

УДК 666.1.037.5

**А.Г. СЫРКОВ, д-р техн. наук, профессор, syrkov@mail.ru**

**Н.С. ПЩЕЛКО, канд. техн. наук, доцент, nikolsp@mail.ru**

*Санкт-Петербургский государственный горный институт (технический университет)*

**A.G. SYRKOV, Dr. in eng. sc., professor, syrkovandrey@mail.ru**

**N.S. PSHCHELKO, PhD in eng. sc., associate professor, nikolsp@mail.ru**

*Saint Petersburg State Mining Institute (Technical University)*

## **ПОВЫШЕНИЕ АДГЕЗИИ ЭЛЕКТРОПРОВОДЯЩИХ ПЛЕНОК К ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИМ ПОДЛОЖКАМ ЭЛЕКТРОАДГЕЗИОННЫМ СПОСОБОМ**

Появление больших тянувших полей в процессе получения электроадгезионного соединения электропроводящей пленки с ионным диэлектриком становится возможным благодаря миграционной поляризации диэлектрика, развивающейся под действием приложенного к нему электрического напряжения. Это приводит к накоплению слоя отрицательного заряда малой толщины у анода. Поэтому приложенное напряжение распределяется не по всей толщине диэлектрика, а фактически оказывается приложенным к тонкому слою объемного заряда у анода. Возникающие при этом сильные электрические поля приводят к соединению контактирующих материалов. Показано, что использование данной технологии позволяет многократно увеличить адгезию проводящих пленок к диэлектрическим подложкам как в процессе их получения, так и после нанесения.

**Ключевые слова:** электроадгезионные соединения, адгезия, электрическое поле, пленки.

## **ANODIC BONDING METHOD FOR ADHESION ENHANCEMENT OF CONDUCTING FILMS TO DIELECTRIC SUBSTRATES**

The appearance of great pulling electric fields at anodic bonding process with a conductor surface to ionic dielectric turns out to be possible due to the interlayer polarization developing in dielectric under the action of electric voltage. This results in a negative charge accumulation in a layer of small thickness beside anode. Thus applied electric voltage is distributed not through the whole thickness of a dielectric, but in fact is applied to a narrow area of the three-dimensional charge beside anode. Arising strong electric fields force the connected materials to unite. In the present work it is shown that use of the discussed technology allows to increase considerably adhesion of conducting films to dielectric substrates both in the process of their deposition and after it.

**Key words:** anodic bonding, adhesion, electric field, films.

В работе предлагается способ повышения адгезии электропроводящих слоев на диэлектрических подложках из ионных диэлектриков, основанный на использовании пондеромоторных сил электрического поля. Теоретическое обоснование этого способа и расчет возникающих электроадгезионных усилий приведен в ряде наших

работ [4, 7-10]. Показано, что возникающее давление может достигать 10 МПа, что при повышенной температуре значительно увеличивает адгезию нанесенных покрытий за счет диффузионных и электрохимических твердофазных процессов. Электроадгезия является результатом электростатического (пондеромоторного)

притяжения электризованных тел, при котором заряды разных знаков оказываются разделены зазором между контактирующими поверхностями или тонким слоем одного из скрепляемых объектов, обедненном носителями заряда, и имеющим поэтому повышенное сопротивление, примыкающее к поверхности раздела контакта. Большая часть приложенного напряжения поэтому падает на этот узкий слой, что и является причиной появления больших электростатических полей и сил.

Для получения больших усилий притяжения в точках фактического контакта можно использовать миграционную поляризацию, наблюдаемую в ионных диэлектриках. Миграционная поляризация заключается в том, что под действием сил электростатического поля слабо закрепленные ионы в диэлектрике дрейфуют к соответствующему электроду. В случае ионного диэлектрика носителями заряда являются обычно положительные ионы, поэтому при включении напряжения они начнут перемещаться (мигрировать) к катоду. При этом в месте, которое занимал положительный ион до подачи напряжения, у анода остается нескомпенсированный заряд вакансии. Именно этот отрицательный заряд и явля-

ется причиной появления больших электроадгезионных усилий, так как он расположен непосредственно у анода.

Эксперименты, связанные с изучением влияния электрического поля на адгезию тонких металлических пленок, проводились с использованием установки для получения электроадгезионных соединений (рис.1).

Исследования проводились на ряде пар материалов, в качестве основных изучались пленки алюминия и меди на оконном стекле. Окноное стекло – дешевый материал, на котором удобно выявлять закономерности, типичные для ионных диэлектриков, часто используемых в качестве диэлектрических подложек. Для количественной оценки адгезии использовался адгезиометр Кротовой и Дерягина (рис.2) [3], приспособленный нами для измерения адгезии пленок: на нанесенное пленочное покрытие наклеивалась тонкая липкая лента (скотч). Из-за прочного сцепления kleящего слоя ленты с исследуемой электропроводящей пленкой при ее отрывании грузом (путем изменения угла), отслаивание происходило по границе пленка – подложка, что и позволяло судить количественно об ее адгезии к подложке по величине угла отрыва. Работа отрыва пленки [3]

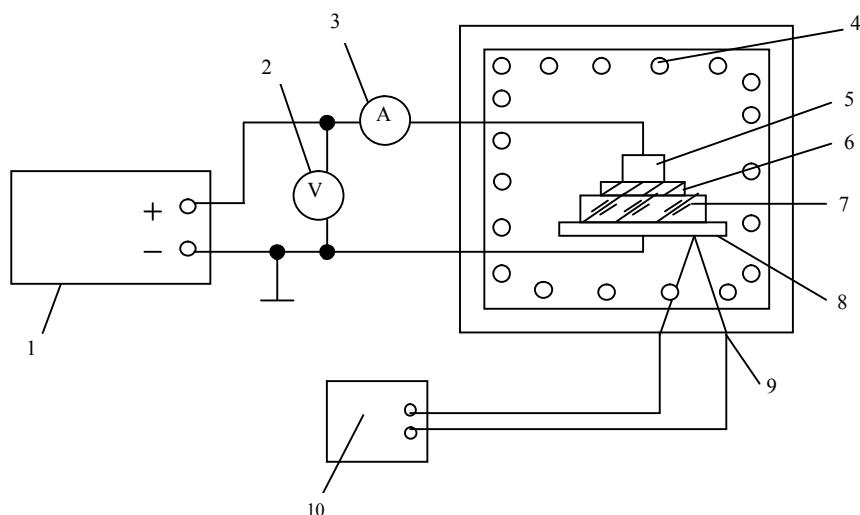


Рис.1. Схема установки для получения электроадгезионного соединения

1 – источник питания; 2 – вольтметр; 3 – миллиамперметр; 4 – муфельная печь; 5 и 8 – электроды; 6 – металл (полупроводник); 7 – диэлектрик; 9 – термопара; 10 – потенциометр

$$A = \frac{mg}{b} (1 - \cos \alpha),$$

где  $m$  – масса груза;  $g$  – ускорение свободного падения;  $b$  – ширина отрываемой пленки;  $\alpha$  – измеряемый угол, при котором начинается отрыв.

Исследовалось влияние на адгезию тонких пленок к подложке электрического напряжения, температуры и времени выдержки.

В качестве примера на рис.3 приведены некоторые зависимости, демонстрирующие возможность повышения адгезии предлагаемым способом.

С повышением температуры, при которой получалось соединение, удалось увеличить адгезию пленок меди в 4 раза, алюминия – в 6 раз по сравнению с исходной. Адгезия пленок на контрольных образцах (к которым напряжение приложено не было) практически не изменялась.

Анализ зависимости адгезии от величины электрического напряжения пленок алюминия, полученных вакуумным напылением в одном и том же режиме и обработанных электроадгезионным способом по схеме, показанной на рис.1, при различных температурах (рис.4), показал, что с увеличением напряжения (положительный потенциал приложен к пленке) наблюдается рост адгезии пленки к подложке, который несколько замедляется при больших значениях напряжения.

Приложение к пленке отрицательного потенциала обычно приводило к уменьшению адгезии. По-видимому, причина уменьшения адгезии заключается в обогащении зоны контакта стекло – пленка ионами щелочных металлов, которые разрыхляют стекло и уменьшают его механическую прочность.

Большой интерес представляет возможность улучшения адгезии пленок непосредственно в процессе их конденсации. Одной из мер, применяемых для увеличения адгезии пленок в процессе их конденсации, является нагрев подложки. Однако эта мера в ряде случаев является недостаточной. В некоторых методах нанесения пленочных покрытий, например при ионно-плазменном распылении «со смешением», предусматривается подача на подложку отрицательного

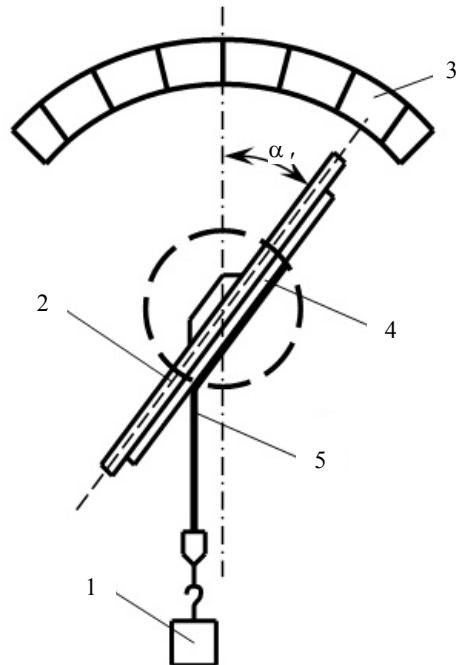


Рис.2. Угловой адгезиометр Кротовой и Дерягина

1 – груз; 2 – пластина; 3 – шкала угломера; 4 – опытный образец (подложка); 5 – пленка, отслаиваемая от подложки

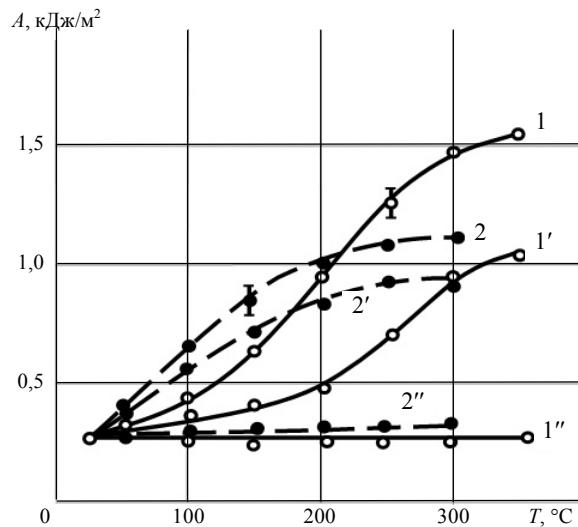


Рис.3. Зависимости работы отрыва медной (штриховые линии) и алюминиевой (сплошные линии) пленок к подложкам из оконного стекла от температуры электроадгезионной обработки при напряжении 300 В (кривые 1, 2 и 1', 2') и нулевом (кривые 1" и 2"). Адгезия пленок измерялась при комнатной температуре

1, 2 и 1", 2" – при времени выдержки  $t = 10$  мин; 1' и 2' – при  $t = 5$  мин

потенциала относительно плазмы. Положительные ионы плазмы бомбардируют подложку в течение всего процесса нанесения пленки, что позволяет получать более высокую адгезию.

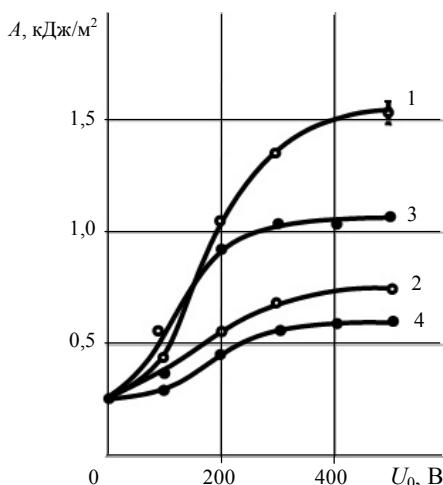


Рис.4. Влияние напряжения на работу отрыва алюминиевой пленки к подложкам из оконного стекла при различных времени выдержки и температуре

1 –  $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 10\text{ мин}$ ; 2 –  $T = 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 10\text{ мин}$ ;  
3 –  $T = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 5\text{ мин}$ ; 4 –  $T = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 5\text{ мин}$

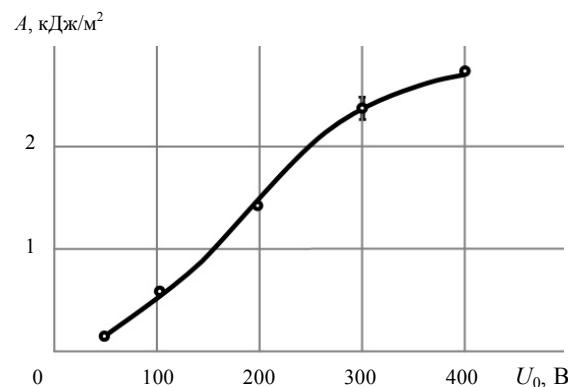


Рис.5. Зависимость адгезии алюминиевой пленки от электрического напряжения, использованного при ее электроадгезионной обработке. Температура подложки  $T = 120\text{ }^{\circ}\text{C}$

кие значения адгезии. Недостаток метода состоит в том, что отрицательный потенциал препятствует образованию переходного окисного слоя, что в некоторых случаях приводит к получению пленок с недостаточной адгезией. Подачей небольшого положительного потенциала на первых стадиях формирования пленки удается обойти эти трудности. Можно видеть, что в данном способе разность потенциалов создается между плазмой и подложкой, а не на границе раздела между пленкой и подложкой, поэтому и необходимая величина адгезии достигается не во всех случаях. В разработанном нами способе в процессе осаждения пленки предусматривается подача положительного потенциала непосредственно на поверхность, на которую осаждается пленка. Для этого на этой поверхности заранее должно быть сделано небольшое контактное пятно, к которому можно подключить прижимной контакт с положительным относительно противоположной поверхности подложки потенциалом.

Увеличение приложенного к пленке и подложке напряжения приводит к значительному росту адгезии пленок, к которым прикладывалось поле, по отношению к тем

образцам, которые испытывали только нагрев и, практически, не изменили своей адгезии (рис.5).

Воздействие электрического поля на образование адгезионной связи пленка – подложка, вероятно, определяется теми же причинами, которые влияют на адгезию уже нанесенных пленок, а именно, появлением большого механического давления на границе раздела пленка – подложка, вследствие особенностей миграционной поляризации стекла и формирования промежуточного окисного слоя между пленкой и подложкой.

Однако влияние электрического поля на адгезию в момент конденсации пленки оказалось значительно, чем на адгезию уже нанесенных пленок. Подтверждение этого факта было получено следующим образом: напряжение прикладывалось к пленке уже после конденсации в одних и тех же условиях (вакуум, температура, напряжение), до вынимания подложки и нарушения вакуума. Увеличение адгезии пленки к подложке в этом случае было значительно меньшим, чем у образцов, конденсация пленки на которые произошла в электрическом поле. Наложение

электрического поля при конденсации пленки приводит, по-видимому, к дополнительной активации поверхности подложки и к появлению большого числа химических связей между адсорбированными атомами металла и материалом подложки. Электроадгезионные силы заставляют атомы металла эффективней притягиваться к подложке и занимать на ней места с минимумом потенциальной энергии, т.е. более глубокие потенциальные ямы, за счет чего прочность соединений пленка – подложка увеличивается. Отметим, что к подобному увеличению адгезии приводят и подвод к подложке какой-либо иной добавочной энергии, например энергии ультразвуковых колебаний [1, 2, 5, 6, 11, 12].

Из представленных данных следует, что возможности практической реализации метода электроадгезионного улучшения адгезии проводящих пленок к диэлектрическим подложкам перспективны и не представляют особой сложности.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Акустостимулированные процессы в Si(Li)-p-i-n детекторах / А.Г.Гаивов, Б.Н.Заверюхин, В.Д.Кревчик, Р.А.Муминов, О.Нигманов, А.Г.Шамагдиев // Письма в ЖТФ. 1984. Т.10. № 10. С.616-620.
2. Головяшкин А.Н. Исследование акустостимулированной компенсации остаточной примеси для улучшения характеристик полупроводниковых детекторов / А.Н.Головяшкин, В.Д.Кревчик // Датчики систем измерения, контроля и управления. Пенза, 1999. Вып.19. С.37-38.
3. Дерягин Б.В. Адгезия твердых тел / Б.В.Дерягин, Н.А.Кротова, В.П.Смилга. М., 1973. 280 с.
4. Жабреев В.А. Адгезионное упрочнение покрытий металлов – стекло / В.А.Жабрев, В.А.Мошников, Н.С.Пщелко, В.В.Томаев // Температуроустойчивые функциональные покрытия: Труды 18-го совещания по температуроустойчивым функциональным покрытиям. Тула, 2001. Ч.1. С.182-187.
5. Заверюхин Б.Н. О температурных интервалах применения Si(Li)-p-i-n детекторов / Б.Н.Заверюхин, В.Д.Кревчик, Р.А.Муминов, Х.Х.Исмаилов, А.Г.Шамагдиев // Атомная энергия. 1984. Т.57. С.207-208.
6. Заверюхин Б.Н. Особенности ультразвукового воздействия на детекторы с неравномерным распределением электрического поля / Б.Н.Заверюхин, В.Д.Кревчик, Р.А.Муминов, Х.Х.Исмаилов, А.Г.Шамагдиев // Физика и техника полупроводников. 1986. Т.20. С.525-528.
7. Озолс А.Р. Физические основы, расчет и применение необратимого электроадгезионного соединения твердых тел / А.Р.Озолс, Н.С.Пщелко, В.Н.Тайров. Рига, 1989. Ч.1. 46 с. Ч.2. 59 с. Ч.3. 60 с.
8. Пщелко Н.С. Влияние шероховатости поверхностей электроадгезионного контакта на его силовые характеристики / Н.С.Пщелко, Т.В.Стоянова // Цветные металлы. 2008. № 5. С.51-57.
9. Пщелко Н.С. Поляризация приповерхностных слоев ионных диэлектриков на границе электроадгезионного контакта с проводником // Наноструктурированные металлы и материалы (Цветные металлы). 2005. № 9. С.44-50.
10. Таиров В.Н. Модель электроадгезионного соединения ионный диэлектрик – металл / В.Н.Тайров, В.А.Приходченко, Н.С.Пщелко // 10-й Всесоюз. симпозиум по механоэмиссии и механохимии твердых тел: Тезисы докладов. М., 1986. С.62.
11. Belyaev A.E., Venger E.F., Ermolovich I.B., Konakova R.V., Lytvyn P.M., Milenin V.V., Prokopenko I.V., Svechnikov G.S., Soloviev E.A., Fedorenko L.L. Effect of microwave and laser radiations on the parameters of semiconductor structures. Kiev, 2002. P.138-148.
12. Syrkov A.G. Methods of physics and chemistry in nanotribology and obtaining of nanostructured metallic materials // Non-ferrous Metals and Materials. 2006. № 4. P.11-17.

## REFERENCES

1. Gaibov A.G., Zaverjuhin B.N., Krevchik V.D., Muminov R.A., Nigmanov O., Shamagdiev A.Sh. Acoustically stimulated processes in Si (Li)-p-i-n detectors // Letters in Journal of Technical Physics. 1984. Vol.10. № 10. P.616-620.
2. Golovjashkin A.N., Krevchik V.D. Research of acoustically stimulated indemnifications of a residual impurity for improvement of characteristics of semiconductor detectors // Sensors of systems of measurement, control and management. Penza, 1999. Issue 19. P.37-38.
3. Derjagin B.V., Krotova N.A., Smilga V.P. Adhesion of solid bodies. Moscow, 1973. 280 p.
4. Zhabrev V.A., Moshnikov V.A., Pshchelko N.S., Tomaev V.V. Anodic bonding hardening of metal-to-glass coverings // Temperature-steady functional coverings: Proc. of 18-th meeting on Temperature-steady functional coverings. Tula, 2001. Part 1. P.182-187.
5. Zaverjuhin B.N., Krevchik V.D., Muminov R.A., Ismailov H.H., Shamagdiev A.G. About temperature intervals of application of Si (Li)-p-i-n detectors // The Atomic energy. 1984. Vol.57. P.207-208.
6. Zaverjuhin B.N., Krevchik V.D., Muminov R.A., Ismailov H.H., Shamagdiev A.G. Features of ultrasonic influence on detectors with non-uniform distribution of electric field // Physics and technics of semiconductors. 1986. Vol.20. P.525-528.
7. Ozols A.R., Pshchelko N.S., Tairov V.N. Physical bases, calculation and application of anodic bonding of solid bodies. Riga, 1989. P.1. 46 p., P.2 59 p., P.3 60 p.
8. Pshchelko N.S., Stoyanova T.V. The influence of a roughness of surfaces of anodic bonding contact on its power characteristics // Nonferrous metals. 2008. № 5. P.51-57.
9. Pshchelko N.S. Surface polarisation of ionic dielectric on border of contact with a conductor // Nanostructured metals and materials (Nonferrous metals). 2005. № 9. P.44-50.

10. Tairov V.N, Prihodchenko V.A, Pshchelko N.S. Model of electroadhesive connection of ionic dielectric to metal // Proc. of 10-th symposium on mechanoemission and mechanochemistry of solid bodies. Moscow, 1986. P.62.
11. Belyaev A.E., Venger E.F., Ermolovich I.B., Konakova R.V., Lytvyn P.M., Milenin V.V., Prokopenko I.V., Svechnikov G.S., Soloviev E.A., Fedorenko L.L. Effect of microwave and laser radiations on the parameters of semiconductor structures. Kiev, 2002. P.138-148.
12. Syrkov A.G. Methods of physics and chemistry in nanotribology and obtaining of nanostructured metallic materials // Non-ferrous Metals and Materials. 2006. № 4. P.11-17.