

文章编号 1004-924X(2007)01-0069-07

# 微电铸器件铸层均匀性的研究

杜立群<sup>1,2</sup>, 刘海军<sup>1,2</sup>, 秦江<sup>2</sup>, 朱神渺<sup>2</sup>

- (1. 大连理工大学 教育部精密与特种加工技术重点实验室, 辽宁 大连 116023;
2. 大连理工大学 辽宁省微纳米技术及系统重点实验室, 辽宁 大连 116023)

**摘要:**理论分析了负脉冲电流对铸层的修饰作用,采用正负间断脉冲电流和正间断负连续脉冲电流进行了相应的微电铸的实验研究。实验采用的微电铸器件是特征宽度为 90  $\mu\text{m}$  的微流控芯片的金属模具。微电铸实验主要包括三个步骤:制作 SU-8 胶模,微电铸和去除 SU-8 胶。为了对实验结果进行对比分析,两组实验的工作时间和电流强度均采用 240 min 和 2.5 A/dm<sup>2</sup>。将正负脉冲电流微电铸与正脉冲电流微电铸的实验结果进行了对比分析。研究表明,正负间断脉冲电流能够获得较好的器件铸层均匀性。由于在负向脉冲的间断时间内,铸层表面附近的浓度极差得以改变,因此正负间断脉冲电流微电铸的铸层均匀性优于正间断负连续脉冲电流微电铸。实验结果与理论分析结果相一致。

**关键词:**铸层均匀性;Fick 第二定律;正负脉冲电流

**中图分类号:**TN405;TG249.9 **文献标识码:**A

## Study on uniformity of micro-electroformed device

DU Li-qun<sup>1,2</sup>, LIU Hai-jun<sup>1,2</sup>, QIN Jiang<sup>2</sup>, ZHU Shen-miao<sup>2</sup>

- (1. Key Laboratory for Precision & Non-traditional Machining Technology of Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116023, China;
2. Key Laboratory for Micro/Nano Technology and System of Liaoning Province, Dalian University of Technology, Dalian 116023, China)

**Abstract:** A theoretical investigation was presented to explain the effect of pulse-reverse current on the uniformity in micro-electroforming, and the micro-electroforming experiments of two different pulse-reverse currents with gaps were carried out. The two pulse-reverse currents were pulse-reverse current with gaps and pulse-reverse current without gaps in negative current, respectively. The micro-device in the experiments was the mold of micro-fluidic chip with feature width of 90  $\mu\text{m}$ . All experiments consisted of three steps: making of SU-8 resist mold, micro-electroforming and removing of SU-8 resist. With the same working time and average current density, 240 min and 2.5 A/dm<sup>2</sup>, comparison was carried out between the pulse-reverse current experiments and the pulse current experiment. In contrast with the data of pulse-current micro-electroforming, better uniformity was obtained in experiments using the pulse-reverse currents. Because concentration difference over the micro pattern was improved during off-time of the negative current, surface quality was better in the experi-

收稿日期:2006-05-20;修订日期:2006-10-08.

基金项目:国家 863MEMS 重大专项(No. 2004AA404260);国家自然科学基金(No. 50675025);教育部和大连市留学回国人员科研启动基金资助

ment using the pulse-reverse current with gaps. Therefore, the results are consistent with the theoretical investigation.

**Key words:** uniformity; Fick second law; pulse-reverse current

## 1 引言

LIGA 技术是一种重要的制作微器件的工艺过程,它包括 X 射线深层光刻、电铸成型和塑铸成型三个工艺过程<sup>[1]</sup>。由于 LIGA 技术所需要的同步辐射 X 光源需要复杂昂贵的同步加速器,而且用于 X 射线的掩模制作成本高,工艺复杂,使得 LIGA 技术的推广和工业化应用在一定程度上受到了限制<sup>[2]</sup>。近年来,随着 MEMS 技术的大幅度发展,微器件的需求量不断增加,成本低廉、操作方便的准 LIGA 技术得到普遍的应用和研究。微电铸作为 LIGA 技术和准 LIGA 技术的关键工艺步骤也成为研究的热点。在微电铸工艺中,铸层的均匀性、表面质量和微观形貌,微电铸器件的机械强度和内应力等都是重要的研究课题<sup>[3]</sup>。

微电铸器件铸层的均匀性包括两方面:铸层高度的均匀性和铸层表面的平整性。在微电铸中,施加脉冲电流能够减小铸层内部的晶粒尺寸、降低铸层内的杂质含量、改善微器件的机械性能<sup>[3]</sup>。一般而言,改善铸层均匀性的方法有两种:一是在电铸液中添加整平剂;二是采用不同的脉冲电流。越来越多的应用研究采用后一种方法<sup>[4-6]</sup>。但是,采用正脉冲电流的微电铸并不能保证微电铸器件铸层的均匀性。由于正负脉冲电流的参数组合比较多样,正负间断脉冲电流在微电铸中的应用研究很少,因此,本文从理论上分析了负脉冲电流对改善铸层均匀性的作用,采用两种不同的正负间断脉冲电流进行了实验研究,并与正脉冲电流的实验结果进行了对比分析,为正负间断脉冲电流在微电铸中的应用研究提供了科学依据。

## 2 负脉冲修饰作用的理论分析

由于微电铸遵循电镀的基础理论,根据 Fick 第二定律,金属沉积可以用下面的等式表示<sup>[7]</sup>:

$$\frac{dC}{dt} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}, \quad (1)$$

求解的边界条件是:

$$\begin{cases} C(0, x) = C_0, \\ C(t, \delta) = C_s, \\ \left. \frac{\partial C}{\partial x} \right|_{x=0} = \frac{i(t)}{zFD}, \end{cases} \quad (2)$$

式中: $C$  是电铸液浓度, $i$  是通过截面的电流密度, $z$  是沉积离子电位, $F$  是法拉第常数, $D$  是扩散系数。

当脉冲周期  $T$  很小的时候,电铸表面的溶液浓度  $C_s$  趋向一个定值<sup>[8]</sup>:

$$C_s = C_0 - \frac{i_{av}\delta}{zFD}, \quad (3)$$

式中: $C_s$  是铸层表面溶液浓度, $C_0$  是溶液本体浓度, $\delta$  是扩散层厚度。

由此式可知,高脉冲频率条件下铸层表面的金属离子浓度不随时间变化。

铸层表面的微观突起的生长率可以根据法拉第定律得到<sup>[8]</sup>:

$$\frac{dh}{dt} = \frac{V}{zF} \Delta i, \quad (4)$$

式中: $V$  是金属摩尔体积, $h$  是铸层生长高度。

在电铸极板表面附近的扩散层内,如图 1 所示,某突起点处( $h \ll \delta$ )的电流密度是该点浓度和该点到基板距离的函数<sup>[8]</sup>,

$$\Delta i = i_{D,t} - i_D \approx \frac{zFD(C_0 - C_s)}{\delta^2} h, \quad (5)$$

其中:

$$\begin{aligned} i_{D,t} &= \frac{zFD(C_0 - C_s)}{\delta - h}, \\ i_D &= \frac{zFD(C_0 - C_s)}{\delta}. \end{aligned}$$

式中: $i_{D,t}$  是扩散层内突起处的电流密度, $i_D$  是平面处的电流密度。

由(4)(5)两式积分得到微观突起的高度:

$$h = h_0 \exp\left(\frac{VD(C_0 - C_s)t}{\delta^2}\right), \quad (6)$$

在第  $m$  组正向脉冲(包括  $n_1$  个正脉冲)的开始时刻,铸层表面微观突起为  $h_{m0}$ ,那么在这组正

脉冲的结束时刻微观突起为:

$$h_p = h_{m0} \exp\left(\frac{VD(C_0 - C_s)T_{on}n_1}{\delta^2}\right), \quad (7)$$

式中: $h_p$  是正向脉冲结束时的微观突起高度, $h_{m0}$  是第  $m$  组正向脉冲开始时的微观突起高度, $T_{on}$  是脉冲导通时间。

在负脉冲时间内,表面突起的溶解率也遵循法拉第定律:

$$\frac{dh}{dt} = \frac{V}{zF}(i_\lambda - i_v), \quad (8)$$

如图 1 所示,突起处的电流密度  $i_\lambda$  大于凹下处的电流密度  $i_\gamma$ ,即  $i_\lambda > i_v$ ,所以,单个负脉冲结

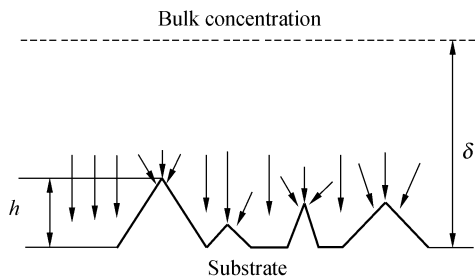


图 1 铸层表面电流分布不均匀示意图

Fig. 1 Sketch of nonuniform current distribution

束后,表面的突起高度因腐蚀溶解而降低,降低的高度值为:

$$h_{off} = \int_0^{T_{off}} dh = \int_0^{T_{off}} \frac{V}{zF}(i_\lambda - i_v) dt, \quad (9)$$

在第  $m$  组负向脉冲(包括  $n_2$  个负脉冲)的结束时刻突起高度:

$$h_m = h_p - h_n \approx h_p - n_2 h_{off}, \quad (10)$$

式中: $h_m$  是第  $m$  组脉冲结束时的突起高度, $h_n$  是第  $m$  组负向脉冲去除的高度。

将式(7)和(9)代入式(10)得到:

$$h_m \approx h_{m0} \exp\left(\frac{VD(C_0 - C_s)T_{on}n_1}{\delta^2}\right) - n_2 \int_0^{T_{off}} \frac{V}{zF}(i_\lambda - i_v) dt, \quad (11)$$

显然,负向脉冲电流的存在减小了铸层表面的微观突起高度,即: $h_m < h_p$ 。

### 3 实验过程

微电铸的工艺步骤主要包括:阴极板的前处理、微电铸和胶模的去除。

本研究以微电铸微流控芯片的模具为例。掩模版图形如图 2 所示,线宽为  $90 \mu\text{m}$ ,其中的标记数字是高度测量点。

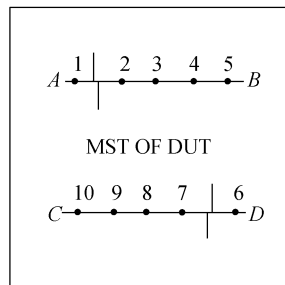


图 2 微电铸图形示意图

Fig. 2 Sketch of micro-electroforming mold

首先利用 SU-8 胶紫外光刻技术做出微电铸的胶模<sup>[9]</sup>,然后采用中国科学院长春光学精密机械与物理研究所生产的精密电铸机和四川新都同力电源设备厂生产的双脉冲电镀电源进行微电铸实验。实验参数是在大量正脉冲电流微电铸实验的基础上总结出来的。下面所列是微电铸实验的基本实验参数:

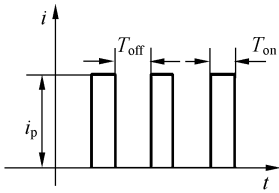
氨基磺酸镍	550 g/l
氯化镍	10 g/l
硼酸	35 g/l
润湿剂	0.1~0.15 g/l
温度	50~55 °C
pH 值	3.8~4.5
电流密度	2.5~3 A/dm <sup>2</sup>

实验采用阴极移动的方式对电铸液进行搅拌,利用磁力驱动循环泵对电铸液进行连续过滤。阴极和阳极均采用纯镍金属板做极板。

实验采用图 3 所示的脉冲电流波形。正负向电流的时间比参照电镀手册推荐的正负电流的时间比值<sup>[10]</sup>,并进行了相应的实验而确定。正负脉冲电流条件下的总体平均电流为:

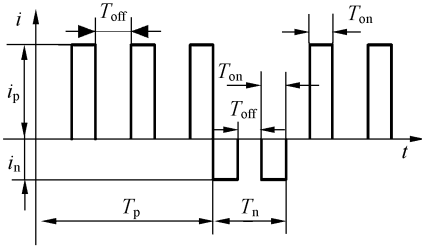
$$i_{av} = \frac{i_{p,av}T_p - i_{n,av}T_n}{T_p + T_n}$$

为了实验结果的可比性,在设备和实验条件允许的前提下,采用了可以保证实验中的总体平均电流相同或接近的正负向的平均电流值。各电流波形的具体参数值见表 1。



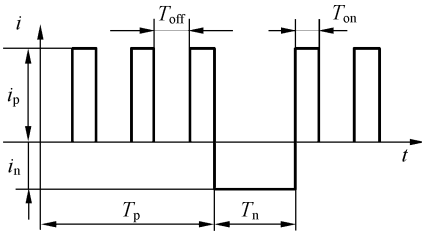
(a) 正脉冲电流波形

(a) Pulse current



(b) 正负间断脉冲电流波形

(b) Pulse-reverse current with gaps



(c) 正间断负连续脉冲电流波形

(c) Pulse-reverse current without gaps in negative current

图 3 三种电流波形图

Fig. 3 Waveforms of three currents

表 1 电流波形的实验参数值

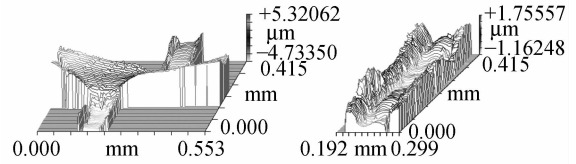
Tab. 1 Parameters of the current

电流波形	$\frac{T_p}{T_n}$	$\frac{T_{on}}{T_{off}}$	$i_{p,av}$ (mA)	$i_{n,av}$ (mA)	$t$ (min)
脉冲电流	—	2 : 8	3.5	—	240
正负间断脉冲电流	5 : 1	2 : 8	5	4	240
正脉冲负连续脉冲电流	5 : 1	2 : 8	5	5	240

## 4 实验结果与讨论

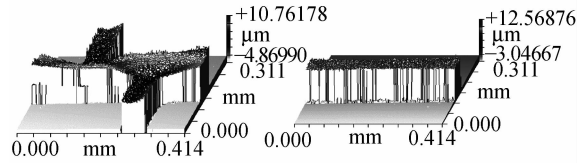
### 4.1 负脉冲对铸层表面平整性的影响

从前面的理论分析可以知道,单个正脉冲在沉积过程中容易生成较高的表面微观突起,降低了铸层的表面平整性。又因为电铸过程中电铸液传质阻力和胶模深宽比的影响,微电铸的铸层表面中间低两边高,表面平整性差。负脉冲电流可以腐蚀溶解表面的微观突起,降低表面粗糙度,提高铸层的表面质量。实验结果很好地证明了这一点。图 4 是三种脉冲电流微电铸后同一观测点处的表面形貌对比图。



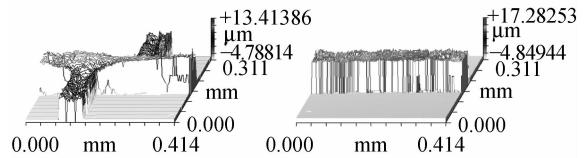
(a) 正脉冲电流

(a) Pulse current



(b) 正负间断脉冲电流

(b) Pulse-reverse current with gaps



(c) 正间断负连续脉冲电流

(c) Pulse-reverse current without

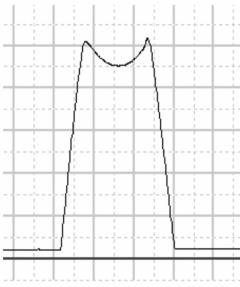
gaps in negative current

图 4 铸层的表面形貌图

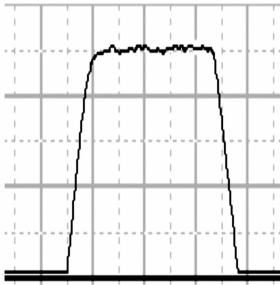
Fig. 4 Surface morphology of electroforming layer

从图 4 可以看出,正脉冲电流得到的表面平整性最差,正间断负连续脉冲电流得到的表面平整性次之,正负间断脉冲电流得到的表面平整性最好。图 5 是三种脉冲电流条件下台阶仪测量得到的铸层横截面的微观轮廓图。显然,后两幅图

的铸层表面较平整,也就是说,正负脉冲电流微电铸得到的铸层表面比较平整。



(a) 正脉冲电流  
(a) Pulse current



(b) 正负间断脉冲电流  
(b) Pulse-reverse current with gaps



(c) 正间断负连续脉冲电流  
(c) Pulse-reverse current without gaps in negative current

图 5 铸层横截面的轮廓图

Fig. 5 Profiles of electroforming layer

负向间断脉冲的优势在于:在同样的平均电流密度条件下,脉冲的峰值电流远远大于连续的电流值,因此提高了电极的极化度,保证了负向电流有效地发挥修饰和溶解作用;同时,在负脉冲的关闭时间内,电铸液能够通过对流和扩散的方式及时补充到电极表面,缓解了电极表面的浓差极化,提高了铸层的沉积效率和表面质量。

由图 5 可知,正负脉冲电流可以修饰正脉冲电流微电铸生成的两端高中间低的铸层不平整性。但是,由于正负脉冲电流的可调参数较多,初步实验中没有获得较好的铸层表面质量。负向电流的大小和工作时间的长短都会影响到铸层的表面质量,负向电流过大会造成过腐蚀,铸层表面生成麻点缺陷;负向电流过小,修饰表面突起的作用减弱。

#### 4.2 负脉冲对铸层高度均匀性的影响

在微电铸过程中,电铸液在胶模微沟道内的对流情况随胶模的宽度和长度而变化,微沟道越长越宽,搅拌引起的阴极表面电铸液的对流就越剧烈。在同样的电流密度条件下,对流强度大,电极表面的扩散较快,因此可以及时地补充电极表面因还原沉积而消耗掉的金属离子,加快铸层的生长率。相反,对流较弱的电极表面生长率相对较低。

负脉冲的修饰作用一定程度上可以降低较高表面的生长率,提高铸层的高度均匀性。由于胶模的沟道宽度在相同的移动方向上不相等,沟道内的对流扩散情况也不相同,因此选择图 2 所示的同方向上的铸层 A-B 和 C-D 作为研究对象。表 2 是三种脉冲电流条件下得到的铸层高度值。

表 2 铸层高度测量值(单位:μm)

Tab. 2 Height of electroforming layers(μm)

测量点	脉冲电流	正负间断脉冲电流	正间断负连续脉冲电流
1	55.58	12.03	15.02
2	64.32	12.3	16.26
3	69.88	12.29	15.18
4	65.91	12.5	16.11
5	68.63	12.59	15.51
6	54.80	11.59	15.97
7	54.01	11.83	15.3
8	60.40	10.89	15.15
9	65.76	11.8	15.04
10	55.60	11.67	14.58
平均值	61.49	11.95	15.41
S. D. 偏差	6.13	0.51	0.54
百分比	9.97%	4.27%	3.24%

从表 2 中的数据和图 6 的变化趋势可以看出,在正脉冲电流的条件下,铸层 A-B 和 C-D 的两端的高度较低,因为在微电铸过程中阴极板沿

着图 2 所示的 A-B 和 C-D 方向做往复直线运动, 两端的对流强度弱于中间部分。负脉冲对突起部分的修饰溶解作用使得中间部分的生长速率降低, 从而减小了由于对流强度的差异造成的高度差, 提高了铸层的高度均匀性。

在, 正负脉冲电流的效率远远低于正脉冲电流的效率。因此, 在改善铸层均匀性的前提下优化正负脉冲电流的工作参数成为下一步研究的重要内容。

## 5 结 论

本研究从理论和实验两方面对正负脉冲电流在改善微电铸器件铸层均匀性方面的作用进行了分析和讨论。在分析了负脉冲对微观突起的溶解作用的基础上, 采用两种不同的正负间断脉冲进行了实验, 利用台阶仪和形貌干涉仪等设备对微电铸的实验结果进行数据采集, 并与正脉冲电流条件下微电铸得到的测量结果进行对比分析。研究表明, 正负脉冲电流可以改善微电铸器件铸层表面的均匀性, 实验结果较好地吻合了理论分析结果。本研究为正负间断脉冲电流在微电铸中的应用研究提供了科学依据, 为脉冲电流在微电铸中的应用研究开拓了新方向。由于负脉冲的存在, 电流效率降低, 在相同的平均电流和电铸时间的条件下, 正负脉冲电流微电铸得到的铸层高度比正脉冲电流微电铸得到的铸层高度低。因此, 如何优化正负脉冲电流的工作参数成为下一步的研究内容。

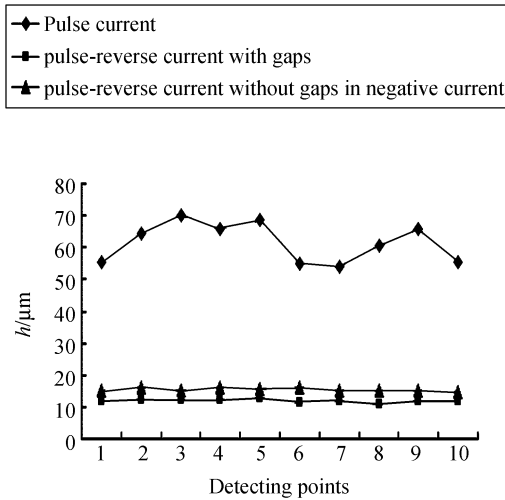


图 6 同方向的铸层高度变化趋势

Fig. 6 Statistical diagram of the height

另一方面, 从表 2 中数据可以看出, 在相同的平均电流和电铸时间的条件下, 由于负脉冲的存

## 参考文献:

- [1] 梁静秋, 姚劲松. LIGA 技术基础研究[J]. 光学 精密工程, 2000, 8(1): 39-41.  
LIANG J Q, YAO J S. The study of LIGA technology[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2000, 8(1): 39-41. (in Chinese)
- [2] 张永华, 丁桂甫, 彭军, 等. LIGA 相关技术及应用[J]. 传感器技术, 2003, 22(3): 60-64.  
ZHANG Y H, DING G F, PENG J, *et al.*. Related technologies and applications of LIGA[J]. *J. Transd. Technol.*, 2003, 22(3): 60-64. (in Chinese)
- [3] YEH Y M, CHEN CH S, TSAI M H, *et al.*. Effect of pulse reverse current on microstructure and properties of electroformed nickel-iron mold insert[J]. *Jap. J. Appl. Phys.*, 2005, 44(2): 1086-1090.
- [4] SANKAR P R, KHATTAK B Q, JAIN A K, *et al.*. Electroforming of copper by periodic reversal process[J]. *Surf. Eng.*, 2005, 21(3): 204-208.
- [5] WONG K P, CHAN K C, YUE T M. Modeling the effect of complex waveform on surface finishing in pulse current electroforming of nickel[J]. *Surf. Coat. Technol.*, 2000, 135(1): 91-97.
- [6] WONG K P, CHAN K C, YUE T M. Modeling of electrocrystallization for pulse current electroforming of nickel[J]. *Appl. Surf. Sci.*, 2001, 178(2): 178-189.
- [7] 邝生鲁, 陈芬儿, 梁启勇. 应用电化学[M]. 武汉: 华中理工大学出版社, 1994.  
KUANG SH L, CHEN F E, LIANG Q Y. *Applied electrochemistry*[M]. Wuhan: Hua Zhong University of Technology Press, 1994. (in Chinese)
- [8] QU N S, CHAN K C, ZHU D. Surface roughening in pulse current and pulse reverse current electroforming of

nickel[J]. *Surf. Coat. Technol.*, 1997,91(3): 220-240.

- [9] 张立国,陈迪,杨帆,等. SU-8 胶光刻工艺研究[J]. *光学精密工程*, 2002,10(3):267-269.

ZHANG L G, CHEN D, YANG F, *et al.*. Research on SU-8 resist photolithography process[J]. *Opt. and Precision Eng.*, 2002,10(3):267-269. (in Chinese)

- [10] 张允诚,胡如南,向荣. 电镀手册[M]. 北京:国防工业出版社,1997.

ZHANG Y CH, HU R N, XIANG R. *Electroplating manual*[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 1997. (in Chinese)

作者简介:杜立群(1966—),女,黑龙江人,副教授,博士,主要研究方向为微机电系统。E-mail:duliquan@dlut.edu.cn