性吸收损失一部分能量,因此界面处硅的熔化减少,强度降低。正离焦量为 21 μm 时,从图 6 中可以看出,已不存在焊缝。离焦量为负时,由于硅对 800 nm 波长光不透明,负离焦量在一定数值内,激光能量聚焦足以引起玻璃与硅熔化,形成焊缝;当负离焦量大于一定数值时,硅表面激光能量密度过低,不能引起材料的熔化。非线性吸收中,能量呈高斯分布,焦点中轴处能量最大,刻蚀后可以在焊缝顶端看到尖状凸起。在图 6 中,当负离焦量大于 7 μm 时,尖状凸起消失,因此负离焦量大于 7 μm,硅线性吸收激光能量。分析此时焊缝形成的原因可能有: 1) 硅直接吸收激光能量并熔化,将热量传导至玻璃,玻璃熔化形成焊缝; 2) 玻璃非线性吸收能量,熔化的玻璃在硅表面润湿,形成接头。即便有两种连接模式,仍需要对焦点准确定位,将离焦量控制在 7 μm 范围内才能获得强度较好的接头。

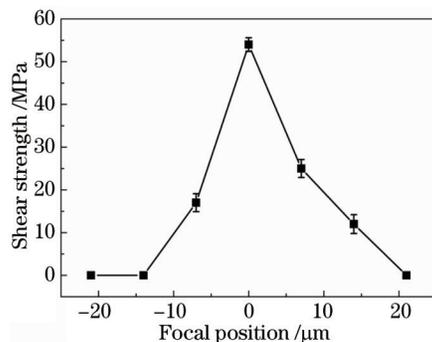


图5 不同离焦量下接头剪切强度

Fig.5 Shear strength of joints at different defocus length

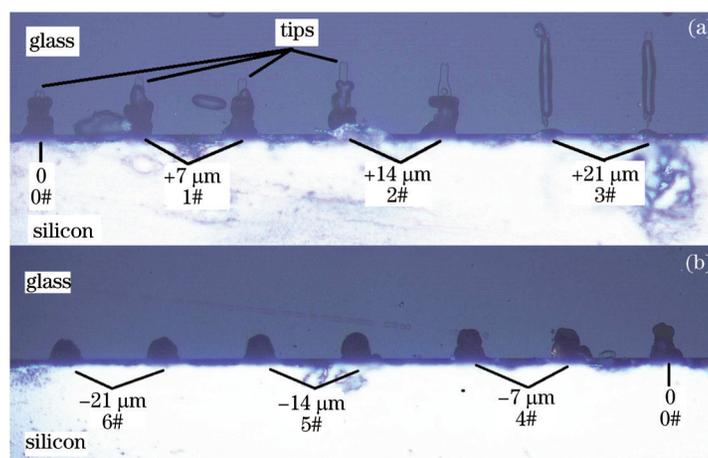


图6 不同离焦量下接头横截面

Fig.6 Cross sections of joints at different defocus length

3.3 扫描路径对接头的影响

激光功率为 8 mW,扫描速度为 50 μm/s时,采用两种扫描路径,第一种为U形扫描,实验过程中不切断光路,如图7所示;第二种为直线形扫描,当扫描到终点时切断光路,扫描下一道焊缝时打开光路,如图8所示。

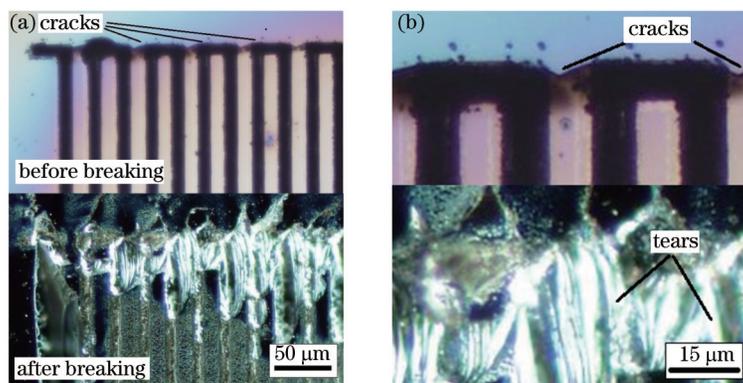


图7 U形扫描。(a) 200×; (b) 1000×

Fig.7 Non-stop U-shaped scan. (a) 200×; (b) 1000×

采用U形扫描时,如图7所示,拐角处出现明显裂纹,这是由于焊接路径到拐角时,由于移动平台减速停顿再加速,热聚积较多,形成孔洞、裂纹等缺陷;另外,由于拐角处应力集中,卸去卡具后,在回弹应力作用下产生裂纹。由于裂纹在玻璃中,剪切时试样从玻璃中撕裂,图7可见硅片上残留有撕裂的玻璃,说明玻璃和硅连接界面处有较好的强度。图8中,在直线扫描结束时关闭激光,整个焊缝受热均匀,焊缝质量良好,没有出现宏观裂纹,接头在焊缝处断裂,并无大面积的母材撕裂。玻璃与硅均为脆性材料,对焊接缺陷,特别是裂纹很敏感,因此焊后裂纹对接头质量有非常显著的影响。

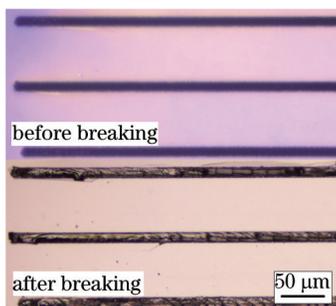


图8 直线形扫描

Fig.8 Parallel-line scan

3.4 激光功率和扫描速度对剪切强度的影响

激光功率对焊缝质量和接头强度有直接影响,图9为15 mW、50 μm/s时焊缝宏观形貌,对比图8可知,产生了喷溅,并且有很明显的裂纹。图10为扫描速度为100 μm/s时,不同激光功率下的接头剪切强度,功率为6 mW时,剪切强度最大。随着功率的提高,焦点中心区形成冲击波,焊缝中心物质密度减小,周围物质密度增大,形成孔洞,将熔融材料喷溅出来^[18],产生裂纹,甚至直接将母材打裂,接头强度随着功率的增大而降低。激光功率过小,聚焦后只有很小区域可以达到材料损伤阈值,甚至无法达到,玻璃与硅熔融量减小,焊缝宽度缩小,熔深减小,接头强度降低。当激光功率小于5 mW时,可以将母材连接在一起,但在回弹应力作用下,焊缝直接断开,无法检测强度。

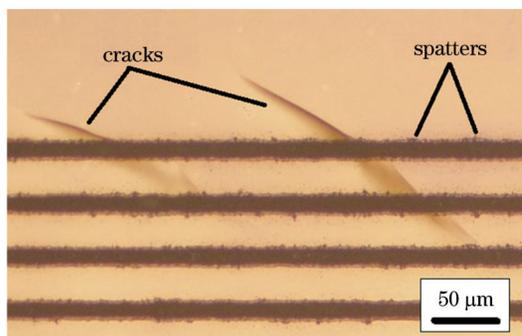


图9 焊缝宏观形貌

Fig.9 Image of weld

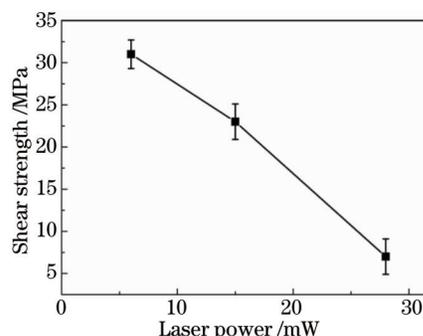


图10 不同功率下接头剪切强度

Fig.10 Shear strength versus laser power

激光扫描速度同样对接头质量有重要影响,速度过小时,焦点处积聚能量过高,产生裂纹、烧蚀,过大时母材熔化不充分,无法形成较好质量的焊缝。因此,需要选择合适的激光功率和扫描速度。实验表明,在6~10 mW、50~100 μm/s条件时,线能量密度为60~250 mJ/mm,可以形成剪切强度大于30 MPa的接头,在光学显微镜下观察不到热裂纹等宏观缺陷,焊缝质量较好。

3.5 数值孔径对接头的影响

实验采用数值孔径分别为0.25与0.4的两种显微物镜。在激光功率确定时,飞秒激光经不同数值孔径物镜聚焦后,达到材料烧损阈值的区域形状不同,数值孔径小时,长宽比较大,反之长宽比较小^[19]。

数值孔径过小时,能量密度达到材料烧损阈值的区域长度较大,过于深入母材内部,母材内部受到损伤形成缺陷;数值孔径过大时,焦点长度较小,焊缝熔深减小,并且很难实现对焦点的准确定位。因此数值孔径过大或者过小,焊缝都无法形成良好的深宽比,强度降低。一般在连接中,数值孔径采用0.4~0.8比较合适^[19]。在图11中,相同工艺参数下,将数值孔径由0.25增加到0.4,提高了接头的剪切强度,特别是在50 μm/s时,强度提高了55%。

4 结 论

1) 焦点位置对接头强度有直接影响,应准确定位到界面处,激光平均功率为6.5 mW,扫描速度为100 μm/s,NA=0.4时,焦点离焦量应控制在7 μm范围内,大于7 μm时,接头强度显著降低,小于30 MPa。

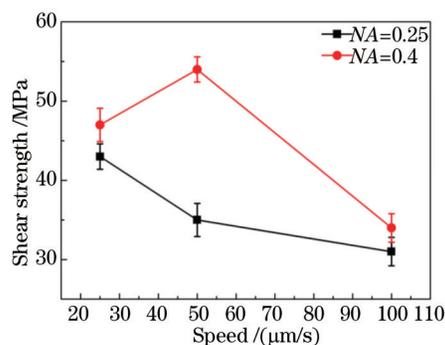


图 11 不同数值孔径下接头的剪切强度

Fig.11 Shear strength versus NA

2) U形扫描方式由于拐角处的热积累和应力集中,易产生裂纹、孔洞等缺陷;直线形扫描方式焊缝整体受热均匀,缺陷较少。

3) 激光平均功率为 6~10 mW,扫描速度为 25~100 $\mu\text{m/s}$, NA=0.4 时,可以达到大于 40 MPa 的名义剪切强度,最高强度约为 50 MPa。

参考文献

- 1 Yao Yahong, Lü Miao. Electrostatic bonding of silicon-glass for micromechanical sensors[J]. Semiconductor Technology, 1999, 24(4): 19-23.
姚雅红,吕苗.微传感器制造中的硅-玻璃静电键合技术[J].半导体技术,1999,24(4):19-23.
- 2 Wild M J, Gillner A, Poprawe R. Advances in silicon-to-glass bonding with laser[C]. SPIE, 2001, 4407: 135-141.
- 3 Cheng Y T, Lin L, Najafi K. Localized silicon fusion and eutectic bonding for MEMS fabrication and packaging[J]. Journal of Microelectromechanical Systems, 2000, 9(1): 3-8.
- 4 Huang Tengchao, Shen Yibing, Hou Xiyun, *et al.*. Research on silicon-glass direct bonding at room temperature[J]. Journal of Optoelectronics·Laser, 2004, 15(5): 512-515.
黄腾超,沈亦兵,侯西云,等.室温Si-玻璃直接键合技术研究[J].光电子·激光,2004,15(5):512-515.
- 5 Qin Huifeng, Yang Liqiang, Meng Qingsen. Microstructure and mechanisms of the interface between borosilicate glass and silicon by anodic bonding[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 2009, 32(1): 13-16.
秦会峰,杨立强,孟庆森.硼硅玻璃与硅阳极键合机理及其界面微观结构分析[J].兵器材料科学与工程,2009,32(1):13-16.
- 6 Wei Di, Cheng Ping, Chen Xiangdong, *et al.*. Study on femtosecond laser processing of nonmetal vascular stent[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2013, 50(9): 091403.
位迪,程萍,陈向东,等.基于飞秒激光加工非金属血管支架的工艺研究[J].激光与光电子学进展,2013,50(9):091403.
- 7 Yang Huan, Huang Shan, Duan Jun, *et al.*. Contrastive study on laser ablation of single-crystal silicon by 1030 nm femtosecond laser and 355 nm nanosecond laser[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(1): 0103003.
杨焕,黄珊,段军,等.飞秒与纳秒激光刻蚀单晶硅对比研究[J].中国激光,2013,40(1):0103003.
- 8 Zhang Baohui, Xu Jun, Yang Qihong, *et al.*. New progress of ultrafast and ultraintense lasers based on Ti:sapphire[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2013, 50(4): 040003.
张宝辉,徐军,杨秋红,等.基于钛宝石的超快超强激光新进展[J].激光与光电子学进展,2013,50(4):040003.
- 9 Gao Shengmiao, Han Peigao, Yan Kezhu. Research progress of femtosecond laser fabricating silicon-based micro/nano structure[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2013, 50(11): 110002.
高胜淼,韩培高,闫珂柱.飞秒激光对硅表面微构造的研究进展[J].激光与光电子学进展,2013,50(11):110002.
- 10 Hou Fang, Li Weinan, Bai Jing, *et al.*. Femtosecond-laser-written waveguide in magneto-optical glass[J]. Acta Optica Sinica, 2013, 33(3): 0314002.
侯方,李玮楠,白晶,等.飞秒激光在磁旋光玻璃中写入光波导的研究[J].光学学报,2013,33(3):0314002.
- 11 Ni Xiaochang, Wang Qingyue. Research progress of femtosecond laser ablation[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2002, 39(12): 4-9.
倪晓昌,王清月.飞秒激光烧蚀研究进展[J].激光与光电子学进展,2002,39(12):4-9.

- 12 Tamaki T, Watanabe W, Itoh K. Laser micro-welding of transparent materials by a localized heat accumulation effect using a femtosecond fiber laser at 1558 nm[J]. Optics Express, 2006, 14(22): 10460-10468.
- 13 Miyamoto I, Cvecek K, Schmidt M. Crack-free conditions in welding of glass by ultrashort laser pulse[J]. Optics express, 2013, 21(12): 14291-14302.
- 14 Watanabe W, Onda S, Tamaki T, *et al.*. Direct joining of glass substrates by 1 kHz femtosecond laser pulses[J]. Applied Physics B, 2007, 87(1): 85-89.
- 15 Horn A, Mingareev I, Werth A, *et al.*. Investigations on ultrafast welding of glass-glass and glass-silicon[J]. Applied Physics A, 2008, 93(1): 171-175.
- 16 Stuart B C, Feit M D, Herman S, *et al.*. Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics[J]. Physical Review B, 1996, 53(4): 1749.
- 17 Horn A, Mingareev I, Werth A. Investigations on melting and welding of glass by ultra-short laser radiation[J]. Journal of Laser Micro/Nanoengineering, 2008, 3(2): 114-118.
- 18 Glezer E N, Milosavljevic M, Huang L, *et al.*. Three-dimensional optical storage inside transparent materials[J]. Optics Letters, 1996, 21(24): 2023-2025.
- 19 Kongsuwan P, Satoh G, Yao Y L. Transmission welding of glass by femtosecond laser: Mechanism and fracture strength[J]. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2012, 134(1): 011004.

栏目编辑: 吴秀娟