

# 表面活性化による低ひずみ冷間圧接クラッド材製造に関する研究

東京大学 先端科学技術研究センター  
教授 須賀唯知  
(平成6年度研究開発助成 AF-94026)

キーワード：表面活性化、常温接合、冷間圧接、クラッド材

## 1. 目的と背景

本研究は、従来の冷間圧延では製造が困難であったクラッド材を低ひずみで作成する新しい製造手法を提案・検討することを目的としている。その手法とは、接合表面をイオン衝撃することにより酸化皮膜・吸着層を除去し、また表面を活性化状態にすることにより、低ひずみでの冷間圧接を可能とするものである。これにより、従来の手法では脆弱な反応層ができたり、強変形を受けたクラッド材に対して、界面反応層のない、また低加圧であるため超平滑界面の低ひずみクラッド材の製造が可能になると期待される。本手法は、申請者らにより、接合継ぎ手を対象とした表面活性化常温接合として提案され、既にその有効性が確認されてつづいてきた。本研究ではこれをさらに、従来の冷間圧接の対象外であった金属-シリコンなどの異種材料に拡張し、クラッド材製造における表面活性化処理の効果を明らかにした。

低温接合の対象の大きさは表面活性化手法や表面粗さの問題によって制約されている。従来の研究では、対象の大きさは接触面が 15mm 角程度までであった。本研究では、低温接合に、ロールによって貼り合わせる圧延接合を接合手法として提案し、異種材料の大面積接合の実現を図った。同様の研究としては、西條らによる真空圧接手法の開発が知られている。しかしこの場合の荷重は数tのレベルであり、半導体ウエハやセラミックスに適用するには荷重が大きすぎる。これら延性を伴わない材料の大面積接合には、より低加圧での接合が要求される。

本研究では、主に、シリコンウエハと銅薄板との低温クラッドについて検討を行った結果を報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

本実験に用いる試料 Cu 箔には、日本製箔株式会社製の厚さ 15 $\mu$ m、35 $\mu$ m の 2 種類の圧延箔を用いた。ともに純度は 99.9% のタブピッチ Cu で、表面粗さは、15 $\mu$ m 箔が平均面粗さ(Ra) = 31.73nm、最大高低差(P-V) = 340.6nm、自乗平均面粗さ(Rms) = 41.69nm、35 $\mu$ m 箔が Ra = 30.13nm、P-V = 202.6nm、Rms = 36.27nm である。Si ウエハは、シリコンテクノロジー株式会社製の厚さ 350(+25) $\mu$ m、4 インチ(+0.5mm) のものを用いた。結晶方位は、(110)で、P 型、N 型両方を用

いた。

### 2.2 低温圧延装置

接合実験に用いた高真空低温圧延装置で行った。排気系はターボ分子ポンプ、拡散ポンプであり、排気開始から約一時間で、 $4 \times 10^{-4}$ 以下に達する。表面処理は、高周波プラズマ放電、高速原子ビーム照射によって行われる。上側試料は、チャンパー内に Ar 原子を導入して高周波 RF プラズマで放電させ、試料表面を Ar 原子でスパッタする。このときのスパッタレートは Cu の場合で 1.0~2.0nm/min である。下側試料は、Ar 高速原子ビーム (FAB) によってスパッタする。このときのスパッタレートは Si の場合で 0.7~20.8nm/min である。

また本装置では、下側試料、ロールについて、加熱処理を行うことができる。下側試料は、ヒーターの輻射熱によって下側から加熱される。ロールは、ランプ加熱によってロール上方から加熱される。表面活性化処理を行った後、上下試料はロッドで試料を搬送することによって重ね合わされ、圧延室に搬送する。ロールは、油圧ポンプによって上下に動かすことができ、試料に油圧ポンプの表示値で最大 10MPa の荷重をかけることが可能である。

ロールの接触面積 S は、ロールにかかる荷重、試料の硬さ、試料の形状、試料(箔)の厚みによって変化するため、接合条件によって、さまざまに変化する。特に、ウエハの場合は、形状が円形のため、加圧が一定とはならない。表面活性化後搬送され、ロールで上側から押さえつけられた試料は、ロッドで移動させられることによって圧延される。圧延ロールは、SUS 材で作られた $\phi$ 80mm、幅 105mm のロールである。圧延ロールは、主に円柱形状に加工した後、電界研磨が施した

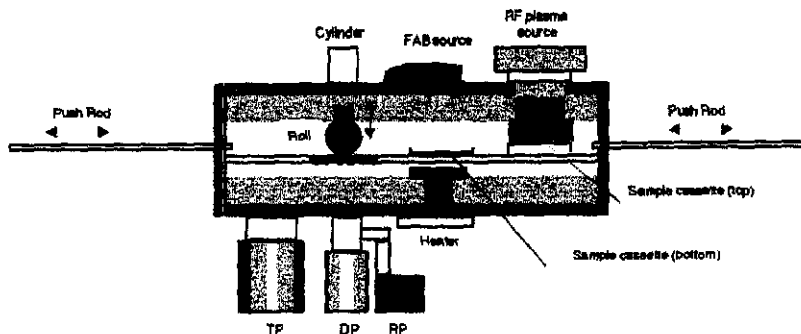


図1 真空ロール圧接装置

ものを用いた。

### 2. 3 接合手順

接合実験は、以下のようにして行われる。

1) 接合チャンバーを $2 \times 10^{-6}$ Torr以下まで排気した後、Arガスを導入し、チャンバー内の真空度を1.0Pa程度にし、上側試料にRFプラズマを放電させる。このときかける電圧は100W（反射波が約10~15W）とする。

2) 次に、Ar導入量を0.17Torr程度にし、下側サンプルにFABを照射する。このとき、上側試料についても、再吸着を防止するため、RFプラズマ放電を続ける。FAB照射の印加電圧は15kVとする。

3) サンプルの表面活性の終了後、すぐにサンプルを重ね合わせ、圧延室に搬送し、圧延を行う。この時の圧延速度は、10~500mm/min程度とする。表面活性終了後、圧延を行うまでには約30sec要し、その後、約30秒で圧延を終了する。表面活性化から接合までの露出は、約 $6 \times 10^{-3}$ Pa・secである。

### 2. 4 接合体の評価および分析

接合体の強度は、 $90^\circ$ ピール試験によるピール強度で評価した。接合された金属箔のみを幅10mmに切断し、端部を上側に、ウェハは下側に固定し、ロードセルで制御しながら1mm/minのスピードでウェハ箔から垂直上方に剥離した。基本的に、ピールは圧延方向に沿って行われ、長さ10mmのピール強度の平均値を、その部分のピール強度の測定値とした。

## 3. 実験結果

### 3. 1 接合実験結果

FAB照射、RFプラズマ放電といった表面活性化をいずれかを行わない条件では、Cu箔とSiウェハは接合されなかった。その一方で、RFプラズマ放電、FAB照射、を共に行った場合では接合されたのが確認された。ただし、表面活性化処理を行った実験においても、FAB照射時間を1minとした場合は、ウェハの中央部以外は接合されなかった。また、常温において、100Nという比較的低加圧の接合では、接合が十分

にされず、搬送時に接合体が剥がれる程弱い接合であった。その他の条件においては、Cu箔とSiウェハは比較的強い接合がなされた。

図2は、表面活性化による低温接合によって接合されたCu-Si接合体の写真である。接合体のCu箔表面には、圧延方向に沿って、約3mmピッチの筋が観察された。この筋は、 $360^\circ$ に加熱した場合の接合体を除き、いずれの接合体においても観察された。さらに圧延ロールの他に、Cu箔のしわが観察された。このしわは、接合温度に関わらず、ほとんど全ての接合体にCu箔のしわが生じた。さらに、 $360^\circ$ 加熱した場合の接合体には、気泡の跡のようなものも観察された。これら、しわや気泡跡ができる理由としては、

- 1) Cu箔の変形量がウェハ上の位置によって異なる
  - 2) 試料ホルダー固定の際のCu箔の不均一なテンション
  - 3) 搬送時に重ね合わせるときにすでに微小な範囲で接合
  - 4) 加熱によるCu箔の熱膨張
- などが考えられる。

### 3. 2 接合体のピール強度と最適接合条件

接合体のピール強度は、最大で12.49N/cmに達した。しかし、接合位置によって、1.35~7.15N/cmという強度差があった。Cu箔剥離後のウェハ中心部、および圧延方向から見た時のウェハ両端部には残留物が観察された。残留物のEDXによる面分析によればCu元素が検出され、しかも残留物の形状をしていたことから、この残留物は、Cuであると考えられる。以上のことから、常温で接合した場合における接合体は、強い部分ではCuがウェハ上に残留するほど強いことがわかった。接合体のピール強度が不均一であるのは、FAB照射による不均一な活性、圧延ロールによる不均一荷重、圧延時に生じたしわによる不均一荷重が原因と考えられる。

また、 $280^\circ$ C以上に加熱した場合、ピール強度は8.25N/cm以上に達し、しかも一部では、Cu箔、もしくはSiウェハが破壊するほど強い強度を示した。この加熱による強固な接合が得られたのは、1) Cu箔とSiウェハとの密着性の向上、2) 加熱による真空度の改善と残留ガスによる再酸化の減少、などが原因として考えられる。

RF放電時間については、5min以下では極端に弱い強度しか得られないのに対し、10min以上では、4.85N/cmに達した。したがって、RF放電時間は10min以上で、十分な表面活性化がなされたと考えられる。これは、表面のエッチング量で、10~20nmに相当する。

FAB照射時間については、1min以下のときは、全体的にかなり低い接合強度だったのに対し、15min以上では、5.05N/cm以上の強度を示した。FAB照射時間が15min以上の場合にも、接合強度が弱い部分が生じるのはFAB照射が不均一であることが原因であると考えられる。FAB照射の場所によるスパッタレートの高低差は最大で20.1nm/minであり、長時間の照射によりウェハ表面内の高低差が大きくなり、圧延の不均一荷重がより大きくなると考えられる。これは、FAB照射をより均一にすることによって、改善されると考え

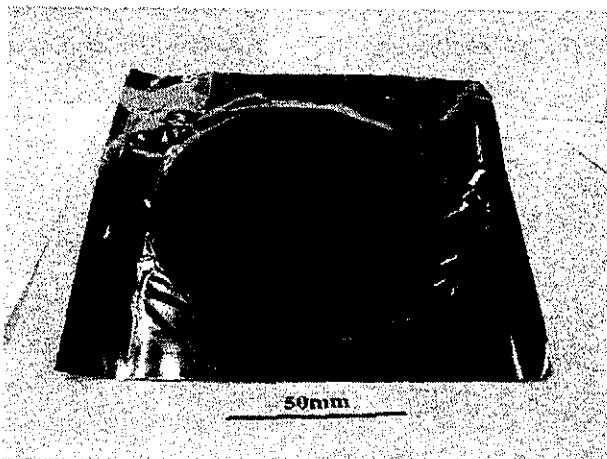


図2 Si-Cu接合体 (Cu側から)

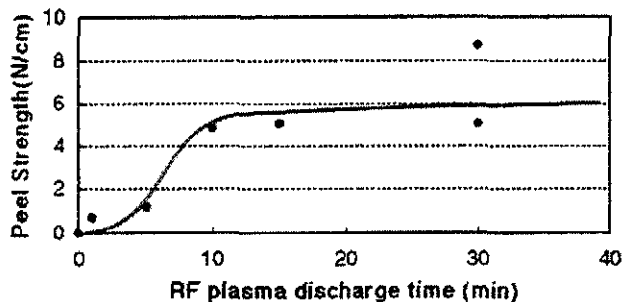


図3 RF プラズマ照射の影響

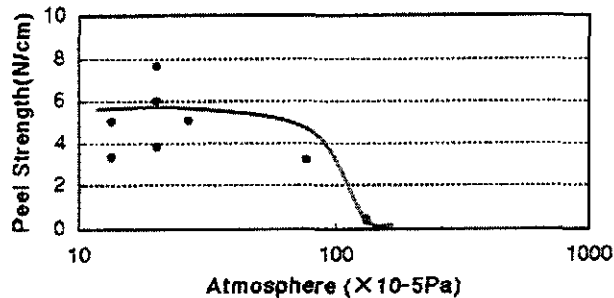


図5 真空度の影響

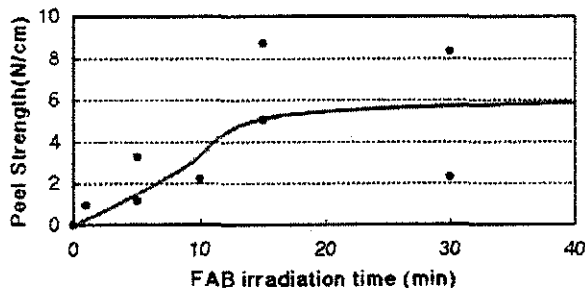


図4 FAM照射の影響

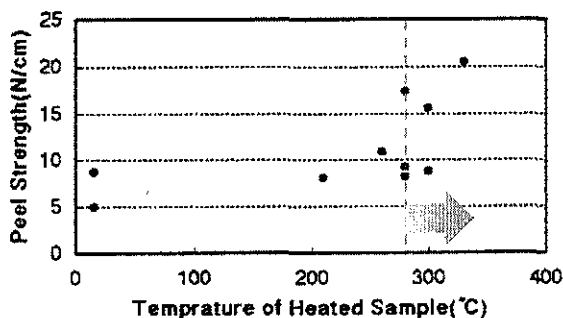


図6 加熱温度の影響

られる。

真空度(バックグラウンド)と接合体のピール強度との関係については、 $1 \times 10^5 \text{ Pa}$  で接合したときのピール強度は極端に低かったが、 $7 \times 10^4 \text{ Pa}$  以下のバックグラウンドで接合した場合は、 $3.825 \text{ N/cm}$  の強度に達した。さらに、 $2 \times 10^4 \text{ Pa}$  以下では、 $6.0 \text{ N/cm}$  程度の比較的強い接合を持つ部分もあった。したがって、十分なピール強度を得るためには、表面活性化後  $0.12 \text{ Pa} \cdot \text{sec}$  以下の露出に抑える必要があることが分かった。

### 3. 3 接合界面の評価

図7に、それぞれの加熱温度で接合した場合における接合体の断面のSEM写真を示す。すべての接合体界面にごく薄い層が観察されたが、 $330^\circ\text{C}$ 以下の加熱では、それより厚い中間層は観察されなかった。それに対し、 $360^\circ\text{C}$ に加熱した場合、界面に約  $5 \mu\text{m}$  程度の中間層が観察された。この中間層は、Cu箔側でほぼ一様に観察された。常温で接合した場合、 $360^\circ\text{C}$ に加熱して接合した場合における接合体の断面を、EDXの線分析によって元素分析した。この結果を、Figure 5.23に示す。 $360^\circ\text{C}$ に加熱した場合は、界面にはO原子が入り込んでいるのも確認された。本実験で用いられたタフピッチ銅は、 $0.01 \sim 0.06\%$ 程度のOを含んでいるが、加熱によってCuがより単体で存在しようとするため、箔内部に存在していたOが

加熱によって界面に拡散してきたと考えられる。

さらに、これら接合体の分離は、界面付近のどこで起こるのかをSEM観察によって調査した。常温で接合した場合、 $360^\circ\text{C}$ 加熱して接合した場合における、接合体のCu箔剥離後の断面観察をFigure 5.27に示す。常温の場合は、界面に存在したごく薄い中間層での破壊を含め、全て界面で破壊された。常温での接合においては、ピール強度は界面が最も弱く、破壊も界面で起こったと考えられる。それに対し、 $360^\circ\text{C}$ に加熱した場合は、Cu箔と反応層の境界、反応層とSiウェハの境界(接合界面)、Siウェハ内という3通りの破壊箇所が観察された。これは、反応層の生成によって、Cu箔内に脆い層ができたものの、その強度は、一部でSiウェハ内で破壊をおこすほど強かったと考えられる。

さらに、接合界面の微細構造をTEMにより観察した。図8に示すように界面に接するSi側に厚さ  $20 \text{ nm}$  近いアモルファス層が形成されている様子が見られた。これは、Arの原子ビーム照射によるものと考えられる。

### 4. 表面活性化による低温接合の応用

本研究でおこなったCu-Si接合を配線板製造に適用した試作例を示す。Cu箔には、 $15 \mu\text{m}$ 箔を用いた。これは、従来使用されているスパッタ法、CVD法、メッキ法等の手法で

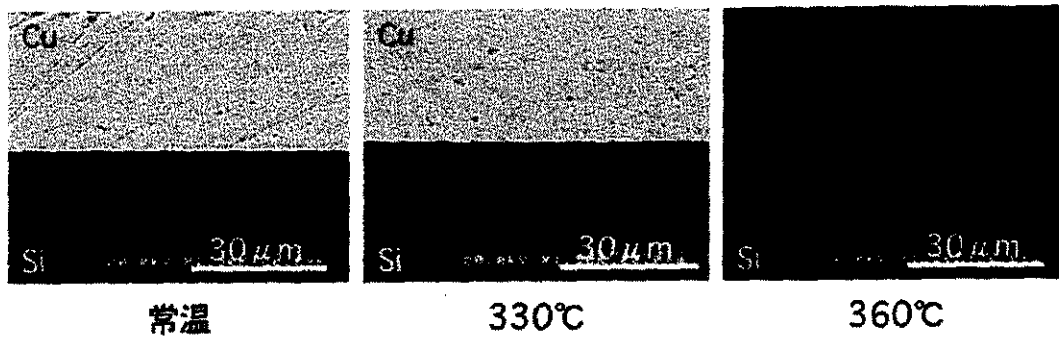


図7 Si-Cu 接合界面のSEM像

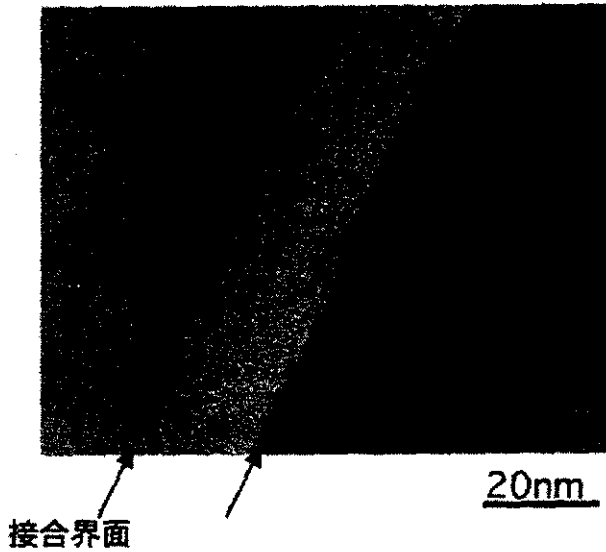


図8 Si-Cu 接合界面のTEM像

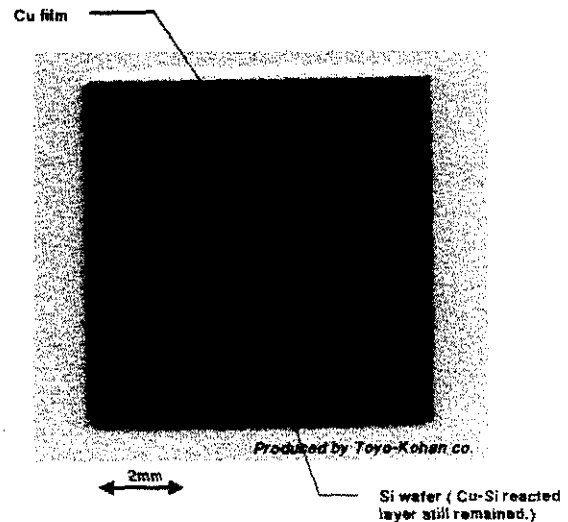


図9 Si-Cu 接合体の配線板試作への適用

は成膜が難しいとされている厚さである。試作では Cu-Si 接合体をチップサイズに加工し、Cu 箔をエッチング処理を施して配線パターンを実装した。エッチング処理としては、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> によるウェットエッチングを行った。Cu 箔は十分に密着し、しかもエッチング処理中に剥がれないほどの強度を持っていたため、Si 基板上に Cu 配線が低温でパターンニングされたチップが作製された。

さらに、その他の異種材料についても接合可能性を評価した。Cu 箔、Al 箔、Al 板 (磁気ディスク)、SUS 箔といった金属同士の接合はもちろん、ガラス、AlN といった延性を持たない材料と金属箔との組み合わせなども、低温低加圧で接合された。Si ウェハ以外の脆性材料同士についても、表面活性化による低温接合法によって接合可能であることがわかった。また、Si ウェハ同士という、延性を持たない、変形量の小さい材料同士でも、表面活性化による低温接合法を適用することでウェハスケールでの直接接合が可能であることが分かった。今後、表面活性化による低温接合法が、様々な部品へ応用されるものと期待できる。

5. 結び

表面活性化による低温接合法を用いることにより、金属箔と Si ウェハの低温低加圧での大面積接合が可能であることを示した。この手法は、金属箔と Si ウェハの組み合わせのみならず、種々の異種材料の接合にも適用することが可能で、配線基板を始めとして大面積を要する接合の分野での応用が期待される。

謝辞

本研究は、天田金属加工機械技術振興財団の助成を受けて遂行されたことを付記し謝意を表す。なお、本稿の内容は平成 12 年末の時点で未発表であり、近日中に日本塑性加工学会誌に投稿の予定である。

参考文献

- 1) 須賀唯知：「常温接合」、日本金属学会会報、第 29 巻第 11 号 (1990)
- 2) 西條蓮二、吉田一雄、平松裕更：「真空圧延による冷間圧延クラッド材の試作」、溶接学会誌、第 66 巻 (1997)、第 8 号