

文章编号 1004-924X(2023)10-1464-11

微惯性开关制作过程中界面结合强度研究

杜立群^{1,2}, 孔德健^{2*}, 王 帅², 蔡小可², 郭柄江²

(1. 大连理工大学 高性能精密制造全国重点实验室, 辽宁大连 116024;

2. 大连理工大学 辽宁省微纳系统重点实验室, 辽宁大连 116024)

摘要:在利用微电铸工艺制作惯性开关的过程中,经常会出现由于界面结合强度低而引起的铸层翘起问题。微电铸层与基板的界面结合强度低会降低微开关的制作成品率、延长制作周期、增加制作成本。针对这一问题,本文从界面钝化膜的角度,采用了“电解活化去除钝化膜”和“引入 Cu 过渡层”的方法。为探究钝化膜对界面结合强度的影响,通过 Materials Studio 软件对不同钝化膜去除率模型的界面结合能进行仿真计算,计算结果表明钝化膜去除率越高越有利于界面结合强度的提高,在完全去除钝化膜后界面结合强度提高了 197%;为探究过渡金属对界面结合强度的影响,分别以 Cu, Cr, Ti 作为过渡层,与不锈钢基板和镍铸层建立结合层体系,计算体系的结合能,计算结果表明 Cu 与基板、Cu 与铸层的结合能最高,与未引入过渡金属相比,引入 Cu 后界面结合强度提高了 81%。在仿真研究结果的基础上,开展了电解活化实验,通过电解活化法去除了基板表面的钝化膜,实验结果表明:电解活化区域铸层的界面结合强度明显高于未活化区域铸层的界面结合强度;同时开展了铜过渡层实验,对比了有无 Cu 过渡层的界面结合强度,实验结果表明:引入 Cu 后,铸层的界面结合强度明显提高。在上述仿真和实验结果的基础上,制作出尺寸为 23 mm×20 mm、总高度为 900 μm 的微惯性开关。

关键词:微惯性开关;微电铸;界面结合强度;分子动力学;电解活化

中图分类号:TG111.4;TP212 **文献标识码:**A **doi:**10.37188/OPE.20233110.1464

Study on interfacial bonding strength during fabrication of micro inertial switch

DU Liqun^{1,2}, KONG Dejian^{2*}, WANG Shuai², CAI Xiaoke², GUO Bingjiang²

(1. State Key Laboratory of High-performance Precision Manufacturing, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China;

2. Key Laboratory for Micro/Nano Technology and System of Liaoning Province, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

* Corresponding author, E-mail: k1142027444@163.com

Abstract: During the fabrication of inertial switches via micro-electroforming, casting layer warping is frequently encountered owing to the low bonding strength at the interface. Such low bonding strength between the micro-electrocasting layer and substrate is expected to reduce the production yield and prolong the production cycle while increasing production costs. To address this problem, in this paper, methods that involve "removing a passivated film using electrolytic activation" and "introducing a Cu transition layer"

收稿日期:2022-11-29;修订日期:2023-01-07.

基金项目:国家重点研发计划资助项目(No. 2022YFB4601602);国家自然科学基金资助项目(No. 51975103)

are proposed from an interface passivated film perspective. To explore the impact of the passivation film on the interface binding strength, the interface binding energies of different passivation film removal models are simulated using the Materials Studio software. The calculation results reveal that the higher the passivation film removal rate, the better the interface binding strength. The interface binding strength increases by 197% after the passivation film is completely removed. To examine the influence of transition metals on the interface binding strength, Cu, Cr, and Ti are used as transition layers to establish a bonding layer system with a stainless-steel substrate and nickel cast layer, and the binding energy of the system is determined. The calculation results reveal that the binding energy between Cu and the substrate, as well as between Cu and the cast layer, is higher. The interfacial bonding strength increases by 81% with the introduction of Cu compared to that without the introduction of the transition metal. Based on the simulation results, electrolytic activation experiments are conducted to remove the passivated film from the substrate surface using electrolytic activation. The experimental results indicate that the interfacial bonding strength of the cast layer in the electrolytic activation zone is significantly higher than that in the non-activated zone. Simultaneously, a similar Cu transition layer experiment is conducted, and it demonstrates that the interface bonding strength of the cast layer is significantly improved after introducing the Cu transition layer. Based on the aforementioned simulation and experimental results, a micro inertial switch with a size of 23×20 mm and a total height of 900 μm is fabricated.

Key words: micro inertial switch; micro electroforming; interface bonding strength; molecular dynamics; electrolytic activation

1 引 言

MEMS (Micro-Electro-Mechanical System) 微惯性开关是一种微型传感器,通过感受冲击变化来监测系统加速度、角度、振动等物理状态。相比于传统保险机构,其结构尺寸更小、智能化程度更高、可批量生产,正在被广泛应用于航空航天、精密仪器以及集成电路等领域。目前微惯性开关主要采用硅和金属材料制作。硅材料较脆,使用硅材料制作的微惯性开关抗过载能力较差^[1],而使用金属材料制作的微惯性开关具有机械强度高、抗冲击性能好的优点。金属微惯性开关的需求量正在不断增加,应用也愈加广泛。

金属微惯性开关通常采用 UV-LIGA (Ultra-violet Lithographie Galvanoformung Abformung) 技术^[2-4]进行制作。UV-LIGA 技术在光刻过程中利用紫外线代替了昂贵的同步辐射光源,大大降低了制作成本,且满足微开关的加工精度要求。然而在利用微电铸工艺制作金属微惯性开关的过程中,存在铸层与基板间界面结合强度低的问题,会导致微开关制作成品率低,从而延长了制作周期、增加了制作成本^[5]。

国内外研究人员针对界面结合强度这一问题开展了相关研究:Montriro 等人^[6]采用了改进的合金浸锌酸盐技术对基板进行了预处理,使得铸层的界面结合强度比未处理前提高了两倍。杨雨风^[7]等人通过 Cu-Cu 连接线电镀镍的方法,得到了结合强度大于铜基材本身的 Cu-Ni-Cu 结构。陶金^[8]等人采用电解活化 304 不锈钢后再电镀镍的方法,得到了结合方式由机械嵌合转为金属键结合的镀镍层,提高了界面结合强度。本文通过在微惯性开关的制作工艺中加入“电解活化去除钝化膜”和“引入 Cu 过渡层”的方法,提高了铸层与基板的界面结合强度,最后基于以上研究,制作出了尺寸为 $23 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ 、总高度为 900 μm 的镍金属微惯性开关。

2 数值模拟

2.1 微惯性开关的结构

本文制作的微惯性开关是一种微型保险机构,由通用框架、质量块、弹簧、离心保险锁、悬臂卡锁、锁座 6 部分组成。总体设计尺寸为 $23 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ 、总设计高度为 900 μm ,如图 1 所

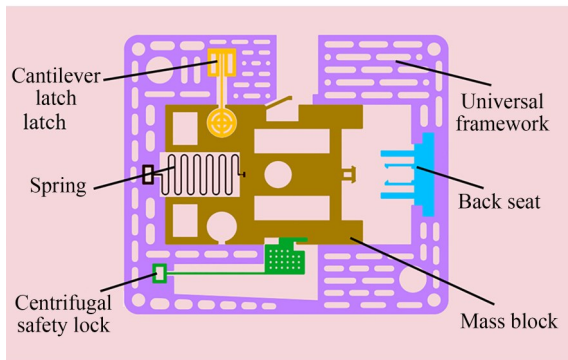


图1 微惯性开关的组成部件

Fig. 1 Component diagram of microinertial switch

示。在上述微开关的6个组成部件中,由于通用框架的面积最大、制作高度最高,因此铸层与基板的界面结合强度最差^[9]、制作难度最大,往往在未达到微开关要求的制作高度时,微电铸层就会从基板上翘起脱落导致微开关制作失败。

微开关的制作高度要求为900 μm,而在电铸层高度仅300~400 μm时,就会出现局部铸层从基板翘起的现象,若继续电铸,电铸层将会继续翘起直至完全脱落,如图2所示。最终成品率为零。为了提高微开关的制作成品率、缩短制作周期、降低制作成本,提高微电铸层与基板间的界面结合强度尤为重要。

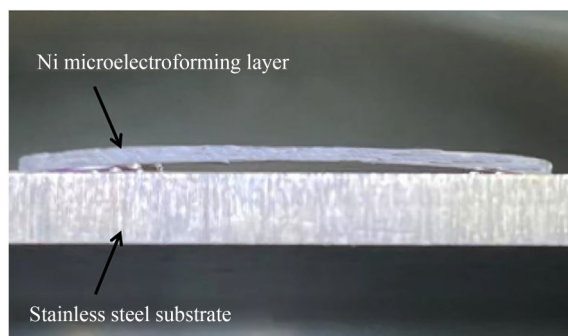


图2 微电铸层翘起脱落

Fig. 2 Microelectroforming layer warped off

2.2 钝化膜对界面结合强度的影响

2.2.1 钝化膜-Ni体系结合能计算

实验所选用的316不锈钢基板具有较好的化学稳定性,常温下其表面会形成一层致密的钝化膜,通常为铬、铁的氧化物及氢氧化物^[10]。这层物质附着在不锈钢基板表面会影响界面结合强度。

为了探究钝化膜对界面结合强度的影响,通过Materials Studio软件构建了钝化膜-Ni结合层体系模型。具体构建方法如下:通过Build工具栏中的Crystals功能分别建立镍、钝化膜(Cr_2O_3)单晶胞;进行切晶面操作后扩建为单晶胞的supercell单元;随后通过构建结合层功能将两种单晶胞的supercell单元构建为结合层体系,设置真空层为1.0 nm,设置模型的长宽高尺寸分别为20 Å,20 Å,30 Å(文中仿真模型尺寸均一致)。构建完成的钝化膜-Ni结合层体系模型如图3所示。

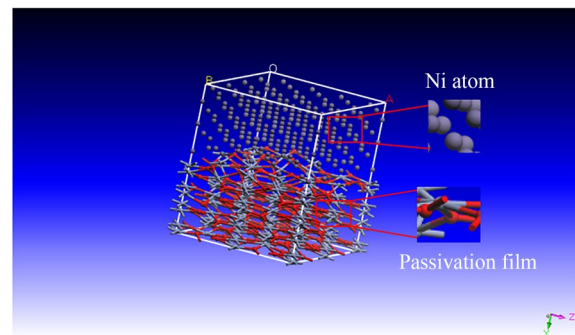


图3 钝化膜-Ni结合层体系

Fig. 3 Passivated film-Ni bonded layer system

当结合层体系模型构建完成后,给体系中所有原子赋予COMPASS(Condensed-phase Optimized Molecular Potentials for Atomistic Simulation Studies)力场并进行能量最优化处理(选择Smart Minimizer法)。最后通过Forcite模块的Anneal热处理功能进行分子动力学仿真。设置起始温度为273 K,终止温度为373 K,系综设置为NVT系综,循环次数设置为10次,总步长设置为10 000步。仿真完成后提取10个温度点下的结构计算结合能,计算公式如下:

$$E_{\text{binding}} = -E_{\text{interaction}}, \quad (1)$$

$$E_{\text{intention}} = E_{\text{total}} - (E_{\text{surface1}} + E_{\text{surface2}}), \quad (2)$$

式中: E_{binding} 表示结合能; $E_{\text{interaction}}$ 表示界面两种物质之间的相互作用能; E_{total} 表示结合层体系的总能量; E_{surface1} 表示镍超晶胞的单点能; E_{surface2} 表示钝化膜超晶胞的单点能。

将10个温度点下钝化膜-Ni体系的结合能数值从仿真文件Layer Anneal中提取出来。经计算,钝化膜-Ni体系的结合能均值为 0.864×10^4

kJ/mol。

2.2.2 不锈钢-Ni体系结合能计算

文献[8]表明,去除钝化膜有利于提高界面结合强度。常用的去除钝化膜的方法有:电化学去除法^[11]、化学去除法、机械去除法^[4]。将钝化膜完全去除后,理想条件下的基板剩余晶胞为不锈钢。

为了探究完全去除钝化膜后理想条件下的界面结合强度的提升程度,采用了与前节相同的仿真模型构建方法,建立了完全去除钝化膜后(不锈钢-Ni)的结合层体系,如图4所示。

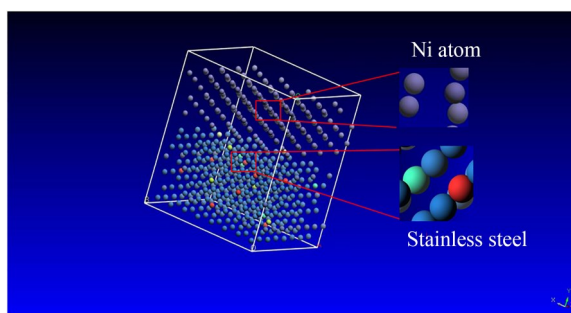


图4 不锈钢-Ni结合层体系

Fig. 4 Stainless steel -Ni bonded layer system

完成结合层体系构建后,采用与前节相同的仿真参数对不锈钢-Ni模型进行仿真计算。提取10个温度点下的结构,根据公式(1)和公式(2)进行结合能的计算(公式中 surface2 代表不锈钢层)。经计算,不锈钢-Ni体系的结合能均值为 2.583×10^4 kJ/mol。

从计算结果看出,不锈钢-Ni体系的结合能明显高于钝化膜-Ni体系的结合能,表明钝化膜的存在会降低界面结合强度。

2.3 钝化膜去除率对界面结合强度的影响

在通过实验方法去除钝化膜的过程中,由于实验参数的不同往往无法完全去除钝化膜。为了探究钝化膜去除率对界面结合强度的影响,本小节建立了钝化膜去除率分别为20%,50%和80%的仿真模型,即掺杂结构-Ni结合层模型。其中掺杂结构为钝化膜(Cr_2O_3)与不锈钢的混合单元,图5所示为钝化膜去除率为50%所对应的仿真模型。

在模型建立完成后,对掺杂结构-Ni结合层

的界面结合能进行仿真计算。计算完成后,将结合能数值从仿真文件 Layer Anneal 中提取出来,根据公式(1)和公式(2)进行结合能的计算(公式中 surface2 代表掺杂结构层)。经计算,钝化膜去除率为20%时体系的结合能均值为 1.216×10^4 kJ/mol、去除率为50%时结合能均值为 1.469×10^4 kJ/mol、去除率为80%时结合能均值为 2.152×10^4 kJ/mol。将2.2节、2.3节10个温度点下的结合能计算结果汇总后绘制了下图6。其中钝化膜去除率0%时结合能的计算结果采用了2.2节中钝化膜-Ni模型结合能的计算结果,钝化膜去除率100%时结合能的计算结果采用了2.2节中不锈钢-Ni模型结合能的计算结果。

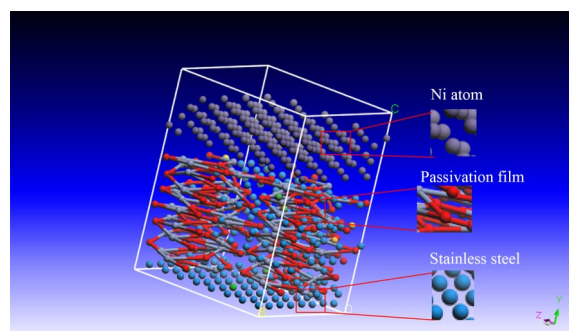


图5 钝化膜去除率50%的掺杂结构-Ni结合层体系

Fig. 5 Passivation film removal rate of 50% doping structure-Ni binding layer system

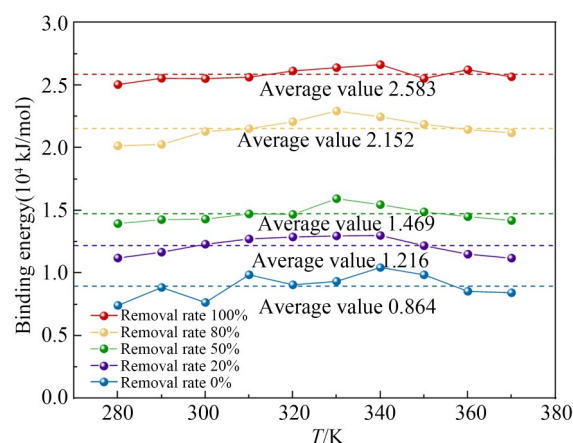


图6 不同钝化膜去除率下体系的结合能随温度变化关系

Fig. 6 Binding energy of the system varies with temperature under different passivation film removal rates

由图6可以得出:

(1)以上五种体系不同温度下的结合能在平均值上下浮动。经计算,10个点的标准差小于0.2,证明不同温度下的结合能浮动范围较小,所以将结合能的平均值作为评价体系结合能大小的标准;

(2)在同一尺寸的仿真模型下,结合能均值的计算结果由高到低依次为钝化膜去除率100%,80%,50%,20%,0%,证明钝化膜(Cr_2O_3)去除率越高越有利于界面结合能的提高。以结合能的平均值作为界面结合强度的评价标准,计算结果表明:在完全去除钝化膜的理想条件下,界面结合强度提高了197%。

2.4 引入过渡金属提高界面结合强度

由于钝化膜的存在会大幅降低铸层与基板间的界面结合强度,因此可以选择合适的金属作为基板与铸层之间的过渡层,抑制基板表面钝化膜的再生并提高界面结合强度。

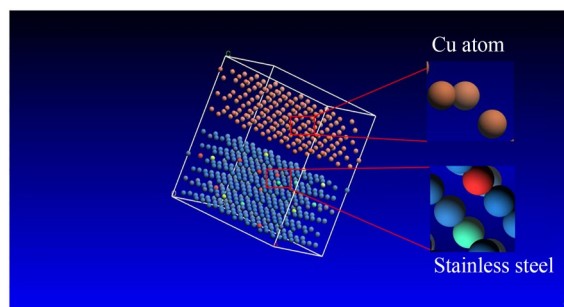
作为过渡金属,其选用条件是要保证与基板和铸层两侧的界面结合强度均高,而不能出现一侧结合强度高另一侧结合强度低的情况。为了探究过渡金属对界面结合强度的影响,首先对过渡金属与不锈钢基板的结合能进行了模拟计算,并与铸层金属Ni和不锈钢的结合能进行对比。Cu,Cr,Ti三种金属材料常作为过渡层来提高界面结合强度^[12-13],通过MS软件的Crystals功能分别建立了Cu,Cr,Ti三种单晶胞,建立完成后与不锈钢晶胞构建为结合层体系,构建完成的结合层体系模型如图7所示。

当采用与上述相同的仿真参数完成仿真后,根据公式(1)和公式(2)对三种体系的结合能数值进行计算(其中surface1代表Cu,Cr,Ti层,surface2代表不锈钢层),数值的计算结果及随温度的变化关系如图8所示。在图8中,Ni-不锈钢的结合能计算结果采用了2.2.2节中相同仿真模型的结合能计算结果。

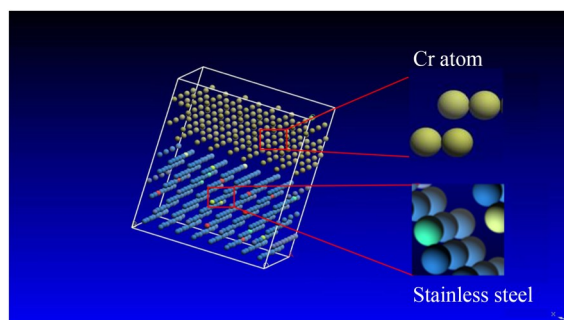
由图8可以得出:

(1)过渡金属与不锈钢不同温度下的结合能在平均值上下浮动,其中Cu与不锈钢的结合能在整个温度范围内均要高于Cr,Ti与不锈钢的结合能;

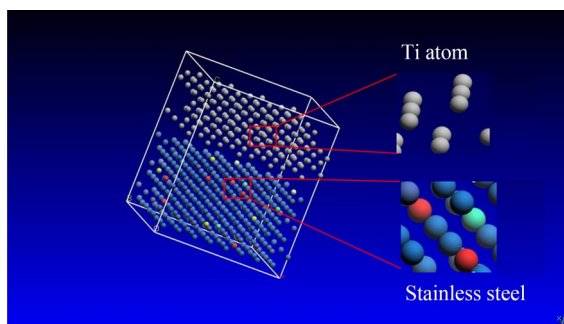
(2)经计算,Cu与不锈钢的结合能均值为



(a) Cu-不锈钢结合层体系
(a) Cu-stainless steel bonded layer system



(b) Cr-不锈钢结合层体系
(b) Cr-stainless steel bonded layer system



(c) Ti-不锈钢结合层体系
(c) Ti-stainless steel bonded layer system

图7 过渡金属与不锈钢基板的结合层体系模型
Fig.7 Model of bonding layer system between transition metal and stainless steel substrate

4.674×10^4 kJ/mol, Ti 为 3.925×10^4 kJ/mol, Cr 为 1.794×10^4 kJ/mol。而根据2.2.2节的计算结果,Ni与不锈钢的结合能均值为 2.583×10^4 kJ/mol。Cu,Ti与基板的结合能比Ni与基板的结合能高。

上述的仿真过程确定了三种过渡金属与不锈钢的结合能大小,为了满足过渡层金属的选用条件,还需对Cu,Cr,Ti三种过渡金属与Ni铸层的结合能进行计算。通过MS软件构建Cu-Ni,

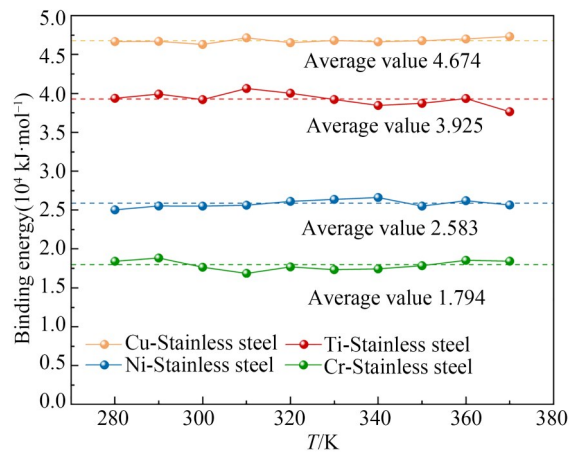


图8 四种体系的结合能随温度变化关系
Fig. 8 Binding energy of the four systems varies with temperature

Cr-Ni, Ti-Ni 的结合层体系模型后,采用相同的仿真参数计算三种体系的结合能,结合能数值计算结果随温度的变化关系如图 9 所示。在图 9 中,实线代表各温度点下体系的结合能,虚线代表结合能均值。

由图 9 可知:Cu 与 Ni 的结合能要明显高于 Cr, Ti 与 Ni 的结合能,并且在 330 K 时 Cu 与 Ni 的结合能达到最大值 14.875×10^4 kJ/mol。

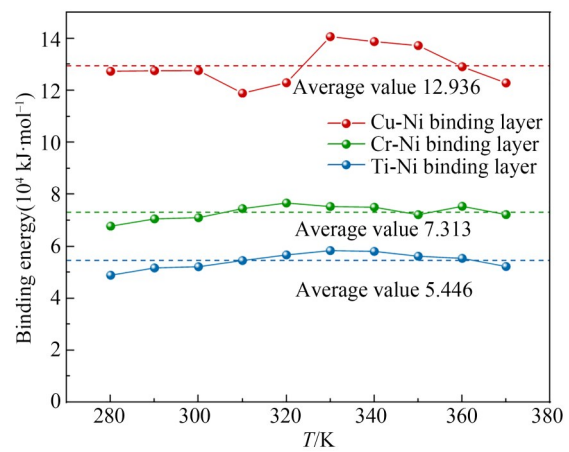


图9 Cu,Cr,Ti与Ni铸层的结合能随温度变化关系
Fig. 9 Binding energy of Cu, Cr, Ti and Ni castings varies with temperature

最后根据本节的仿真结果,将不同体系的结合能平均值列入到下表 1 中,并以结合能的平均值作为界面结合强度的评价标准。在三种过渡金属中,Cu 提升界面结合强度的效果最好,当 Cu 作为过渡金属时,Cu 与 Ni 铸层、不锈钢基板的结合能最高。与未引入过渡金属(Ni-不锈钢)的界面结合强度相比,引入 Cu 过渡层后界面结合强度提高了 81%。

表 1 不同体系的结合能平均值大小关系				
Tab. 1 Relationship between the mean value of binding energy of different systems				
Material name	Binding energy of stainless steel (kJ·mol ⁻¹)	Interface bonding strength of stainless steel(Ni-stainless steel as 1)	Binding energy of Ni(kJ·mol ⁻¹)	Interfacial bonding strength of Ni (Ni-stainless steel as 1)
Cu	4.674×10^4	1.81	12.936×10^4	5.01
Ti	3.925×10^4	1.52	5.446×10^4	2.11
Ni	2.583×10^4	1	\	\
Cr	1.794×10^4	0.69	7.313×10^4	2.83
Stainless steel	\	\	2.583×10^4	1

3 界面结合强度实验

3.1 电解活化实验

根据仿真结果可知,钝化膜去除率越高,铸层的界面结合强度越高,去除钝化膜是提高界面结合强度的有效手段。本节开展了电解活化去除钝化膜的实验研究。

电解活化实验中,基板选用 316 不锈钢,电解液选用 NaCl 电解液。实验过程是在 NaCl 电解液中对 316 不锈钢基板的四个区域分别电解活化 0 s, 20 s, 40 s, 60 s, 具体实验参数见表 2, 电解活化后基板表面的形貌如图 10 所示, 随着电解时间的增加基板表面的微坑逐渐增多, 钝化膜的去除量逐渐增加, 铸层与基板的接触面积也在不断增

表 2 电解活化实验参数

Tab. 2 Experimental parameters of electrolytic activation

Project	Numerical value/Condition
Voltage/V	15
Electrolyte	Wt 15% NaCl
Electrolyte temperature / $^{\circ}\text{C}$	25
Time/s	0, 20, 40, 60
Duty cycle/%	15
Frequency/kHz	25
Substrate material	SUS 316

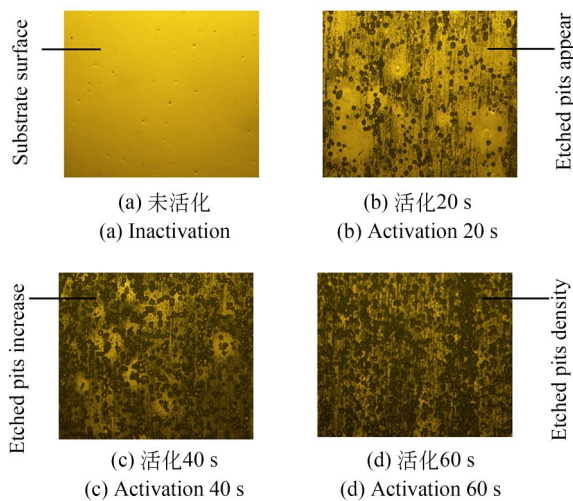


图 10 电解活化不同时间基板表面形貌

Fig. 10 Surface morphology of substrate at different time of electrolysis activation

大。钝化膜去除率和电解活化时间的关系见表 3。

电解活化后使用去离子水冲洗掉基板表面的电解产物, 然后对四个区域进行精密微电铸。微电铸后采用剥离法^[14]定性测量了四个区域铸层的界面结合强度: 即将实验片放入功率为 250 W, 超声频率为 90 kHz 的超声清洗机中, 通过超声振动来剥离四个区域的镍铸层。

超声振动 3 min 30 s 时, 未电解活化区域的铸层完全脱落 (如图 11(a)), 而电解活化区域的铸层在振动 15 min 内并未有分离迹象 (如图 11(b)), 具体结果见表 3。实验结果表明: 电解活化去除钝化膜的方法提高了铸层的界面结合强度。

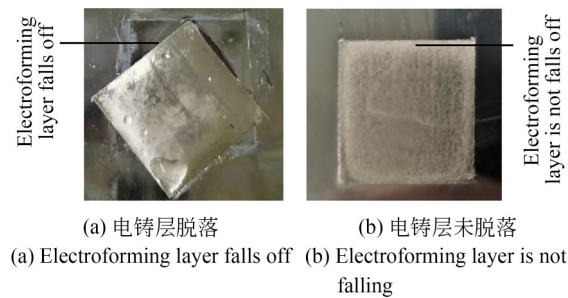


图 11 超声振动后微电铸层形貌图

Fig. 11 Morphology of microelectroforming layer falls off is not falling after ultrasonic vibration

表 3 电解活化实验界面结合强度的测量结果

Tab. 3 Measurement results of interface bonding strength in electrolysis activation experiment

Test sample	Ultrasonic vibration time	Passivation film removal rate	Experimental result
Inactivation	3 min 30 s	0%	Electroforming layer falls off
Activation 20 s	15 min	20%	Electroforming layer is intact
Activation 40 s	15 min	60%	Electroforming layer is intact
Activation 60 s	15 min	85%	Electroforming layer is intact

3.2 铜过渡层实验

根据 2.3 节的仿真结果, 铜过渡层可以提高界面结合强度。本节开展了引入铜过渡层提高界面结合强度的实验研究。设计了如图 11 所示的实验结构, 对比有无 Cu 过渡层的界面结合强度。

图 11 中, 在一片 316 不锈钢实验片上划分出

两个区域: 区域 1 直接电铸镍, 区域 2 引入 Cu 过渡层后再电铸镍。其中 Cu 过渡层采用精密微电铸机进行制备, 在 50 $^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴下, 采用 Cu-SO_4 溶液为电铸液、电流为 60 mA, 微电铸 1 h, 获得了 5 μm 左右的 Cu 过渡层, 制备后的 Cu 层如图 12 所示。

对区域 1 和区域 2 进行微电铸后, 采用剥离

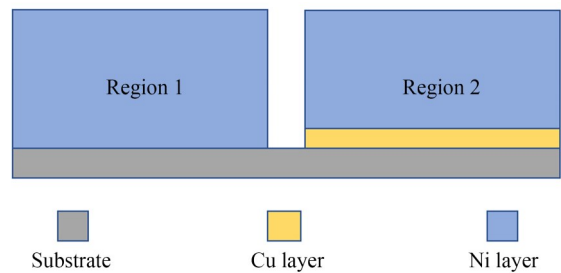


图 11 铜过渡层实验的实验结构

Fig. 11 Experimental structure of copper transition layer experiment

法定性地测量了两个区域铸层的界面结合强度。在 90 kHz 的超声振动 1 min 45 s 时,区域 1 的铸层开始脱落,至 3 min 27 s 铸层完全脱落,区域 2

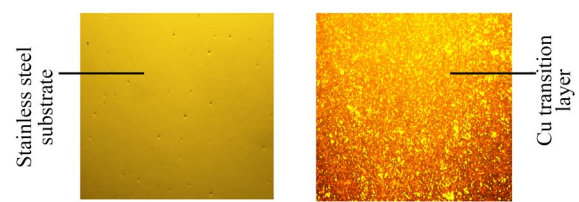


图 12 制备 Cu 层前后基板的表面形貌

Fig. 12 Surface morphology of the substrate before and after Cu layer was prepared

的铸层由超声振动 4 min 15 s 时开始脱落,至 6 min 22 s 完全脱落,具体实验结果见表 4。从实验结果来看,区域 2 铸层的开始脱落和最终脱落时长均大于区域 1,表明引入 Cu 过渡层提高了铸层的界面结合强度。

表 4 铜过渡层实验界面结合强度的测量结果

Tab. 4 Measurement results of interface bonding strength of copper transition layer

Test sample	Start shedding time	Complete shedding time	Experimental result
No Cu layer	1 min 45 s	3 min 27 s	Ni layer falls off
Cu layer	4 min 15 s	6 min 22 s	Ni layer falls off

4 微惯性开关的制作

在上述仿真及实验结果的基础上开展了金属微惯性开关制作工艺研究。制作流程可分为基板预处理、SU-8 胶模制作、电解活化、制备 Cu 过渡层、微电铸及去胶释放,整体的工艺流程图如下。

4.1 基板预处理

基板预处理包括基板研磨、清洗和烘干以去除基板表面的凹坑、毛刺等缺陷。将不锈钢基板

研磨至无深划痕后抛光至镜面状,进行超声清洗后置于烘干机中烘干。

4.2 SU-8 胶模制作

通过台式匀胶机在处理好的基板上均匀的旋涂 SU-8 光刻胶,后续通过前烘、曝光、后烘、显影等工艺,获得精密微电铸所需的 SU-8 胶母模^[15]。

4.3 电解活化

根据仿真和实验结果,去除钝化膜对于提高界面结合强度至关重要。虽然在基板预处理过

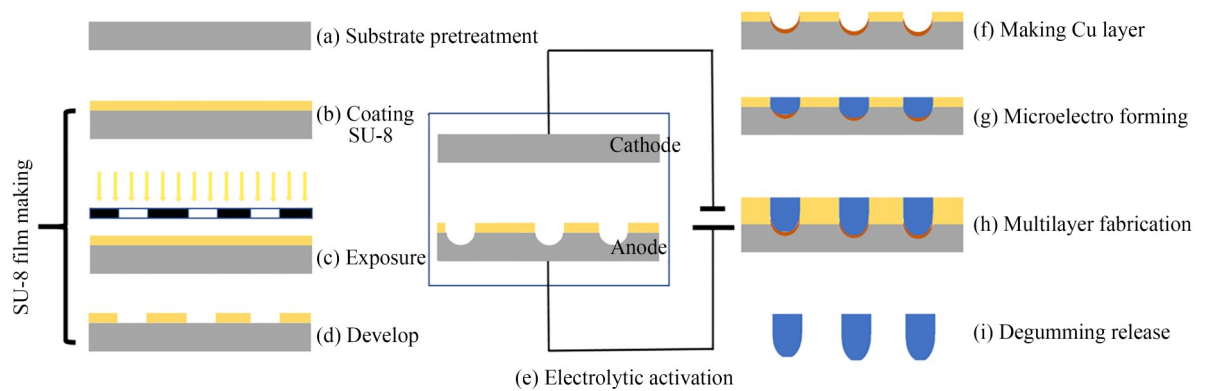


图 13 微惯性开关的制作流程

Fig. 13 Fabrication process of micro inertial switch

程中机械研磨可以去除钝化膜,但是后续的清洗烘干过程中钝化膜会再生^[4],因此电铸前进行电解活化去除钝化膜是工艺过程中必不可少的一环。根据 2.2 节和 2.3 节的仿真结果,钝化膜去除率越高界面结合强度就越高,从 3.1 节的实验结果可知电解活化时间越长钝化膜的去除率就越高,钝化膜含量就越低,考虑到要尽可能多地去除钝化膜,因此电解活化 20 s 并不合适。此外,电解活化时间过长不利于后续的微开关去胶释放环节,因此最后电解活化时间确定为 40 s。

电解活化的具体过程是将带有 SU-8 胶模的实验基板作为工具阳极,石墨板作为工具阴极,采用如图 14 所示的实验装置对微结构表面进行电解活化,随后用去离子水冲洗基板表面以去除电解产物,最后得到了电解活化后的微结构表面。

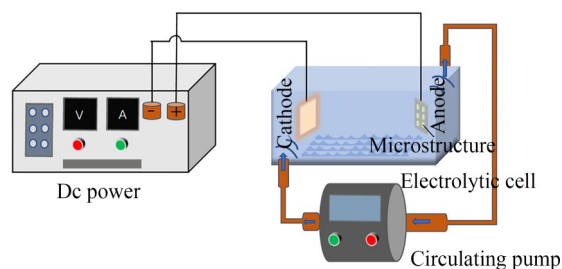


图 14 电解活化实验装置

Fig. 14 Experimental apparatus for electrolytic activation

4.4 制备 Cu 过渡层

在电解活化后制备 Cu 过渡层可以提高界面结合强度,并作为“牺牲层”,在微结构制作完成后通过 Cu 刻蚀液 ($0.02 \text{ g/ml FeCl}_3 + 0.005 \text{ g/ml KCl}$ 混合溶液) 去除 Cu 过渡层,避免由于结合强度过高导致微结构无法从基板上取下的情况出现。制备后的 Cu 过渡层均匀地覆盖了电解活化后的微结构表面,如图 15 所示。

4.5 精密微电铸

利用夹具将实验基板与精密电铸机阴极相连后浸入氨基磺酸镍电铸液中,电铸时间根据胶模厚度而定,电沉积速率为 $10 \mu\text{m/h}$ 。

4.6 去胶释放

将通过叠层制作后达到设计高度要求的实验片置于 SU-8 胶去胶液 (主要成分为 N-甲基吡咯烷酮) 中进行溶胀去胶处理。待微结构中无

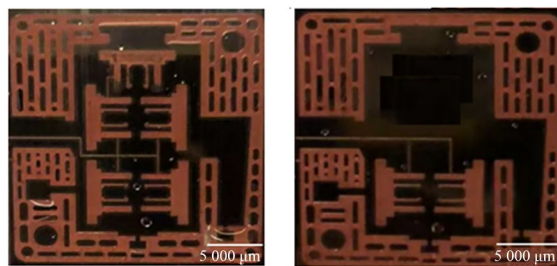


图 15 均匀覆盖微结构表面的 Cu 过渡层

Fig. 15 Cu transition layer uniformly covering the surface of microstructure

SU-8 胶残留后,将实验片放入 $0.02 \text{ g/ml Fe-Cl}_3 + 0.005 \text{ g/ml KCl}$ 混合溶液中刻蚀 1 min 30 s 以去除 Cu 过渡层,将 Cu 层作为牺牲层去除后,顺利从不锈钢基板上取下制作完成的微结构。

经过上述工艺步骤后,得到的微惯性开关如图 16 所示。

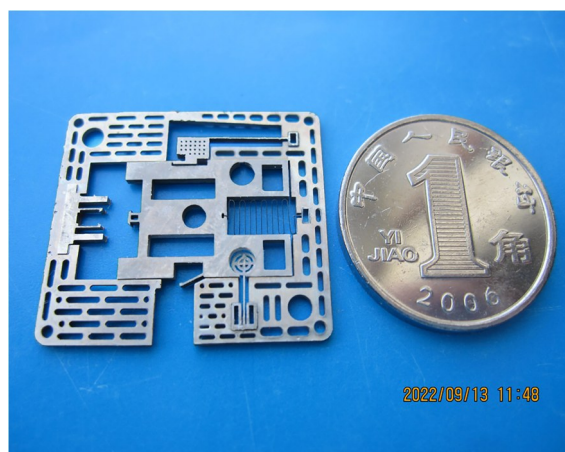


图 16 制作完成的微惯性开关

Fig. 16 Completed micro inertial switch

图 17 为微开关制作过程中实验片的整体图。在微开关的制作过程中,没有采用“电解活化去除钝化膜”和“引入 Cu 过渡层”的方法之前,实验片 8 个框架的局部铸层均有 30%~70% 面积的翘起 (其中以区域 1~区域 8 的铸层翘起最为严重,已经严重影响正常制作),随着制作过程的持续,最终会导致图 17 中框架结构整体脱落,从而无法达到制作要求高度,微开关的制作成品率为 0%。在采用了“电解活化去除钝化膜”和“引入 Cu 过渡层”的方法后,制作过程中微电铸层并未翘起脱落 (达到制作要求高度 $900 \mu\text{m}$)。图 17 中区域 9 由于胶模脱落最终未达到要求的制作高

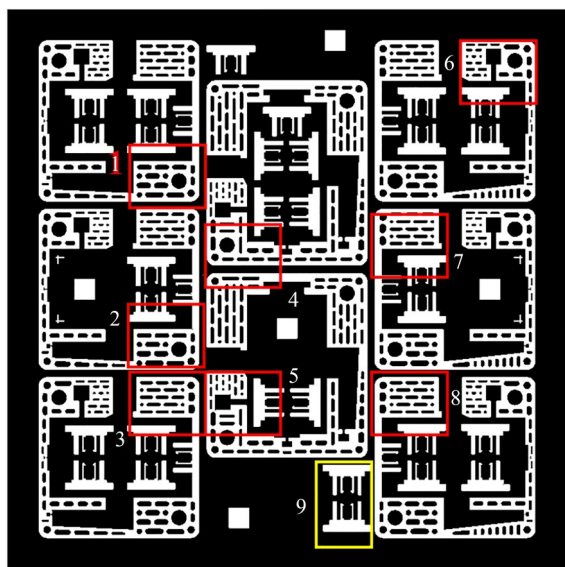


图 17 微开关制作过程中实验片整体图

Fig. 17 Microswitch production process of the overall picture of the experimental piece

度,以微电铸面积进行成品率的衡量(总面积 $1\,920\text{ mm}^2$,区域9面积约 50 mm^2)整体成品率约为 97.4% 。

通过“电解活化去除钝化膜”和“引入Cu过渡层”的方法,提高了铸层的界面结合强度,有效解决了铸层翘起的问题,从而大大提高了微开关的制作成品率、缩短了制作周期、降低了制作成本。

参考文献:

- [1] 任超,刘峰华,付博,等. MEMS 惯性开关的原理及研究进展[J]. 测控技术, 2021, 40(11): 16-32.
REN CH, LIU F H, FU B, *et al.* Principle and recent progress of MEMS inertial switch[J]. *Measurement & Control Technology*, 2021, 40(11): 16-32. (in Chinese)
- [2] WANG F F, LOU W ZH, LIU F Y, *et al.* The buckling simulation of planar W-form micro-spring in MEMS safety and arming device[J]. *Key Engineering Materials*, 2015, 645/646: 796-799.
- [3] 明平美,朱荻,胡洋洋,等. UV-LIGA 技术制备微型柔性镍接触探针[J]. 光学精密工程, 2007, 15(5): 735-740.
MING P M, ZHU D, HU Y Y, *et al.* Fabrication of nickel soft contact microprobe based on UV-LIGA

5 结 论

本文通过“电解活化去除钝化膜”和“引入Cu过渡层”的方法,提高了铸层与基板间的界面结合强度,得到了如下结论:

(1)通过 MS 软件对不同钝化膜去除率模型的结合能进行仿真计算,计算结果表明钝化膜去除率越高越有利于界面结合强度的提高,在完全去除钝化膜的理想条件下,界面结合强度提高了 197% 。通过电解活化实验有效去除了基板表面的钝化膜,利用剥离法定性地测量了微电铸后铸层的界面结合强度,结果表明:电解活化区域铸层的界面结合强度明显高于未活化区域铸层的界面结合强度。仿真与实验结果具有相同的趋势:即去除钝化膜有利于提高界面结合强度;

(2)选择 Cu 作为基板与铸层之间的过渡金属,抑制基板表面的钝化膜再生并提高界面结合强度。模拟计算结果表明:与未引入过渡金属的界面结合强度相比,引入 Cu 后界面结合强度提高了 81% 。在铜过渡层的对比实验中,引入 Cu 后,铸层的界面结合强度明显提高。仿真与实验结果均表明引入 Cu 过渡层有利于提高界面结合强度;

(3)基于“电解活化去除钝化膜”和“引入 Cu 过渡层”的方法,成功制作了 $900\text{ }\mu\text{m}$ 高、整体尺寸为 $23\text{ mm}\times 20\text{ mm}$ 的镍金属微惯性开关。

- [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(5): 735-740. (in Chinese)
- [4] GERSON Y, SCHREIBER D, GRAU H, *et al.* Meso scale MEMS inertial switch fabricated using an electroplated metal-on-insulator process[J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2014, 24(2): 25008.
- [5] 赵忠. 提高微电铸层与金属基底界面结合性能的机理与方法[D]. 大连: 大连理工大学, 2016.
ZHAO ZH. *Investigation on the Mechanism and Methods of Improving Interface Adhesion between Micro Electroforming Layer and Metal Substrate* [D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2016. (in Chinese)
- [6] MONTEIRO F J, BARBOSA M A, ROSS D H, *et al.* Pretreatments of improve the adhesion of electrodeposits on aluminium[J]. *Surface and Interface*

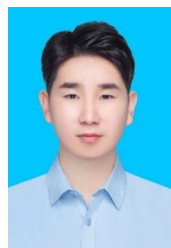
- Analysis*, 1991, 17(7): 519-528.
- [7] 杨雨凤. Cu-Cu 及 Cu-Al 的电镀 Ni 低温连接界面及连接强度的研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2017.
- YANG Y F. *Interfacial Microstructure and Joint Strength of the Cu-Cu and Cu-Al Joints Processed by Low-temperature Ni Electroplating* [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2017. (in Chinese)
- [8] 陶金, 朱增伟. 阳极电解活化前处理的电流密度对 304 不锈钢电镀镍结合力的影响[J]. 电镀与涂饰, 2020, 39(11): 679-684.
- TAO J, ZHU Z W. Effect of current density during anodic electrolytic activation as a pretreatment for 304 stainless steel substrate on adhesion of nickel coating subsequently electroplated thereon[J]. *Electroplating & Finishing*, 2020, 39(11): 679-684. (in Chinese)
- [9] 宋博, 隋智通, 翁占坤, 等. 提高铝合金上电镀镍层结合强度的研究[J]. 表面技术, 2003, (1): 25-27.
- SONG B, SUI ZH T, WENG ZH K, *et al.* Study on improving bonding strength of electroplated nickel layer on aluminum alloy[J]. *Surface surface technology*, 2003, (1): 25-27. (in Chinese)
- [10] FREIRE L, CARMEZIM M J, FERREIRA M G S, *et al.* The passive behaviour of AISI 316 in alkaline media and the effect of pH: a combined electrochemical and analytical study[J]. *Electrochimica Acta*, 2010, 55(21): 6174-6181.
- [11] 胡洋洋, 朱荻, 李寒松, 等. UV-LIGA 制作超高微细阵列电极技术[J]. 光学 精密工程, 2010, 18(3): 670-676.
- HU Y Y, ZHU D, LI H S, *et al.* Fabrication of ultra-high metal micro electrode array using UV-LIGA technology[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2010, 18(3): 670-676. (in Chinese)
- [12] 刘瑞霞, 郭锋, 韩海鹏. 铬过渡层对氮化铬/镁合金膜基界面结合强度的影响[J]. 金属热处理, 2021, 46(1): 143-148.
- LIU R X, GUO F, HAN H P. Effect of chromium transition layer on interface bonding strength between chromium nitride film and magnesium alloy substrate[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2021, 46(1): 143-148. (in Chinese)
- [13] LIU M, BAI L, DENG Y Q. Facilitating strong interfacial bonding of immiscible Nb/Cu system using consumable Ti interlayer[J]. *Vacuum*, 2022, 197(2022): 110782.
- [14] 杨班权, 陈光南, 张坤, 等. 涂层/基体材料界面结合强度测量方法的现状与展望[J]. 力学进展, 2007, 37(1): 67-79.
- YANG B Q, CHEN G N, ZHANG K, *et al.* A review on measurement methods for interfacial bonding strength between coating and substrate[J]. *Advances in Mechanics*, 2007, 37(1): 67-79. (in Chinese)
- [15] 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): 266-270.
- ZHANG L G, CHEN D, YANG F, *et al.* Research on SU-8 resist photolithography process[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2002, 10(3): 266-270. (in Chinese)

作者简介:



杜立群(1966—),女,黑龙江望奎人,博士,教授,博士生导师,分别于1988年、1991、1999年在东北大学获得学士、硕士、博士学位,2002年在日本名古屋大学从事博士后研究,主要研究方向为UV-LIGA技术、微纳加工技术制造等。E-mail:duliquan@dlut.edu.cn

通讯作者:



孔德健(1997—),男,辽宁阜新人,硕士研究生,2020年于大连交通大学获得学士学位,主要研究方向为微机电系统与UV-LIGA技术。E-mail:k1142027444@163.com