表面活性化法を用いた常温ウェハ接合技術

内海 淳¹・井手健介¹・一柳優子²¹三菱重工工作機械株式会社 ☎ 520-3080 滋賀県栗東市六地藏 130²横浜国立大学大学院工学研究院 ☎ 240-8501 神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台 79-1

(2016 年 9 月 15 日受付；2016 年 12 月 5 日掲載決定)

Room Temperature Wafer Bonding by Surface Activated Method

Jun UTSUMI¹, Kensuke IDE¹ and Yuko ICHIYANAGI²¹Mitsubishi Heavy Industries Machine Tool Co., LTD., 130 Rokujizo, Ritto, Shiga 520-3080²Yokohama National University, 79-1 Tokiwadai, Hodogaya-ku, Yokohama, Kanagawa 240-8501

(Received September 15, 2016 ; Accepted December 5, 2016)

The bonding of metal electrode and insulator hybrid interfaces is one of key techniques in 3D integration technology. As the surface activated bonding (SAB) is carried out at room temperature, the method is expected to be suitable for hybrid bonding. The metal materials such as Cu or Al are easy to directly bond using the SAB method, but insulator materials such as SiO₂ or SiN are difficult. In this report, we propose a new bonding technique for SiO₂/SiO₂ bonding at room temperature using only Si ultra-thin films. We confirmed that the surface energy was about 1 J/m², which is almost the same value of Si/Si bonding prepared at room temperature by SAB. Moreover, we examined the bonding of Cu/Cu by the SAB method, and we confirmed that no micro-voids were observed at the bonding interface.

KEYWORDS : surface activated bonding, room temperature bonding, bonding interface, SiO₂, hybrid bonding

1. は じ め に

現在、我々が普段手に取る日用品から車両・航空機やインフラ機器等様々な産業分野・製品において各種接合・接着技術が用いられており、それらにおける性能向上・軽量化・低コスト化などへ大きく寄与している。

接合技術としては、有機接着材や低融点金属材等を接合中間層として用いる間接的な接合方法と接合材そのものの同士を貼り合わせる直接的な接合方法とに大別される。生産性・信頼性等を考慮すると直接接合法における優位性が高いが、ほとんどの直接接合方法では熱処理が必要となるため、その適用先には制約がある。表面活性化接合法 (Surface Activated Bonding : SAB) を用いた常温接合技術^{1,2)}は、熱処理を必要としない直接接合法であり、既に圧力センサ・加速度センサなどの MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) センサや異種材料同士を貼り合わせた高付加価値基板材料等の量産に適用さ

れている³⁾。さらに半導体分野では、微細化による進展が難しくなっている中、今後とも持続的な発展を続けていくため、3次元積層化による高機能・多機能化が検討されている。特に、電極と絶縁層が同一面に混在したハイブリッド面同士を同時接合する技術が必須となるが、熱処理が必要な従来技術ではスループット・デバイスダメージ・位置合わせ等に問題を抱える。そこで、これらの問題を解決可能な常温接合技術に対する期待が高まっており、ハイブリッド接合技術の早急な整備が望まれている。ここでは、ハイブリッド接合を実現するために常温接合技術を応用した接合方法を中心として紹介する。

2. 常温接合技術

2.1 接合原理

現在直接接合方法としては、プラズマ活性化接合法⁴⁾が主流となっている。その原理は、以下のとおりである。プラズマ処理により表面を親水化する。その表面に吸着した水におけるシラノール基間の水素結合により仮

Fig. 1. Schematic illustration of SAB method.

接合する。その後、300℃程度でアニール処理することでシラノール基が分解し水素を脱離させることにより強固な接合を達成する。この接合方法は、SOI (Silicon on Insulator) 基板や CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor) イメージセンサなどの製造に使用されているが、脱離した水素や過剰水分の残留による接合不良が発生しやすいこと、また金属材料では接合界面に形成される酸化層による電気特性への影響などの問題が残る。

一方、表面活性化法による常温接合技術は、Fig. 1 に示すように高真空中、Ar イオンビームなどを用いて表面に存在する自然酸化膜やコンタミネーションを物理的に除去し、活性化した表面同士を接触させることにより接合を達成する。そのため、熱処理を行うことなく母材同士を直接接合することが可能となる。本接合方法は、前記プラズマ活性化接合法と同様に恒久的な接手法である。良好な接合特性を得るためには、活性化された状態を接合まで維持可能な高真空環境および固相間直接接合では共通となる接合面における原子レベルでの平坦性確保が重要となる⁵⁾。このように高い前提条件を要するが、熱処理不要の優位性から高周波デバイス用途である LiTaO₃/サファイア接合のように熱膨張率差が大きい異種材料同士の接合に適している。また、プラズマ活性化接合法では難しい Si/Si 接合においても良好な接合特性が得られるため、Si プロセスをベースとして構築される MEMS デバイスへの適用が進んでいる。

2.2 接合装置

本研究で使用した常温接合装置 (三菱重工社製 MWB-08AX) の概要を Fig. 2 に示す。また、装置の主な仕様を Table 1 に示す。Fig. 2 に示すように接合試料は接合面を対向させて上下に配置され、上側試料は静電チャック (Electrostatic chuck) により固定される。表面活性化は、上下試料それぞれに対応して配置された高速原子ビーム (Fast Atom Beam: FAB) 源により行う。FAB は、ソースガスである Ar を中性状態でエネルギー約 1 keV 程度のビームを生成する。試料をセッティング

Fig. 2. (color online). Schematic illustration of bonding apparatus.

Table 1. Specifications of MWB-08AX.

Set wafers	10 set
Wafer diameter	200 mm
Operation	Automatic
Alignment accuracy	$\pm 2 \mu\text{m}$
Surface activation	FAB
Press unit	Max. Press force 100 kN
Alignment	By IR transparent Image
Degree of vacuum	$< 1.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$

し、バックグラウンド真空度が 10^{-6} Pa 台に達した後、Ar-FAB を照射して上下それぞれの表面を活性化する。その後、上側試料を降下させ、下側試料と近接させた状態で高精度アライメントを行った後、両者を接触させて接合する。

3. ハイブリッド接合の実現化に向けた検討

3.1 ハイブリッド接合技術

半導体デバイスの 3 次元積層化には、上下デバイス間の電気的な接続を確保するために微細な Si 貫通電極間を高精度に位置合わせし接合した後、積層を繰り返すための薄化・研磨工程が必要となる (Fig. 3 参照)。そのため、金属電極と絶縁材料の混在した面間を同時に接合するハイブリッド接合では、機械的な強度を絶縁材料間の接合部で確保する必要がある。これまで、このハイブリッド接合に対していくつかの検討がされているが^{6~8)}、未だ実用レベルを満足するハイブリッド接合技術は確立されていない。常温接合法は、熱処理を必要とする従来の接合技術と比較してハイブリッド接合に対する適用性に優れていると考えられる。しかしながら、常温接合法では、Cu などの金属材料同士では良好な接合特性が得られるが^{9,10)}、SiO₂ や SiN など代表される絶縁材料では表面活性化直後に安定化してしまうため¹¹⁾、直接接合することは難しい。そこで本稿では、常温接合法を用いた絶縁材料同士の接合を可能とする新規接合方法に関す

Fig. 3. Hybrid bonding technique.

る検討結果を紹介する。

3.2 極薄 Si 層を用いた SiO₂/SiO₂ 接合

これまでアモルファス Si 膜を用いた常温による SiO₂ 間接合が報告されているが¹²⁾、接合強度を確保するには金属膜の介助を必要としている。絶縁層間の接合では、金属材は絶縁特性に影響するため、可能な限りその量を抑える必要がある。ここでは、厚さ nm オーダの極薄 Si 層を接合中間層として SiO₂ 同士を金属フリーで接合できるプロセスを検討した。通常の接合プロセスでは、Fig. 2 に示すように上下に配置したウェハ表面を同時に活性化するが、ここでは次のような接合プロセスによる SiO₂/SiO₂ 接合を検討した。上側に ϕ 8 インチ熱酸化膜付 Si ウェハを、下側にはターゲットとなる ϕ 8 インチベア Si ウェハを配置する。Si ウェハ側のみに Ar ビームを照射する（第 1 照射）ことによりベア Si ウェハをスパッタリングし、熱酸化膜表面上に Si 膜を成膜する。その後、このスパッタ源として使用した Si ウェハを ϕ 8 インチ熱酸化膜付 Si ウェハと入れ換える。次に、Si 膜が成膜された上側ウェハに Ar ビームを照射（第 2 照射）し、下側ウェハ表面上に Si 膜を形成した後、両ウェハを接合した。接合したウェハの IR 透過像を Fig. 4 に示す。ボイドもなくウェハ全面で均一な接合状態が得られているのが確認できている。ここで使用した IR 透過像観察装置（モリテックス社製 IRise）では、 $\square$ 約 8 mm 領域の 1 視野像をステップ・アンド・リピートしてウェハ全体像を取得するため、図中に見られる四角パターンはその 1 視野内における照明光強度分布の影響による。

第 1 および第 2 照射時間をそれぞれ 10 min および 2.5 min により接合した SiO₂ 間接合界面における透過電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope : TEM）による観察結果を Fig. 5 に示す。Fig. 5 (a) の低倍像からボイド等なく良好な接合状態であることがわかる。また、Fig. 5 (b) の高倍像からは接合界面には厚さ約 7 nm 程度のアモルファス Si 層と思われる中間層が確認できた。接合界面は、三角印で示すアモルファス Si 層下部に見られるコントラストが異なる線状部と思われる。この接

Fig. 4. IR image of the bonded 8-in. SiO₂/SiO₂ wafers using an amorphous Si layer. No voids are visible.

Fig. 5. TEM cross-sectional images of the bonded SiO₂/SiO₂ interface for second irradiation time of 2.5 min : (a) low magnification and (b) high resolution.

合界面より上層部が第 1 照射により、薄い下層部側が第 2 照射により形成されたアモルファス Si 層と考えられる。

さらに、エネルギー分散型 X 線分光法（Energy Dispersive X-ray Spectroscopy : EDS）を用いて接合界面における元素分析を行った。その結果を Fig. 6 に示す。SiO₂ と中間層の界面、中間層内および接合界面のいずれにおいても Si と O のみが検出され、金属種の存在は認められなかった。

接合強度は、ブレード法¹³⁾による表面エネルギーとして評価した。第 1 照射時間を 10 min に固定したときの第 2 照射時間に対する表面エネルギー測定結果を Fig. 7 に示す。第 2 照射なしでは接合せず、第 2 照射時間 2 min 以上では表面エネルギー値 1 J/m² 以上が得られた。この値は、これまで報告されている SAB 法による Si/Si 接合における表面エネルギー値¹⁴⁾と同程度である。

以上より、常温接合法では直接接合が難しい SiO₂ 間

Fig. 6. EDS line analysis along the white dash line on TEM image. The analysis was carried out across the bonding interface.

Fig. 7. Relationship between surface energy and irradiation time of the second irradiation. The first irradiation time is 10 min.

接合を極薄 Si 層を用いて金属フリーな接合を得られることが確認できた。

3.3 Cu/Cu 接合

最後に、電極材となる Cu/Cu 接合に関する検討結果を紹介する。金属材料同士の接合においても良好な接合特性を得るためには、十分な表面平坦性が必要となる。しかしながら、Si のような弾性材料とは異なり、接合時の印加荷重による塑性変形効果により接触面積が増大し、接合強度を向上させることができる¹⁵⁾。また、通常金属材料の接合に用いられる拡散接合では、その金属材料融点 T_m に対して $0.5 \sim 0.8 T_m$ 程度の熱処理が必要とされている¹⁶⁾。しかしながら、表面活性化による Cu/Cu 接合において、 100°C 程度の低温ポストアニール処理でも接合強度の向上が確認されている¹⁷⁾。

Fig. 8. (color online). AFM images for Cu surface after CMP treatment. The ra roughness is 0.770 nm. Scanning size is $1 \times 1 \mu\text{m}^2$.

Fig. 9. XPS depth profile of a Cu deposited film after CMP treatment. (●) are Cu 2p peaks, (■) are O 1s peaks.

以下に、熱酸化膜付 Si ウェハ表面に成膜した Cu 膜を CMP (Chemical mechanical polish) により十分に平坦化処理し、常温接合した結果を示す。表面粗さは、原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy : AFM) を用いて評価した。**Fig. 8** に示すように、走査エリア $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ における算術平均粗さ (Ra) 値は 0.77 nm である。また、表面酸化膜の除去量が接合特性および電極間の電氣的接続性に大きく影響するため、その厚さを把握することが重要となる。そこで、Cu 表面に存在する自然酸化膜厚を X 線光電子分光法 (X-ray Photoelectron Spectroscopy : XPS) を用いて深さ分析し測定した。Cu および O それぞれの存在量に関するデプスプロファイルを **Fig. 9** に示す。この結果より、自然酸化膜の厚さは約 10 nm 程度であることがわかる。あらかじめ評価した Cu エッチング特性に基づいてこの自然酸化膜を十分に除去可能

Fig. 10. TEM cross-section images of the bonded Cu/Cu films interface : (a) low magnification (b) high-resolution.

な条件を決定し、接合処理を行った。接合時の圧接荷重は約 40 MPa である。接合した Cu/Cu 界面の TEM 観察像を Fig. 10 に示す。Fig. 10 (a) において三角印で示すように接合界面の境界が認められるが、ポイドもなく均一に接合しているのがわかる。さらに、Fig. 10 (b) に示す高分解能像において、三角印で示す接合界面付近では Cu 結晶粒とは異なるコントラスト像が確認された。本 Cu/Cu 接合界面部に関しては、EDS による成分分析から界面上下における Cu 母材部と組成はほぼ同等であり、また電子エネルギー損失分光法 (Electron Energy Loss Spectroscopy : EELS) による状態分析を行った結果、バルク Cu と同状態であることを確認している¹⁸⁾。それらの結果より、表面活性化により表面酸化膜が十分に除去されており、また接合界面を横断して格子像が確認できることから Cu 同士が直接接合していると考えられる。

3.2 節で述べた接合中間層として極薄 Si 膜を用いた接合方法をハイブリッド接合に適用する場合、表面活性化により Cu 自然酸化膜除去後、Si 膜を成膜する手順となるため、活性化後の Cu 表面も Si 膜で覆われることになる。そのため、Si 膜による電氣的接続性への影響を把握することが重要となるが、Si 膜厚を極力薄くすることでその影響を低減できることが期待される。そこで、まず SiO₂/SiO₂ 接合において強度確保に必要となる最低 Si 膜厚を検討し、膜厚約 3 nm 以上で表面エネルギー約 1 J/m² が得られることを確認している¹⁹⁾。今後は、本接合方法を用いた Cu/Cu 電極間接合における極薄 Si 膜厚さと電氣特性の関係を検討する必要がある。

4. ま と め

今後半導体デバイスの 3 次元積層化において、接合技術はキー技術の一つとなる。特に、金属電極材と絶縁層を同時接合するハイブリッド接合技術は必須になると考

えられ、その実現化に向けて常温接合法を利用した取り組みに関して紹介した。ハイブリッド接合では絶縁層間接合部で機械的な強度確保が必要となるが、常温接合法では SiO₂ 系材料の直接接合は難しい。そのため、極薄アモルファス Si 層を用いた接合プロセスを検討し、常温接合法による Si/Si 接合同程度度の接合強度が得られ、本接合プロセスの有効性を示すことができた。今後は、SiO₂/SiO₂ 接合界面における電氣的特性評価および本手法によるハイブリッド面同士の接合評価を進めていく。

文 献

- 1) T. Suga, K. Miyazawa and Y. Yamagata : MRS Inter. Meeting on Advanced Materials, Material Research Soc. **8**, 257 (1989).
- 2) T. Suga, Y. Takahashi, H. Takagi, B. Gibbesch and G. Elssner : Acta Metall. Mater. **40**, S133 (1992).
- 3) M. Miura, T. Matsuda, Y. Satoh, M. Ueda, O. Ikata, Y. Ebata and H. Takagi : Proc. IEEE Ultrason. Symp. (2005) p. 573.
- 4) S.N. Farrens, J.R. Dekker, J.K. Smith and B.E. Roberds : J. Electrochem. Soc. **142**, 3949 (1995).
- 5) H. Takagi, R. Maeda, T.R. Chung, N. Hosoda and T. Suga : Jpn. J. Appl. Phys. **37**, 4197 (1998).
- 6) A. Jourdain, S. Stoukatch, P. De Moor and W. Ruythooren : IEEE Int. Interconnect Technology Conf. (2007) p. 207.
- 7) J.Q. Lu, J.J. McMahon and R.J. Gutmann : MRS Proc. **1112**, 1112-E02-01 (2008).
- 8) A. Shigetou and T. Suga : J. Electron. Mater. **41**, 2274 (2012).
- 9) T.H. Kim, M.N.R. Howlader, T. Ito and T. Suga : J. Vac. Sci. Technol., A **21**, 449 (2003).
- 10) T.H. Kim, M.M.R. Howlader, T. Itoh and T. Suga : Proc., Int. Symp. on Electronic Materials and Packaging, 3rd IEEE (2001) p. 193.
- 11) 高木秀樹 : 機械技術研究所報告 **189**, 61 (2000).
- 12) R. Kondo and T. Suga : Proc. of the 61st IEEE Electronic Components and Technology Conf. (2011) p. 2165.
- 13) W.P. Maszara, G. Goetz, A. Caviglia and J.B. McKitterick : J. Appl. Phys. **64**, 4943 (1988).
- 14) H. Takagi, R. Maeda and T. Suga : J. Micromech. Microeng. **11**, 348 (2001).
- 15) 内海 淳, 一柳 優子 : 電氣学会論文誌 E **134**, 284 (2014).
- 16) A. Wang, O. Ohashi and K. Ueno : Mater. Trans. **47**, 179 (2006).
- 17) J. Utsumi and Y. Ichiyani : AIP Conference Proceedings **1585**, 102 (2014).
- 18) J. Utsumi and Y. Ichiyani : J. Basic and Applied Phys. **3**, 150 (2014).
- 19) J. Utsumi, K. Ide and Y. Ichiyani : ECS Trans. **75**, 355 (2016).