

## 전장에 의한 유리와 금속의 접합

정우창·김종희  
한국과학기술원·재료공학과  
(1982년 12월 28일 접수)

### Glass to Metal Bonding by Electric Field

Woo-Chang Jeong and Chong-Hee Kim  
Dept. of Materials Science and Eng., KAIST  
(Received Dec. 28, 1982)

#### ABSTRACT

This paper discusses the application of Si-Borosilicate glass sealing to a new sealing method which utilizes a large electrostatic field to promote bond formation at relatively low temperatures.

Bonding mechanism and the effect of bonding time, bonding temperature, glass thickness, and surface roughness on the bond strength were investigated.

Application of a dc voltage across bonded specimen gradually produced a layer of glass adjacent silicon which was depleted of mobile ions. As a consequence, an increasingly larger fraction of the applied voltage appeared across the depleted region, and very large electric field resulted. This field accompanied by large electrostatic force acted as driving force of strong bond. And stronger bond was formed with increasing bonding time and temperature. A low temperature preoxidation is advantageous for the Si surface having a rougher surface finish than 1 microinch.

#### 1. 서론

유리의 화학적인 안정성, 절연성, 빛의 투과성 등 금속이 갖지 못하는 성질의 이용을 위한 유리와 금속의 접합은 전자산업, 범람공업, 랩트, 전공을 위한 차폐, 반응성이 강한 금속의 보호 등에 특별히 사용되고 있다.

지금까지 사용되어온 유리와 금속의 접합방법으로서<sup>1-3)</sup> "solder sealing glass", "graded seals", "metallized glass seals" 방법 등이 있으나 유리의 금속화, 용융 혹은 분착을 위한 고온 등 공정이 복잡하고 값이 비싼 단점이 있으며 특히 반도체 접합의 경우는 높은 온도로 인해 반도체의 고유성질을 손상시키는 위험이 따른다.

이러한 결점의 해소책으로 1969년에 D.I. Pomerantz<sup>4-5)</sup>가 개발한 전장에 의한 유리와 금속접합은 다른 접합방법에 비해 다음과 같은 강점을 가진다.

(1) 다른 방법에 비해 낮은 온도에서 접합시킬 수가 있다.

(2) 용해상이 존재하지 않으므로 시편의 모양면화나 변형이 생기지 않는다.

(3) 상대적으로 낮은 온도에서 수행되므로, 열팽창 계수 차이가 다소 나는 시편을 접합시킨 후에도 냉각시에 균열의 위험이 작게 되며 열팽창 계수 차이가 큰 재료도 박막형태로 접합시킬 수 있다.

(4) 가해진 전압의 극성에 관계없이 유리의 접합면 쪽에 분극화된 유리는 한번의 접합작업으로 금속양단에 동시에 접합시킬 수 있다.

이러한 잇점을 갖는 전장에 의한 유리와 금속의 접합은 박막회로, 집적회로, 반도체 장치의 보호와 접합에 효과적으로 이용될 수 있으며 이 방법에 유용한 유리-금속조합으로서<sup>6)</sup> 미국 Corning 회사 제품인 붕규산 유리를 비롯한 soda lime #0080 유리, potash soda

lead #0120 유리, aluminosilicate #1720 유리 및 fused silica와 dense ceramic 등의 절연물질과 이외 열팽창 계수가 비슷한 Ti, Ta, Kovar, Niromett 44, Si, Ge, AsGa 등의 금속이나 합금이 있으며 Al, Ni, Cr, Fe, B, SiO, thermally grown SiO<sub>2</sub> 등과 같이 열팽창계수 차이가 큰 재료들도 박막형태에 의해 접합이 가능하다.

본 연구는 높은 전장하에서 붕규산 유리의 전기적성질과 접합된 계면의 분석을 통해 접합기구를 규명하고 주요 접합변수인 시편의 표면 거칠기가 접합강도에 미치는 영향을 조사하였으며 접합온도, 접합시간에 따른 접합강도 변화와 이들 변수들간의 상호작용 조건을 연구하였다.

2. 실험방법

2-1 재료 및 시편준비

본 연구에서 사용한 유리는 Corning No. 7740 붕규산 유리로서 직경이 8mm인 유리봉을 diamond 톱으로 두께가 0.8mm 되도록 절단하여 원판형태로 만들었으며 이에 대한 Corning 회사가 제공한 화학성분을 Table 1에 나타내었다.

접합금속 시편은 직경이 75~100mm, 두께가 1.5~3mm 되는 silicon 단결정을 diamond 톱을 사용하여 사방이 12mm, 두께가 1.2mm 되게 잘라 사용하였다.

각 시편들은 SiC 언마지에서 1200번까지 연마한 후 1.97μin, 11.8μin, 39.37μin, 196.85μin의 Linde alumina 분말을 사용하여 미세연마하였다.

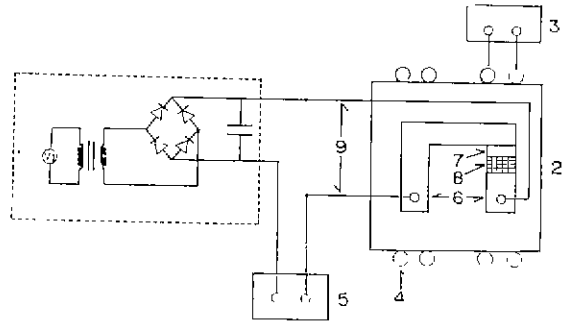
접합될 계면에 부착된 불순물이나 유기물의 존재는 접합강도를 약화시키게 되므로 완전히 제거가 되어야 한다.

따라서 미세연마가 끝난 시편은 60°C의 증류수로 잘 세척하고 유기물을 제거하기 위해 아세톤용액에서 초음파세척을 하였으며 다시 증류수와 알코올에 씻은 후 건조시켜 곧 접합실험에 사용하였다.

2.2 접합 실험장치

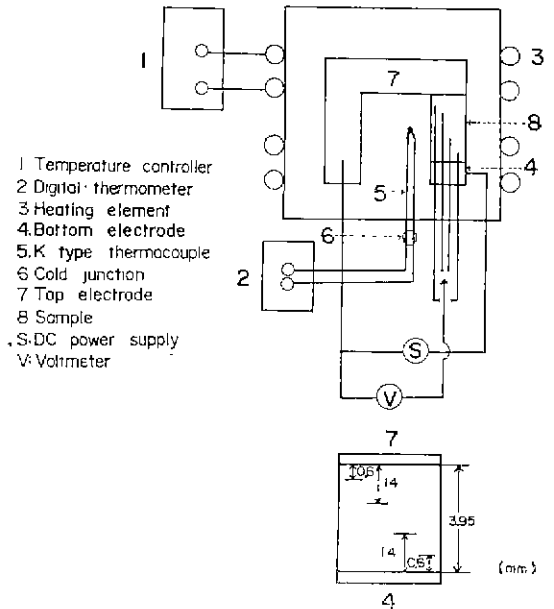
실험 장치는 DC 발생장치와 온도분도가 좁은 상자형 전기로 (Thermolyne Co. P-A1630)로 이루어지며 그 개략적인 장치를 Fig. 1에 나타내었다.

DC 발생장치에서 경류를 위해 bridge diode형을 사



1. DC power supply 2. Box furnace  
3. Temperature controller 4. Heating elements  
5. Amperemeter 6. Stainless steel electrode  
7. Borosilicate glass specimen 8. Si metal specimen  
9. Teflon wire

Fig. 1. Schematic diagram of bonding apparatus by electric field.



1. Temperature controller 2. Digital thermometer  
3. Heating element 4. Bottom electrode  
5. K type thermocouple 6. Cold junction  
7. Top electrode 8. Sample  
S: DC power supply V: Voltmeter

Fig. 2. Schematic diagram of measuring circuit of space potential distribution and schematic design of layered glass sample.

Table 1. Chemical Composition of Glass (wt. %)

SiO <sub>2</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
80.6	13.0	2.0	0.5	4.0

용하였으며 변압기는 출력을 450volt에서 700volt로 변화시켜 실험 조건에 맞는 전압을 선택할 수 있도록 하

였다.

Fig. 1의 6차립 접합시편의 양면에 stainless steel 전극을 위치시키고 여기에 나사를 만들어 테프론 도선을 통해 전압을 가해주고 이와 동시에 전극위에 무거운 물체를 올려놓아 시편과 시편이 잘 접촉되도록 하였다.

또한 실험조건에 따라 접합시편을 통해 흐르는 시간에 따른 전류변화를 측정하기 위해 전류계를 부착하였다.

접합실험은 잘 연마된 시편을 전극사이에 삽입시켜 온도분포가 좋은 상자형 전기로에 넣은 후 15°C/min의 승온속도로 접합온도까지 가열하고 20분간 유지시켜 평형상태에 도달되면 유리쪽을 음극, 금속쪽을 양극으로 하여 일정시간 전압을 가하여 접합시켰다.

이렇게하여 접합된 시편은 냉각시 균열을 일으키므로 이를 방지하기 위해 200°C까지는 5°C/min의 속도로 서서히 냉각시켰으며 그 이후는 공냉하였다.

한편 전장에 의해서 유리와 금속을 접합시킬 때 유리의 공간전하형성 여부는 접합의 유무를 결정짓는 중요한 요인이 된다. 불규산 유리내에 형성되는 공간전하를 조사하기 위해 Fig. 2와 같은 장치를 만들어 유리의 두께에 따른 전압분포를 측정하였다.

유리시편을 0.6mm, 0.8mm, 1.15mm, 0.8mm 및 0.6mm의 두께로 각각 잘라 단계적으로 접해놓고 그 사이사이에 전극을 위치시켰다. 이때 probe와 전극은 넓고 폭이 좁은 aluminum 박판을 사용하였으며 전기전도도에 기여하는 이온의 이동에 대한 최소의 impedance를 고려해서 시편의 옆쪽으로 배열시켰다. 이 경우 전극으로 사용한 aluminum 박판의 Al 이온은 전압을 가했을 때 유리속으로 이동하지 않기 때문에 유리내에 형성된 공간전하에 영향을 주지 않는다고 보고되어 있다<sup>8)</sup>.

이상과 같이 유리와 aluminum 박판을 겹쳐서 만든 시편을 온도분포가 균일한 상자형 전기로에 넣어 stainless steel 전극에 의해 전압과 기계적인 힘을 동시에 가해지게 한 후 온도를 400°C로 올려 900volt의 DC를 60분간 가해 주었다.

이때 시간을 변화시켜 가면서 유리의 두께에 따른 전압분포를 전압계로 연속적으로 측정하였으며 시편의 온도는 시편에 인접해 있는 K형 열전대에 의해 측정하였다.

### 2-3 실험방법

#### 2-3-1 접합 실험조건

접합 시편의 표면거칠기, 접합온도 및 접합시간이 접합에 미치는 영향을 접합강도를 측정하여 조사하였

Table 2. Experimental Condition

Variable Condition	Surface roughness	Bonding temperature	Bonding time
Applied voltage (v)	DC 900	DC 900	DC 900
Bonding temperature (°C)	450	250~550	450
Bonding time (min)	30	30	3~60
Glass thickness (mm)	0.8	0.8	0.8
Surface roughness (μm)	1.97~ 669.29	39.37	11.8
Preoxidation temperature (°C)	500	—	—

으며 각각의 실험조건은 Table 2와 같다.

Si 금속시편의 표면거칠기가 접합에 미치는 영향을 규명하기 위해서 1200번 SiC 연마지에서 연마한 시편과 1.97μm, 11.8μm, 39.37μm, 196.85μm 크기의 Linde alumina 분말로 연마시킨 시편들의 표면거칠기를 Bendix회사 제품인 표면거칠기 측정장치로 측정된 후 유리에 접합시켜 각각의 표면거칠기에 대한 접합강도를 얻었다.

또한 Si 금속시편을 공기중에서 300°C, 400°C, 500°C, 600°C로 30분간 가열하여 산화막을 형성시킨 후, 유리에 접합시켜 강도를 측정함으로써 전산화 (preoxidation)가 표면거칠기에 영향을 주어 접합강도에 미치는 효과를 조사하였다. 접합온도는 250°C~550°C 온도범위에서, 접합시간은 3min-60min으로 변화시켰다.

#### 2-3-2 접합계면 및 전극과 인접한 유리면 관찰

계면의 접합상태를 관찰하기 위해 시편을 수직으로 잘라 잘 연마한 후 500Å 두께로 금증착 (gold coating)을 하여 주사 전자 현미경으로 관찰했으며, 접합금속 시편으로 사용한 Si 유리속으로 확산 이동했는 지를 규명하기 위해 EPMA 분석을 하였다.

또한 계면의 부식정도를 관찰하기 위해 수직으로 잘린 접합시편을 잘 연마하여 CH<sub>3</sub>COOH, HCl, HF를 10:3:7로 섞은 용액에서<sup>9)</sup> 30분간 부식시킨 후 부식면에 수직되는 방향으로 잘라 접합계면 부근의 유리와금속 및 접합층의 상대적인 부식정도를 광학 현미경으로 관찰하였다.

그리고 접합된 시편에서 음전극과 접촉해 있는 유리면에 생긴 물질에 대한 분석 및 관찰을 EPMA법과 광학 현미경으로 행하였다.

#### 2-3-3 접합강도 측정

금속 Si과 유리사이에 접합된 계면의 접합강도는 인장시험으로 측정하였다.

접합강도는 황동봉을 접합시던의 양단에 부착시켜 한쪽 봉은 고정시키고 다른쪽에 무게를 가해가면서 파괴될 때의 무게를 측정하여 접합면적으로 나눈 수치이며 여기서 접합시편을 황동에 부착시킬 때는 epoxy를 사용하였다.

그리고 인장시 비틀림 힘을 받지 않고 수직력만 받을 수 있도록 황동봉 길이를 최소한 짧게 하였으며 무게 중심이 황동봉의 중심에 오도록 하였다.

### 3. 결과 및 검토

#### 3-1 불규산 유리의 공간전하 측정 결과

불규산 유리의 두께에 따른 전압분포를 Fig. 3에 도시하였다. 절전은 유리에 공간전하 형성이 없다고 가정했을 경우의 전압분포를 나타낸 것이다.

전압을 가한 때부터 30초 후의 전압분포를 보면, 양전극 근처에 가해진 전압의 55% 정도의 전압이 걸린 반면 음전극 근처에는 양전극 근처에 비해 상대적으로 작은 전압이 걸려있으며 유리의 중앙에는 거의 일정한 전압분포를 보여준다.

그러나 1시간 후에는 가해진 전압의 80%에 해당하는 전압이 양전극 근처에 나타나고 음전극 근처에 걸린 전압은 점차 줄어들게 되며 중앙부근의 전압 분포는 30초 경우와 비슷하게 거의 일정한 전압을 나타내고 있다.

유리의 양전극쪽에 상대적으로 큰 전압이 걸린 것은 유리에 함유된 움직이기 쉬운 양이온이 양전극 쪽에서 음전극 쪽으로 이동 해감으로써 유리의 양전극에는 양이온의 부족으로 인해 공간전하가 형성된 것 때문이라고 생각된다.

그리고 시간에 따른 양극쪽의 전압강하량 변화로 부터 보아 초기에는 빠르게 공간전하가 형성되고 그 양 또한 کم을 예측할 수 있으나 시간이 흐름에 따라 양극 근처에 걸린 전압크기의 증가가 줄어들음을 알 수 있다.

한편 전압을 가한지 1시간 후에도 여전히 남아있는 상대적으로 작은 전압은 양극 쪽에서 이동해온 양이온을 전기적으로 중화시키는 데 필요한 전압과 관계있는 것으로 생각된다.

#### 3-2 접합계면 및 진극과 접했던 유리면 조사

##### 3-2-1 접합계면 조사

Fig. 4는 접합된 시편을 수직으로 잘라 잘 연마하여  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HF}$ 를 부피비로 10:3:7로 섞어 만든 용액에서 30분간 부식시킨 후 부식면에 수직으로 잘라 광학 현미경으로 관찰한 사진이다.

여기서 금속 Si는 부식이 전혀되지 않았으며 유리는

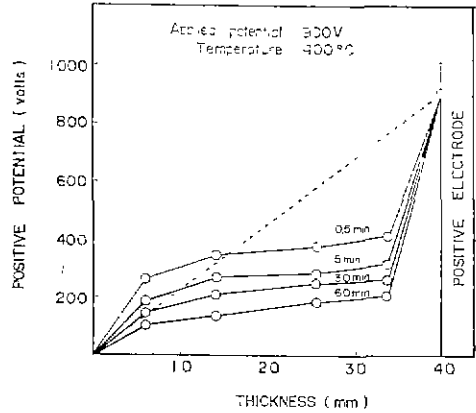


Fig. 3. Space potential distribution at indicated times after application of potential. Dashed line corresponds to potential distribution without polarization.

어느 정도 부식이 되었으나 Si에 인접한 유리 계면층 부근은 상당한 깊이로 부식되어 있음을 볼 수 있다.

이런 결과에서 유리와 금속 Si 사이에 접합이 일어나면서 계면에는 유리나 금속 파는 다른 접합층이 형성되어 이 부분이 다른 부분보다 부식이 용이하게 될 것을 알 수 있다. 그러나 접합 계면층의 두께는 측정할 수 없을 정도 (수백 Å)로 얇았다.

##### 3-2-2 전극과 접했던 유리면 조사

전극과 접했던 유리면을 저배율 현미경으로 관찰하던 stainless steel 전극에 접촉된 유리시편 근처에 희게 빛나는 물질이 형성되었으며 EPMA 분석에 의하면 이 물질은 Na이었다.

Fig. 5은 전극과 접촉된 유리면의 주사 전자 현미경 사진과 이 사진의 중앙부에 대한 Na의 EPMA line scan 이고 Fig. 6는 이 부분에 대한 Na의 X-선 dot image 이다.

이와같이 Na 원소가 유리 도면에 석출되어 나온 것은, 접합시편에 전압이 가해질 때 유리에 함유되어 있는 Na 이온이 금속 Si와 접해 있는 유리쪽에서 접하지 않은 유리쪽으로 이동한 뒤 유리 표면에서 전극으로부터 전자를 받아 전기적으로 중화하여 Na 금속으로 석출된 것이라고 믿어진다.

이처럼 Na 이온이 금속 Si와 접해있는 유리쪽에서 접하지 않는 유리쪽으로 이동해 감으로써 유리에 전기 전도가 이루어지고, 동시에 금속 Si와 접해있는 유리

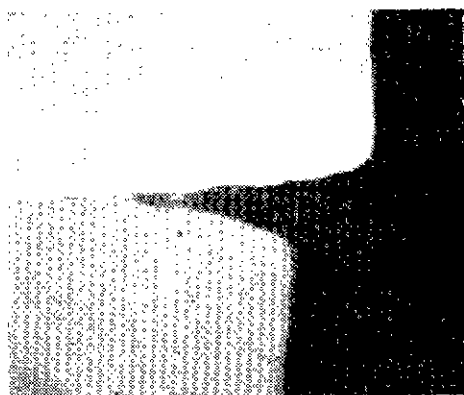


Fig. 4. Cross section of etched Si-borosilicate glass seal. (X 160)



Fig. 5. EPMA line pattern of Na plated out as metal on the cathode face of glass. (X 1000)

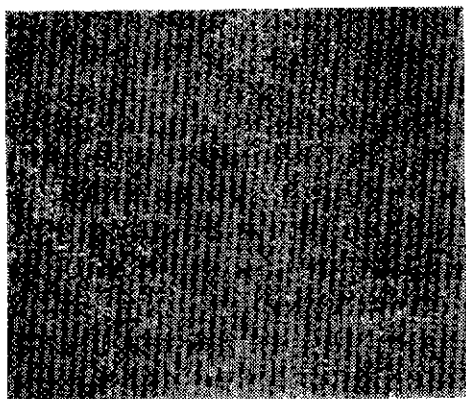


Fig. 6. X-ray image of Na metal in Fig. 5.

부근은 Na 이온의 결핍으로 공간전하를 형성하게 되며 결과적으로 금속 Si 시편과 유리시편 사이에는 강한 정전기력이 유발되게 되어 강한 접합을 이룰 수 있게 된다.

그러나 접합시편에 가해질 전압의 극성을 반대로하여 유리를 양극, 금속을 음극으로 할 경우에는 접합면에 Na 금속이 석출되고 이 Na 금속은 공기중의 습기로 인하여 가성소오다 (NaOH)로 변하게 되며 이것이 유리와 반응하여 sodium silicate와 물을 생성시키므로 약한 접합을 이루게 된다<sup>10)</sup>.

이러한 사실은 접합 시편을 반응로에서 꺼내어 잠시간 동안 공기중에 방치해 둘 때 유리표면에 석출된 Na 금속이 액체층을 만들면서 미세한 기공을 생성시키는 것을 관찰하므로써 확인할 수 있었다.

이렇게 석출된 Na 금속이 앞에서와 같은 반응을 거친 뒤에 유리 표면에 나타낸 현상을 광학 현미경으로 찍어 Fig. 7에 나타내었다.

Fig. 7에서 볼 수 있는 "etch pitting"은 공기중의 수분과 반응한 Na 금속이 가성소오다를 형성하고 이 가성소오다가 유리와 반응할 때 생기는 것이라고 믿어지며 이 사실은 유리면에 가성소오다를 떨어뜨려 줌으로써 생긴 현상과 동일함에서 확인할 수 있었다.

### 3-3 접합기구

접합되는 유리와 금속의 표면이 잘 연마가 되었더라도 단지 몇점에서만 접촉이 있게 되고 나머지 부분은 표면거칠기에 따라 수 Å—수천 Å 정도로 분리되어 있게 마련이다.

Fig. 8은 접합에 앞서서 유리와 금속이 집합될 계면의 접촉상태를 도식적으로 그린 단면이다.

접합시편에 전압을 가해해주면 A 처럼 접촉이 된 지역은 금속과 접해있는 유리의 얇은 지역을 분극화시켜 이 부분에 큰 전압강하가 일어나지만 접촉이 안된 부분은 A 점보다 훨씬 작은 분극화가 생기게 되어 가해진 전압의 대부분은 미 접촉된 유리와 금속 사이에 걸

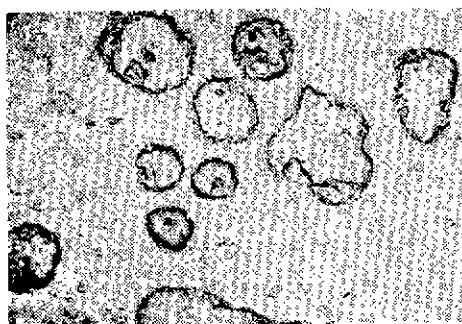


Fig. 7. Cathode face of glass showing etch pits. (X 160)

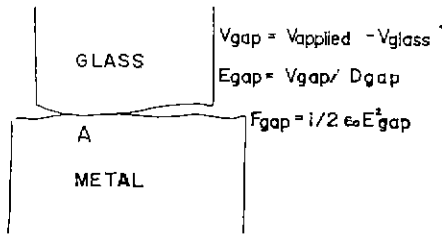


Fig. 8. Cross section of glass-metal interface prior to sealing.

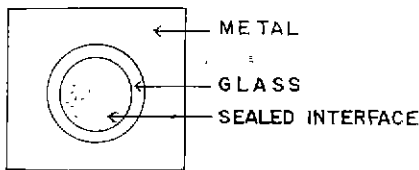


Fig. 9. Photograph of sealed specimen.

리게 된다.

이때, 미접촉된 gap 사이에 걸리는 전장은  $E_{gap} = V_{gap} / D_{gap}$  ( $D_{gap}$ : gap의 폭)으로 주어지므로 gap의 폭이 가장 작은 A점 주위에서 전장의 값이 가장 크게 된다.

또 gap에 작용하는 힘도  $F_{gap} = 1/2 \epsilon E_{gap}^2$  ( $\epsilon$ : dielectric constant) 주어지기 때문에 전장의 값이 가장 큰 A점 주위에서 가장 큰  $F_{gap}$  값을 갖게 된다.

이런 까닭에 A점에 이어 A점 주위가 물리적으로 접촉하게 되며, 접촉이 되면 움직이기 쉬운 양이온(Na)이 이동해가게 되므로 A지역 단층의 분극화를 일으키게 된다.

이런 과정으로 분리되어 있는 나머지 부분들의 물리적 접촉이 연속적으로 일어나서 곧 전체계면의 접촉이 이루어진다고 볼 수 있다. 이런 사실은 G. Wallis 등이<sup>10)</sup> 유리와 금속면 사이의 계면에 형성되는 빛의 간섭선(interference fringe)를 관찰한 결과에서도 볼 수 있다.

즉 접촉이 되기 전에는 간섭선이 전체면에 걸쳐 나타나지만 접촉이 되면서 접촉된 부분의 간섭선들은 점점 없어지고 완전한 접촉이 되면 간섭선은 사라지게 된다.

이렇게 전체면이 물리적으로 접촉되면 금속과 접해있는 유리 부근에 분극화를 일으키고 이로 인한 유리와 금속사이의 정전기력에 의해 즉시 접합이 생기게 되며 이때의 접합기구는 접합된 계면의 현상을 관찰하여 다음과 같이 예측된다.

Fig. 9에서 보는 바와 같이 접합된 시편의 계면은 갈색을 나타내어 접합되지 않은 계면과 완전히 구별할수 있었으며 G. Wallis의 보고<sup>10)</sup>에 따르면 이 갈색층은 두께가 수백 Å인 접합금속 시편의 금속산화물이라고 볼 수 있다.

또한 G. Wallis는 이런 거동이 환원분위기 하에서 접합시킬 때도 나타나는 것으로 보아 산화물을 만드는 데 필요한 산소는 높은 전장하에서 분극과지역에 있던 산소가 금속쪽으로 이동해 온 것이라고 보고하고 있다.

이와 같은 관찰과 문헌보고를 토대로 생각해 보면, 전장에 의한 유리와 금속의 접합은 유리시편과 금속시편 사이의 gap에 설치된 전기장에 의해 유리와 금속의 물리적 접촉을 형성한 뒤 금속과 접해있는 유리부근에 분극화를 야기시키며 유리의 분극화로 인해 유리와 금속 사이에 유발된 정전기력이 분극화 지역의 산소물 금속쪽으로 이동시켜 계면에 금속산화물을 형성하면서 이루어지는 접합이라고 믿어진다.

그러나 단일 금속 시편으로 사용한 Si이 높은 전장하에서 유리쪽으로 이동해 간다면 Na 이온의 이동으로 인해 금속 Si과 접해있는 유리부분에 생긴 공간전하를 없애주는 효과를 주게되어 접합강도가 약해지거나 한편으로는 접합이 되지 않을 것으로 믿어진다.

Fig. 10은 이런 현상을 조사하기 위해 접합된 계면 근처의 Si 이동을 EPMA법으로 분석한 결과로서 이 Si이 유리쪽으로 이동하지 않은 것을 알 수 있으며 후에 제시될 접합 시편의 시간에 따른 전류감소 현상에서도 Si이 이동하지 않음을 예측할 수 있다.

3-4. 접합강도에 미치는 표면 거칠기의 영향

최증 연마를 Linde Alumina 분말 1.97 $\mu$ m, 11.8 $\mu$ m, 39.37 $\mu$ m 입자 크기와 SiC 연마지 1200번으로 연마한

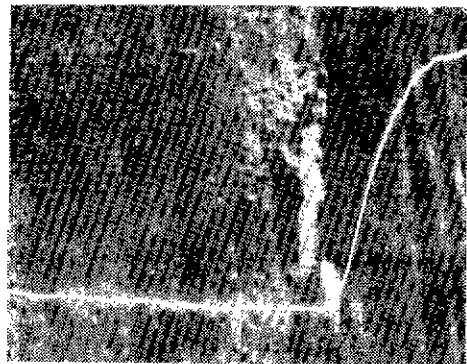


Fig. 10. Line pattern of Si in the sealed part by EPMA. (X 1000)

각각의 금속 Si 표면거칠기를 Bendix회사 제품인 표면 거칠기 측정장치 (NM 76005)로 측정했다.

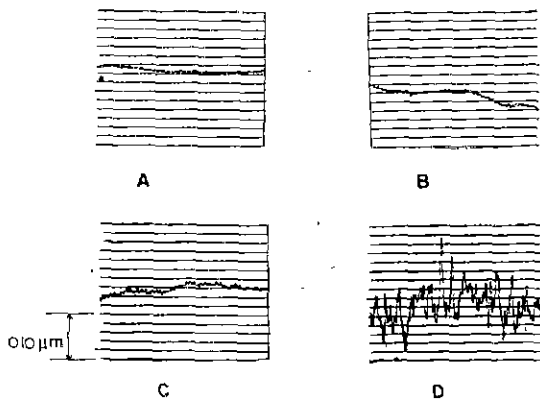
측정한 결과를 Fig. 11에 A, B, C, D로 나타내었으며 최종 연마를 1.97 $\mu\text{in}$  입자크기로 연마한 시편의 경우는 거칠기가 0.10 $\mu\text{in}$ , 11.8 $\mu\text{in}$ 의 경우는 0.20 $\mu\text{in}$ , 39.37 $\mu\text{in}$ 인 경우는 0.40 $\mu\text{in}$  그리고 SiC 1200번 연마지를 사용했을 경우는 3.20 $\mu\text{in}$ 의 거칠기를 보이고 있다.

Fig. 12은 196.85 $\mu\text{in}$  입자크기의 Linde Alumina 분말로 최종 연마한 금속 Si 시편을 공기중에서 300°C, 400°C, 500°C 및 600°C로 30분간 가열하여 산화막을 형성시킨 후 유리에 결합시킨 시편의 결합강도를 온도에 따라 나타낸 것이다.

300°C와 400°C, 500°C에서 금속 Si 표면에 미리 산화막을 형성시켜준 시편의 결합강도는 산화막이 형성되지 않은 시편의 결합강도 (11.5Kg/cm<sup>2</sup>)에 비해 30~50%의 증가를 보이고 있으나 600°C에서 산화막을 형성시킨 시편의 경우는 별로 강도의 증가를 볼 수 없음을 알 수 있다.

연마된 금속의 표면 거칠기에 따른 결합강도와 연마 후 500°C에서 30분간 산화막을 형성시켜준 시편의 결합강도를 Fig. 13에 나타내었으며 또한 결합시편이 인장으로 말리얹아 파괴가 생길 때 유리 자체에 생기는 파괴와 결합면의 파괴로 구분하여 각 거칠기에 따른 각각의 파괴 빈도의 분포를 Fig. 14에 도시하였다.

시편의 표면 거칠기가 1.0 $\mu\text{in}$  이하로 잘 연마된 시



A. Polished with 1.97 $\mu\text{in}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for 10min, Bendix 0.10 $\mu\text{in}$ .  
 B. 11.8 $\mu\text{in}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bendix 0.20 $\mu\text{in}$   
 C. 39.37 $\mu\text{in}$  Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bendix 0.40 $\mu\text{in}$   
 D. Lapped with 669.29 $\mu\text{in}$  SiC, not polished Bendix 3.20 $\mu\text{in}$ .

Fig. 11. Surface profile of Si metal.

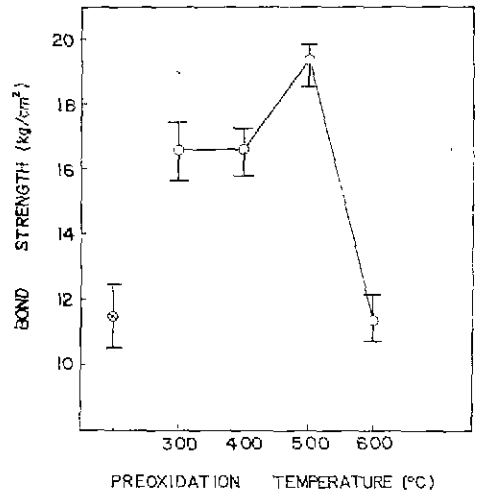


Fig. 12. Comparison bond strength of specimen (⊗) without preoxidation with that of specimen after preoxidation of Si metal at various different temperature for 30min.

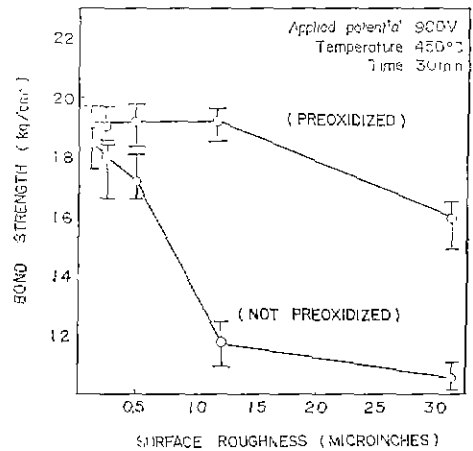


Fig. 13. Effect of surface roughness on bond strength of glass-metal bonds. Si metal was preoxidized for 30 min in the box furnace held at 500°C under air atmosphere.

편에 대한 결합은 Fig. 14에서 볼 수 있는 바와 같이 인장으로 인한 파괴는 거의 전부 유리자체에서 일어나고 따라서 강한 결합을 이루고 있으나 1.0 $\mu\text{in}$  이상의 거칠기를 가진 시편의 결합은 인장시편시 거의 대부분이 유리와 금속 Si 사이의 계면에서 파괴가 생기는 것

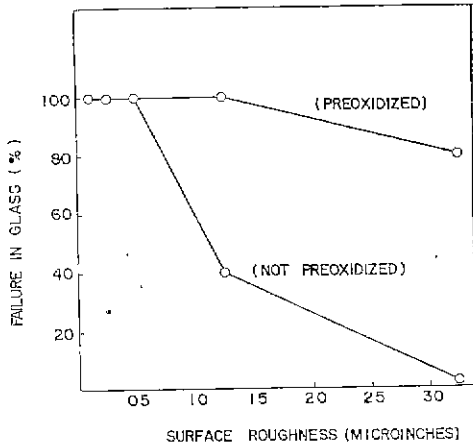


Fig. 14. Effect of surface roughness on failure mode of glass-metal bonds.

으로 보아 접합이 약한 것을 알 수 있다.

금속 Si에 미리 산화막을 형성시킨 후 유리에 접합시킨 시편의 경우는 1.0 $\mu$ m 이상의 거칠기에도 파괴의 대부분이 접합시편의 유리차체에서 일어나는 강한 접합을 나타내고 있다.

본 실험에서 금속 Si에 미리 형성시켜준 산화막이 접합강도에 기여하는 정확한 역할을 규명할 수는 없었지만 산화막이 형성됨으로 표면 거칠기를 증대하여 접합강도가 향상되었다고 생각된다.

3-5 접합시간과 접합온도가 접합강도에 미치는 영향

3-5-1 접합시간

접합시간과 접합 강도에 대한 관계를 Fig. 15에 나타내었으며 이 도표에서 보면 초기에는 시간에 따라 크게 증가하지만 30분 후 부터는 그 증가율이 감소함을 알 수 있다.

이런 결과는 불규산 유리내의 Na 이온의 이동에 의해 나타나는 시간에 따른 absorption current 분포로 설명할 수 있다.

즉 이동해 간 Na 양은  $Q=i \times t$  ( $Q$ :전하량,  $i$ :전류,  $t$ :시간)의 관계에서 Q에 비례하게 되므로 30분까지는 흐른 전류  $i$ 가 커서 이동해간 Na양은 많아지게 되고 따라서 Si 금속시편에 접한 유리면 근처의 공간전하량은 많아지게 된다.

그러나 30분 후에는 전류의 흐름이 적어지고 따라서 공간전하량의 증가량은 감소하게 된다.

정전기력은 공간전하량에 좌우되고 접합강도는 정전기력의 크기에 결정되므로 접합강도는 전압을 가해준

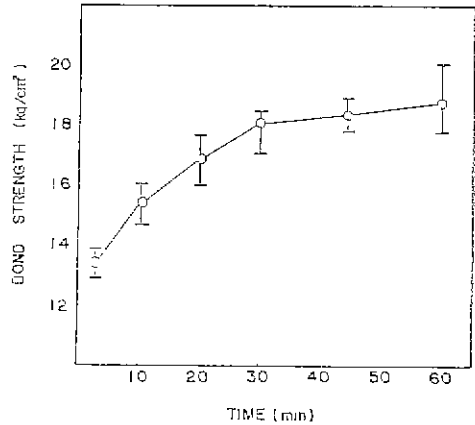


Fig. 15. Bond strength variation as a function of time when applying DC 900V at 450°C to glass-metal, polished with 11.8 $\mu$ m  $Al_2O_3$  for 10min, seals.

초기 30분까지는 크게 증가하나 그 이후는 증가폭이 감소됨을 알 수 있다.

3-5-2 접합온도

Fig. 16에 접합 온도에 따른 접합강도 변화를 나타내었는데 500°C까지는 접합 온도가 증가함에 따라 접합강도가 증가했으나 그 이상에서는 오히려 감소함을 보여주고 있다. 이런 거동은 유리의 전기 전도도가 온도에 따라  $\sigma = \sigma_0 \exp(-E/RT)$  ( $E$ :전도를 위한 활성화 에너지)로 되므로<sup>12)</sup> 온도가 올라갈수록 전기저항이 지수함

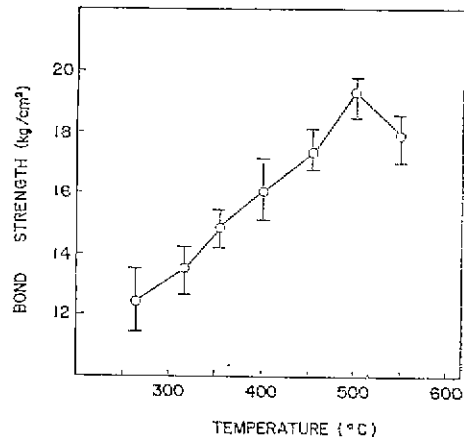


Fig. 16. Bond strength variation as a function of temperature when applying DC 900V for 30min to glass-metal, polished with 39.37 $\mu$ m  $Al_2O_3$  for 10min, seals.



수적으로 감소되는 결과에 잘 일치하지만 550°C에서 오히려 접합강도가 감소된 것은 상대적으로 높은 온도에서 높은 전압을 가한 결과 스파크에 의한 유리 표면의 손상 때문인 것으로 믿어진다.

4. 결 론

- (1) 전장에 의한 붕규산 유리와 Si간의 접합현상은 접합 시편사이에 설치된 전기장에 의해 전 계면의 물리적 접촉이 이루어지고 이 물리적 접촉과 동시에 분극화된 유리 부분의 산소 이온이 금속 Si쪽으로 이동해와 수백 Å 정도의 얇은 금속 Si 산화물층을 형성하면서 접합이 된다고 생각된다.
- (2) 접합시편의 표면 거칠기가 1μin 이하인 시편에서 인장시 전부 유리자체에서 파괴가 일어나는 강한 접합을 형성하였으나 1μin 이상의 거치른 시편은 거의 유리와 금속 Si사이 계면에서 파괴가 일어나는 약한 접합을 이루고 있었다.  
그러나 이들 거치른 시편들도 금속 Si를 미리 산화시켜줌으로써 거의 대부분 시편이 유리 자체에서 파괴되는 강한 접합을 보여 주었다.
- (3) 스파크를 일으키지 않는 온도까지는 접합온도를 높여줄수록 합접강도가 향상되었다.
- (4) 합접시간이 30분까지는 접합강도가 큰 비율로 증가되나 그 이상의 접합 시간에서는 완만한 증가를 나타내었다.

참 고 문 헌

1. J. A. Pask, in *Modern Aspects of Vitreous State*, vol. 3, J. D. Mackenzie, Ed., Butterworth, London, p. 1-28, (1964)
2. J. H. Partridge, *Glass to Metal Seals*, Society of

- Glass Technology, Sheffield, England, (1949)
3. Corning Glass Works, *Properties of Commercial Glass*
4. D. I. Pomerantz, "Anodic Bonding", U. S. Pat., 3397278, Aug. 13, (1968)
5. D. I. Pomerantz, "Bonding Electrically Conductive Metals to Insulators", U. S. Pat., 3417459, Dec. 24, (1968).
6. G. Wallis and D. I. Pomerantz, "Field Assisted Glass to Metal Sealing", *J. Appl. Phys.*, 40 (10), 3946-49 (1969)
7. *Structural Characteristic of Pyrex-Brand Lab-Glass Ware for Chemical and Physical Reaction*, Max. Trading, Corp.
8. T. M. Proctor and P. M. Sutton, "Space Charge Development in Glasses", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 43(4), 173-79 (1960)
9. Kinser and Hench, *Practical Method in Electron Microscopy*, vol. 1, Glauert Ed. (1970)
10. P. B. Denece, "Low Energy Glass to Metal Bonding", *Communications*, 5396-97 (1969)
11. G. Wallis and J. Dorsey and J. Beckett, "Field Assisted Seals of Glass to Fe-Ni-Co Alloy", *Cer. Bull.*, 50(12) 958-961 (1971)
12. W. D. Kingery and H. K. Bowen and D. R. Uhlman, *Introduction to Ceramics*, Wiley Interscience Pub., 2nd Ed., (1975)

※ 본 연구는 계단법인 아산사회복지 사업재단의 1982년도 학술연구비에 의해서 수행된 것으로 아산재단에 대하여 심심한 사의를 표합니다.