透過電子顕微鏡による Au-Al ワイヤボンディング接合界面の観察

土師 宏* 三好康介** 守田俊章***
中島英治**** 吉永日出男****

J. Japan Inst. Metals, Vol. 56, No. 4 (1992), pp. 355-360

Transmission Electron Microscopy of Au-Al Wire Bonded Interface

Hiroshi Haji*, Kousuke Miyoshi**, Toshiaki Morita***,
Hideharu Nakashima**** and Hideo Yoshinaga****

In order to develop a microstructure observing technique for bonded interfaces, which is important in the IC industry, thin films of wire-bonded Au-Al samples were prepared by ion milling and microtome techniques and observed by transmission electron microscopy. The effect of heating on the microstructure and residual stress was also investigated by electron and X-ray diffraction. The results obtained are as follows.

(1) In the films prepared with a microtome no amorphous phase is observed, whereas in the films prepared by ion milling a large part of the intermetallic compound formed on the interface is in the amorphous state. (2) The Al_2Au_5 phase grows predominantly among the five intermetallic compounds which can be formed on the interface. (3) Voids are produced by heating along the Au- Al_2Au_5 boundary. (4) A larger compressive residual stress is produced after heating on the Au side than on the Al side.

From these results, a suitable technique for microstructure observation of the interface and the deterioration mechanism of the bonded interface are discussed.

(Received November 27, 1991)

Keywords: wire bonding, transmission electron microscopy, aluminum-gold alloy, interface, microtome, ion milling

I. 緒 言

半導体製品に用いられている金属接合の組合せの一つとして Al と Au のワイヤボンディングがある。ワイヤボンディングは高度に集積された半導体素子の機能を製品基板上の配線に展開させるための代表的な接続技術である。配線電極材料である Al は、スパッタリングあるいは蒸着によって形成された厚さ 1~2 μm の薄膜である。Au は素子と外部電極を結線するための配線材料であり、線径 20~30 μm に伸線されている。

ワイヤボンディングは、先ずキャピラリと呼ばれるアルミナ製の円筒状押圧治具の下端から出た Au ワイヤの先端を、電気スパークによって溶融し先端にボールを形成する。次にキャピラリの下端によりボールを保持したまま Al 電極に押し付け、接合する (Fig. 1 参照)。その際の接合温度は 400~600 K であり、接合界面と平行方向に振幅

数 μm の超音波加振を約 60 kHz で 20 ms 程度加える。

この Au-Al ワイヤボンディング部において、接合後の強度劣化、接合部破壊に伴う電気抵抗増加、断線が問題となっている。Au-Al 2 元系では 5 種類の金属間化合物が存在し、接合時の加熱もしくは、使用中の素子発熱によって形成、成長する。それらの金属間化合物が原因となり、接合部が脆化するという報告がなされている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。すなわち各相形成時の体積変化、熱膨張係数の違いによる残留応力が原因というものである。また拡散速度の違いによって生じるカーケンドルボイドの影響で脆化しているという報告⁽⁴⁾もあるが、詳しい解析はなされていない。

これらの報告は X 線回折法や EPMA 分析を用いた実験に基づいている。しかし、半導体の電極接合部の直径は現在 100 μm 程度であり、今後の半導体集積に伴い、ますます微小化する傾向にある。このような微小領域の金属間化合物の解析には、X 線回折法や EPMA 分析では限度があり、高分解能透過電子顕微鏡による微細構造観察、および

* 九州大学大学院生、現在：九州松下電器(株)(Graduate Student, Kyushu University, Kasuga, Fukuoka). Present address: Kyushu Matsushita Electric Co., Ltd., Fukuoka)

** 九州大学大学院生、現在：日本電気(株)(Graduate Student, Kyushu University, Kasuga, Fukuoka). Present address: NEC Co., Ltd., Tokyo)

*** 九州大学大学院生(Graduate Student, Kyushu University, Kasuga, Fukuoka)

**** 九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻(Department of Materials Science and Technology, Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga, Fukuoka)

分析電子顕微鏡による微小領域分析が必要不可欠である。ところが、微小接合部は脆弱であり、かつ多相より成るため、透過電子顕微鏡用の薄膜試料を作製するのは非常に困難である。そのため、それぞれの金属間化合物の原子レベルでの観察は、未だ報告されていない。今後の電子部品高密度化に対して、微細接合界面を透過電子顕微鏡で観察する技術の開発は半導体実装技術発展のための課題の一つである。

そこで本研究では、半導体配線作業で多く用いられている超音波併用熱圧着方式によって得られた Au-Al 接合材から薄膜試料を作製し、その接合界面組織を透過電子顕微鏡を用いて観察し、界面構造、金属間化合物の状態および結晶構造を調べた。

II. 実験方法

1. 試料

本研究に用いた Au ワイヤは工業的に最も多く用いられている FA25(田中電子工業製、純度 4 N)で、 $\phi 25 \mu\text{m}$ に伸線されている。半導体チップには東洋電波製の Si チップを用いた。表面に蒸着によって形成された Al 電極を有している。

ワイヤボンディング接合装置は実際に半導体製造に用いられている全自動ワイヤボンダ HW21SB(九州松下電器製)を用いた。接合条件は温度 383 K、接合圧力 80 MPa、超音波加振 55 mW、接合時間 20 ms である。Fig. 1 にボンディングした配線の状態を示す。

また、超音波マイクロ接合との比較のため、 $\phi 2.8 \text{ mm}$ の Al(純度 4 N)と Au(純度 4 N)の円柱試料を冷間圧接機(朝日金属精工製)で接合した試料についても調べた。この接合においてもワイヤボンディングと同様に、接合時の変形によって Al 表面の酸化膜が破壊され、金属の新生面同士が接触し、金属結合をするものと考えられる。

Fig. 1 (a) Illustration of wire bonding mechanism. (b) View of wire bonded IC.

また、未だに不明な点の多い 5 つの Al-Au 系金属間化合物の結晶構造等を明らかにするために、各相の組成になるように秤量した Al(純度 4 N)と Au(純度 4 N)を、約 $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ の真空中で溶解し、標準試料を作製した。その金属間化合物から薄膜試料を作製し、透過電子顕微鏡によって結晶構造を同定した。

2. 組織観察

ワイヤボンディングされた試料は、Au/Al/SiO₂/Si の 4 層からなる積層構造となっている。厚みはそれぞれ約 $30 \mu\text{m}/1 \mu\text{m}/0.6 \mu\text{m}/300 \mu\text{m}$ である。それぞれの物性値が大きく異なるためにエッチング、イオンミリング等の手段で均一な薄膜試料を作製するのは困難である。そのため試料をアクリル樹脂にて包埋処理し、Si および SiO₂ 部分を機械研磨で極力除去した後、ミクロトームにて接合面に対して垂直に切断し、透過電子顕微鏡観察用薄膜試料を作製した。試料の厚みとして 10~15 nm 程度のものが得られた。

また、試料作製法の比較のため、機械研磨で 10 μm 程度まで試料を薄くした後、Ar イオン研磨で薄膜化した試料も作製した。

これらの試料について、高分解能透過電子顕微鏡 JEM4000EX(日本電子製)および分析電子顕微鏡 JEM2000FX による観察を行った。

分析電子顕微鏡により Al 相、Au 相、接合相を同定するとともに、各相について電子線回折を行った。また、電子顕微鏡内で 573 K で 3.6 ks その場加熱し、解析パターンの変化を観察した。この方法で初期の接合状態と半導体素子として長時間使用した状態での接合部の組織の変化を調べた。

3. 熱処理の効果

試料を石英管に真空封入し、塩浴中で加熱することにより、接合界面における金属間化合物の形成・生長過程を調べた。熱処理は 473~733 K の温度範囲、7.2~90 ks の時間範囲で行った。

バルクの Au-Al 冷間圧接試料に対して金属間化合物の生成状態を観察するために背面ラウエ装置(東芝製)を用いて、熱処理に伴う回折パターンの変化を調べた。また微小領域 X 線応力測定装置(理学電機社製)を用いて熱処理による接合界面近傍の残留応力の変化を調べた。

III. 実験結果および考察

1. 透過電子顕微鏡観察

Fig. 2 にワイヤボンディングした界面の高分解能透過電子顕微鏡像を示す。(a)は Al と金属間化合物との接合界面である。下側が Al の格子像であり、接合界面を境に直径数十 nm の微細な金属間化合物の結晶粒が観察され

Fig. 2 High resolution electron micrographs of the wire bonded interface, (a) Al side and (b) Au side.

る。また(b)には Au-金属間化合物の界面を示す。下地に拘束されている Al 側の界面に比較して、Au 側では接合に際して変形の拘束が少なかったためか、乱れた界面になっている。

いる。

この試料はマイクロームで作製されたものであるが、**Fig. 3** に示すものは薄膜試料作製にイオンミリングを使用したものである。

Fig. 2(a) と同じく、Al と金属間化合物の接合界面近傍の高分解能像である。金属間化合物領域に非晶質化しているところが認められる。**Fig. 2(a)** との比較により、この非晶質化はイオン照射によるダメージによるものと考えられる。Au と Al、および金属間化合物でイオンミリング速度が異なるため、接合界面を観察出来る薄膜試料を作製するのはかなり難しかった。このような電子部品のマイクロ金属接合部の観察には、イオン照射による影響がなく、かつ広い観察領域が得られるマイクロームによる薄膜試料作製法が適している。

5 種類の Au-Al 系金属間化合物の標準試料について観察された高分解能像および結晶構造を平衡状態図とともに **Fig. 4** にまとめて示す。高分解能像(c)と回折図形(d)は、(b)に表示したこれまでの Au-Al 金属間化合物の構造に関する報告と矛盾しない。

2. 熱処理による結晶構造の変化

Fig. 5 に透過電子顕微鏡内部での、その場加熱によって得られた電子線回折パターンの変化を示す。接合界面領域においては微細結晶を示す回折リングが観察される。このことは前述した界面の高分解能観察の結果と一致する。573 K-3.6 ks の熱処理によって回折リングが消失し、回折斑点が現れている。このことから、接合時に形成された微細結晶は、熱処理によって粗大化していくことがわかる。

Fig. 3 High resolution electron micrograph on the Al side of the wire bonded interface. The specimen was thinned by ion milling.

Fig. 4 Al-Au intermetallic compounds, (a) equilibrium phase diagram⁽⁵⁾, (b) crystal structures and lattice parameters⁽⁶⁾⁽⁷⁾, (c) high resolution TEM micrographs and (d) electron diffraction patterns.

Fig. 5 Electron diffraction patterns obtained around the wire bonded interface, (a) as-bonded, (b) after annealing at 573 K for 3.6 ks.

この結果は冷間圧接されたバルク接合試料に対して行った背面ラウエ X 線回折の結果 Fig. 6 と同様である。723 K で 86.4 ks 熱処理した試料断面の走査電子顕微鏡像を Fig. 7 に示す。ここでは 3 相が観察され、1 相が優先的に生長しているのがわかる。EPMA 分析により、この相は Al₂Au₅ であることがわかった。金属間化合物相の生長が格子拡散支配での金属同士の拡散によるものとすれば次式

Fig. 6 X-ray diffraction patterns of the Al-Au interface region, (a) as bonded and (b) after annealing at 623 K for 32.4 ks. The diffraction patterns were taken from the encircled regions illustrated in the upper figures. The X-ray beam diameter was 1.5 mm.

Fig. 7 EPMA of the bonded interface after heat treatment at 723 K for 86.4 ks.

が成立することが知られている⁽⁸⁾

$$X = k \times t^{1/2} \quad (1)$$

ここで X は Al₂Au₅ 相の厚さ、 k は定数、 t は熱処理時間である。 $k^2 (= X^2/t)$ と $1/T$ の関係から相生長の活性化エネルギーを求めたのが Fig. 8 である。直線性は良いとは言えないが、 k^2 はほぼアレニウス型の温度依存性を示し、近似直線の勾配より求められる活性化エネルギーは 81.7 kJ/mol であった。この値は大西らが Au に Al 蒸着を施したものに對して 470~672 K の温度範囲で求めた相生長の活性化エネルギー 85.4 kJ/mol とほぼ一致している⁽¹⁾。

相の生長が格子拡散律速の場合次式が成立する。

$$X = \alpha \times (t \times \exp(-Q/RT))^{1/2} \quad (2)$$

ここで X は金属間化合物の厚さ、 α は定数、 t は熱処理時間、 Q は活性化エネルギー、 T は熱処理温度である。3 相の中で優先的に生長した Al₂Au₅ 相について $Q=81.7$ kJ/mol として求めた X と $(t \times \exp(-Q/RT))^{1/2}$ の関係を Fig. 9(a) に示す。高温、長時間熱処理をした 673 K-90 ks の試料 (X が最大) は式 (2) の直線関係からずれを生じているが、この試料では Au 側の界面で熱処理後容易に破

Fig. 8 $k^2 (=X^2/t)$ vs $1/T$ curve for the growth of the Al_2Au_5 phase.

断した。その破面の SEM 像を Fig. 9(b)に示す。破面にはボイドと思われるところが観察される。このようなボイドによって Au 原子の拡散が妨げられ、直線からのずれを生じたものであると考えられる。

Table 1 に 693 K で熱処理前後の接合界面近傍の残留応力の測定結果を示す。**Table 2** に Au-Al 系の熱膨張係数を示す。理由は不明であるが、Au 側には圧縮の残留応力が存在し、この熱処理によって約 5 倍にもなることがわかる。Al 側でも圧縮の残留応力が存在するが、その熱処理による変化は少ない。金属間化合物との差は Al 側の方が大きいにもかかわらず、このような結果になったのは、Al の融点に対する熱処理温度 (homologous temperature) が Au と比較して非常に高いため、残留応力の拡散緩和が大きかったことによるものと考えられる。

以上の結果から、Au-Al ワイヤボンディング接合部の破壊は、半導体素子の熱発生後の冷却過程で、Au 側に圧縮応力、金属間化合物側に引張応力が発生し、拡散で生じた脆い金属間化合物側のボイドに応力が集中することによって生じるものと考えられる。

IV. 結 論

半導体素子の外部接続に最も多く用いられているワイヤボンディングの微細接合界面を解析する手段として高分解能透過電子顕微鏡を用いた観察手段を確立するとともに、ワイヤボンディング接合界面の破壊に関して実験を行い、以下の結論を得た。

Fig. 9 (a) X vs $(t \times \exp(-Q/RT))^{1/2}$ curve for the growth of the Al_2Au_5 phase. (b) Fracture surface at the Au-intermetallic compound interface of the bonded bulk material after annealing at 673 K for 90 ks.

Table 1 Residual stresses measured in Al and Au phases near the bonded interface.

Heat treatments	Al/MPa	Au/MPa
As bonded	25.9	55.3
639 K-3.6 ks	35.5	81.6
639 K-57.6 ks	24.9	342

Table 2 Thermal expansion coefficients of Au, Al and intermetallic-compounds⁽⁵⁾⁻⁽⁷⁾.

	Expansion coefficients $1/K \times 10^{-5}$
Al	2.3
Al_2Au	0.94
AlAu	1.2
AlAu_2	1.3
Al_2Au_5	1.4
AlAu_4	1.2
Au	1.42

(1) Au ワイヤを用いた実用 IC のワイヤボンディング部をマイクロームを用いた試料作製法で薄膜化させることにより、従来困難であった微小接続部の高分解能観察が可能となった。

(2) Ar イオンによる薄膜化においては、接合部近傍がダメージの影響により一部、非晶質化するため、本来の接合界面の構造を観察するには適さないことがわかった。

(3) 電子線回折、X 線回折の結果より Au-Al ワイヤボンディング界面には初期においては微細な結晶粒の金属間化合物が存在し、素子の発熱等により、結晶の粗大化が生じることがわかった。

(4) Au-Al 系に存在する 5 種類の金属間化合物の高分解能観察と電子回折法により、結晶構造の同定を行った。

(5) ボンディング界面では、5 種類ある Au-Al の金属間化合物すべてが生長するわけではなく、 Al_2Au_5 が優先的に生長するが、この相の生長のための活性化エネルギーは 81.7 kJ/mol であった。

(6) 高温、長時間の加熱により Au と Al_2Au_5 の間にカーケンダルボイドと思われるボイドが観察された。

(7) X 線残留応力測定の結果、Al と金属間化合物との間の残留応力は、大幅に緩和されるのに対して、Au と金属間化合物との間には Au 側に強い圧縮応力が発生することが知られた。金属間化合物側には強い引張応力が発生す

るものと考えられ、そのため、形成されたボイドを起点として界面破壊が生じるものと考えられる。

おわりに、ワイヤボンディング装置、材料、等を供与していただいた九州松下電器(株)生産技術研究所の川西氏、北原氏、庄嶋氏、小山氏を始めとする幹部の方々、実験に協力いただいた有田氏、透過電子顕微鏡において指導協力していただいた日本電子(株)の井部氏、小倉氏、日製産業(株)の伊藤氏、X 線測定において指導協力していただいた有明工業高等専門学校の宮川助教授に心から感謝する。

文 献

- (1) 大西正己, 福本弘一: 日本金属学会誌, **38**(1974), 148.
- (2) H. Kato: Jpn. J. Appl. Phys., **26**(1987), 1786.
- (3) H. Kato: Jpn. J. Appl. Phys., **25**(1986), 934.
- (4) E. Philofsky: Solid-State Electronics, **13**(1970), 1391.
- (5) J. L. Murray, H. Okamoto and T. B. Massalski: Bull. Alloy Phase Diagrams, **8**(1987), 20.
- (6) W. B. Pearson: *A Handbook of Lattice Spacings and Structure of Metals Alloys*, Pergamon Press, London, (1958), 314.
- (7) G. Majni, C. Nobili, G. Ottaviani, M. Costato and E. Galli: J. Appl. Phys., **52**(1981), 4047.
- (8) G. V. Kidson: J. Nucl. Mater., **3**(1961), 21.