

# 大气氛围低温 Au-Au 薄膜键合的表面活化处理研究\*

陈孔杰<sup>1</sup>, 聂君扬<sup>1</sup>, 罗灿琳<sup>1</sup>, 周雄图<sup>1,2</sup>, 孙捷<sup>1,2</sup>, 严群<sup>1,2</sup>,  
吴朝兴<sup>1,2</sup>, 张永爱<sup>1,2\*\*</sup>

(1. 福州大学 物理与信息工程学院, 福州 350108; 2. 中国福建光电信息科学与技术创新实验室, 福州 350108)

**摘 要:** 提出了一种在大气氛围和低温条件下实现 Au-Au 薄膜的金属键合技术, 研究了不同表面活化处理时间对 Au-Au 薄膜表面粗糙度、Au-Au 薄膜的键合质量和可靠性的影响。实验结果表明, Au 薄膜表面粗糙度随着表面活化处理时间的增加先减少后增大, 当表面活化处理时间为 20 min 时, Au 薄膜表面粗糙度均方根为 6.9 nm, 悬挂键数量和粗糙度达到一个相对平衡的关系, Au-Au 薄膜键合后的平均剪切强度为 131.8 MPa, 最大剪切强度高达 159.1 MPa。因此, Au 薄膜表面理想的表面活化处理时间可有效地提高 Au-Au 薄膜键合质量和稳定性, 为实现混合集成 Micro-LED 器件的低温金属键合提供理论指导。

**关键词:** 薄膜键合; 表面活化处理; 粗糙度; 剪切强度; 微米级发光二极管器件

**中图分类号:** TN405 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-488X(2023)01-0042-06

## Study on Surface Activation Treatment of Au-Au Thin Film Bonding at Low Temperature in Atmospheric Atmosphere

CHEN Kongjie, NIE Junyang, LUO Canlin, ZHOU Xiongtu, SUN Jie, YAN Qun,  
WU Chaoxing, ZHANG Yongai

(1. College of Physics and Information Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350108, CHN; 2. Fujian Science & Technology Innovation Laboratory for Optoelectronic Information of China, Fuzhou 350108, CHN)

**Abstract:** A metal bonding technology was proposed for Au-Au thin films under atmospheric and low temperature conditions. And the effect of activation treatment time on the surface roughness of Au-Au films, the bonding quality and reliability of Au-Au films were studied. The experimental results showed that the surface roughness of the Au film first decreased and then increased with the in-

收稿日期: 2022-06-29

\* 基金项目: 国家重点研发计划 (2021YFB3600104); 闽都创新实验室自主部署项目 (2021ZZ111, 2021ZZ130)

作者简介: 陈孔杰 (1997—), 男, 硕士研究生, 研究方向为 Micro-LED 显示技术; (E-mail: 614484339@qq.com)

聂君扬 (1991—), 男, 博士研究生, 研究方向为半导体技术 Micro-LED 显示技术;

罗灿琳 (1999—), 女, 硕士研究生, 研究方向为 Micro-LED 显示技术;

张永爱 (1977—), 男, 研究员, 博士生导师, 主要研究方向为 Micro-LED 显示和纳米像元电致发光 (NLED) 显示技术。(E-mail: yazhang@fzu.edu.cn)

\*\* 通讯作者

crease of the surface activation treatment time. When the surface activation treatment time reached 20 min, the root mean square of the surface roughness of the Au film was 6.9 nm, the number of dangling bonds and the roughness could achieve a relatively balanced relationship, the average shear strength of the Au-Au film after bonding was 131.8 MPa, and the maximum shear strength was as high as 159.1 MPa. Therefore, the ideal surface activation treatment time of Au film surface could effectively improve the bonding quality and stability of Au-Au film, and provide theoretical guidance for the realization of low-temperature metal bonding of hybrid integrated Micro-LED devices.

**Key words:** thin film bonding; surface activation treatment; roughness; shear strength; Micro-LED devices

## 引 言

近年来, 异质集成微型发光二极管 (Micro-Light Emitting Diode, Micro-LED) 显示技术备受瞩目, 通过倒装芯片键合技术将单片式 Micro-LED 芯片与硅基驱动背板完成封装互联<sup>[1]</sup>。但随着 Micro-LED 器件阵列像素尺寸不断缩小, 倒装芯片键合技术的键合良率和可靠性面临巨大挑战<sup>[2, 3]</sup>。在大规模、低成本生产超高分辨率 Micro-LED 器件方面, 晶圆级键合工艺被广泛用于制备超高集成度有源驱动 Micro-LED 器件<sup>[3]</sup>。目前, 金属共晶键合和粘合剂键合被应用于晶圆级键合工艺制备 Micro-LED 器件<sup>[4-6]</sup>。然而, 由于现阶段 Micro-LED 器件的键合工艺尚不成熟, 无法对窄间距、超高密度 ( $\geq 2000$  PPI) 的 Micro-LED 器件进行有效底部填充, 因此在 Micro-LED 器件制备完成后, 通过键合工艺后的金属会部分暴露在空气中, 金属共晶键合接触界面产生复杂金属间化合物; 同时受空气接触和器件长时间高频率的工作条件影响, 键合界面变得十分脆弱, 从而影响器件寿命<sup>[7-9]</sup>。粘合剂键合由于温度稳定性和封装气密性较差, 在完成器件制备后, 受工作环境中温度和水氧成分等因素的影响, 器件的老化失效会加速<sup>[9]</sup>。因此, 引入单一金属 Au-Au 薄膜键合技术, 可以有效避免外界环境影响、金属间化合物的形成以及其它降低键合强度的机制等风险<sup>[10, 11]</sup>。然而单一金属热压扩散键合需要在真空环境和较高的温度 ( $350\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 下完成<sup>[9]</sup>。对 Micro-LED 温度敏感型器件, 高温键合会损伤器件性能, 且真空环境对设备要求较高。Au 具有很强的抗氧化和耐腐蚀能力<sup>[12]</sup>, 在大气氛围中研究高质量的低温 Au-Au 薄膜键合技术, 对 Micro-LED 器件研究有实用价值。

Au-Au 表面活化技术是实现低温键合的重要

手段<sup>[13-18]</sup>。利用等离子体轰击 Au 薄膜表面, 能有效地清除表面残留的细微污染物和杂质, 并产生大量金属悬挂键增大表面能, 使其处于不稳定状态, 经过原子重组从而使表面能降低<sup>[19]</sup>。现阶段, 研究人员通过表面活化处理可在大气氛围中低温下实现切强度为  $40\sim 70$  MPa 的 Au-Au 薄膜键合<sup>[15, 16, 20]</sup>。此外, 研究人员发现, 对比氩等离子体处理, 氧等离子体处理后有更好的表面自由能, 更有效促进 Au-Au 键合质量<sup>[21, 22]</sup>。研究还发现在相同表面活化处理条件下, 不同 Au 薄膜厚度对键合质量也有较大影响<sup>[12]</sup>。然而, 目前对于 Au 薄膜表面不同程度的氧等离子体活化处理对键合质量及可靠性的影响还有待进一步详细研究。

因此, 文章利用热蒸镀法分别在 GaN 外延片和 Si 衬底表面沉积金属 Au 薄膜, 研究了大气氛围和低温条件下不同表面活化处理时间与 Au-Au 薄膜表面粗糙度, 以及表面活化时间对 Au-Au 薄膜的键合质量、键合截面和可靠性的影响, 探索了金属 Au 薄膜表面粗糙度和金属悬挂键数量对键合质量和可靠性的影响规律, 为实现超高分辨率 Micro-LED 器件中的晶圆级键合工艺提供了技术支持。

## 1 实验过程

### 1.1 外延片清洗

实验所用晶片是利用金属有机化合物化学气相沉积 (Metal organic chemical vapor deposition, MOCVD) 在 10 cm 蓝宝石衬底外延生长 GaN 蓝光外延片和商用 10 cm 单面抛光 Si 片。蒸镀金属薄膜之前使用 RCA 标准清洗法对晶片进行清洗和甩干后立刻转移至蒸镀设备的真空腔内, 避免空气对其造成二次污染。

## 1.2 蒸镀 Au 薄膜

利用富临蒸镀机分别在外延片和 Si 片上依次蒸镀 Cr/Al/Ti/Pt/Au 金属层,具体参数如图 1(a)和图 1(b)所示。Cr/Al/Ti/Pt 作为打底金属层的作用包括:(1)增加 Au 薄膜与衬底的粘附性,提高金属键合质量;(2)形成良好的欧姆接触,提升芯片堆叠中电流的输入和输出。将蒸镀完金属的外延片衬底减薄至 300  $\mu\text{m}$ ,并划裂为 2 mm $\times$ 2 mm 的样品备用;硅片直接划裂为 16 mm $\times$ 13 mm 的样品备用。

## 1.3 表面活化处理

将样品依次用丙酮、异丙醇和乙醇溶液超声清洗 600 s,然后使用去离子水冲洗 90 s,最后用氮气吹干。利用氧等离子体处理对样品表面进行活化处理,如图 1(c)示。由于功率过高的氧等离子体处理容易对 Au 薄膜表面的结构造成损伤,功率太低表面活化处理效果较差。因此,根据实验结果,本实验通过选择优化后的恒定功率(200 W)来研究不

同表面活化处理时间对 Au-Au 薄膜键合质量和可靠性的影响,具体工艺参数如表 1 所示。

表 1 表面活化处理工艺参数

Tab.1 Process parameters of surface activation treatment process parameters

| 样品序号  | 功率/W | 压强/Pa | 时间/min |
|-------|------|-------|--------|
| 样品 1# | 200  | 43    | 0      |
| 样品 2# | 200  | 43    | 10     |
| 样品 3# | 200  | 43    | 20     |
| 样品 4# | 200  | 43    | 40     |

## 1.4 Au-Au 薄膜键合

利用热压机将制备好的镀金外延片(2 mm $\times$ 2 mm)和镀金硅片(16 mm $\times$ 13 mm)在大气氛围中低温键合,如图 1(d)所示。在键合温度 180  $^{\circ}\text{C}$ ,键合压强 12 MPa 的条件下键合 30 min,因为在该温度和压强条件下有利于 Au 原子更快的扩散,且不会对外延层的结构和功能造成损伤,极大提高了键合效率。

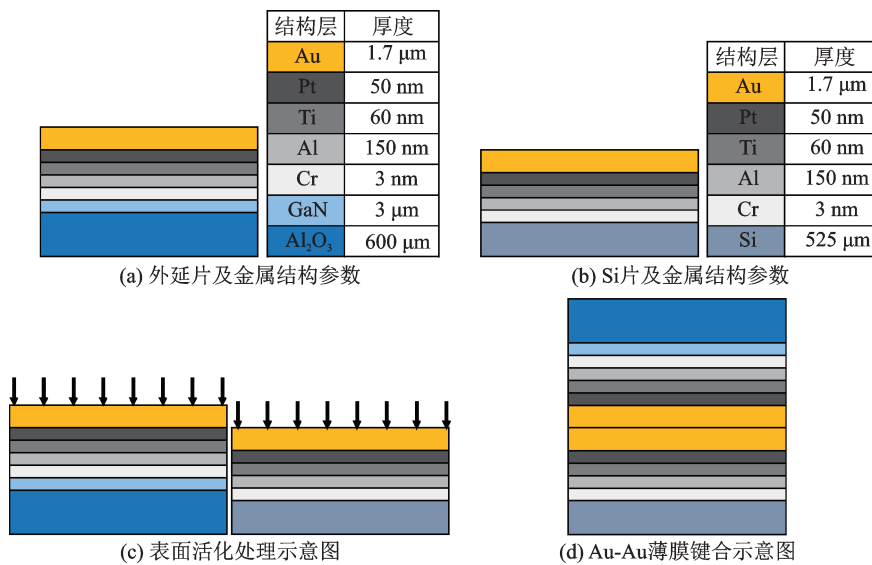


图 1 Au-Au 薄膜键合流程图

Fig.1 Flow chart of Au-Au thin film bonding

## 2 结果与讨论

### 2.1 表面粗糙测试

采用原子力显微镜(Atomic force microscope, AFM)对 Au 薄膜表面活化处理前、表面活化处理 10 min、20 min 和 40 min 的样品表面进行了形貌表征,实验结果如图 2 所示。Au 薄膜表面活化未处理

时,薄膜粗糙度均方根(Root mean square, RMS)为 6.61 nm;随着处理时间的增加,Au 薄膜表面 RMS 先减少再增加。Au 薄膜的 AFM 二维形貌如图 3(a)和三维形貌如图 3(b)。当 Au 薄膜表面活化处理 10 min 时,能有效清除金薄膜表面有机清洗残留的污染物和细微的金属颗粒,降低金薄膜表面的粗糙度,促进 Au 薄膜的自键合。然而,随着表面活化处

理时间的加长,金属键在等离子体的不断轰击之下发生断裂,表面金原子容易脱落导致粗糙度增大,形成大量悬挂键,从而增大表面能。因此,在相同键合条件下,表面粗糙度小,有利于键合质量的提升;但金属悬挂键数量也是影响键合质量及可靠性的重要因素,二者之间存在一定的关系。

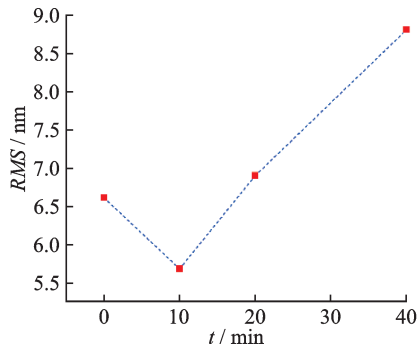


图2 Au薄膜RMS与表面活化处理时间的关系  
Fig.2 RMS of Au film versus time of surface-activation treatment

### 2.2 键合截面观察

实验采用扫描电子显微镜(Scanning electron microscope, SEM)分别对四组样品的键合截面进行观察,实验结果如图4所示。在温度和压力的作用下,Au薄膜在键合后产生形变,这种轻微的形变有利于增大薄膜之间的接触面积从而提高键合强度。从图4可以看出,(a)样品1#、(b)样片2#和(d)样品4#的Au-Au薄膜之间结合紧密,存在少量空洞。特别地,(c)样品3#两个金属薄膜充分结合,几乎没有空洞。结果表明,适当程度的表面活化处理有利

于提升键合质量。

### 2.3 剪切力测试

实验由克拉克(深圳)自动化技术有限公司提供的MFM1200剪切力测试设备分别对四组键合样品进行测试。测试条件为:剪切速度 500  $\mu\text{m/s}$ 、剪切高度 30  $\mu\text{m}$  以及超越行程 10  $\mu\text{m}$ 。键合剪切力测试结果为:样品 1#平均剪切强度为 7.2 MPa,样品 2#平均剪切强度为 63.3 MPa,样品 3#平均剪切强度为 131.8 MPa,样品 4#平均剪切强度为 103.5 MPa,如图 5 所示。破坏性测试后 Au 薄膜表面形貌如图 6 所示。样品 1#的 Au 薄膜完好,样品 2#少量 Au 薄膜被破坏,样品 3#几乎被全部破坏掉,样品 4#破坏较严重,与剪切力的测试结果相符。

由测试结果分析,与不做表面活化处理相比,表面活化处理后可以极大提高 Au-Au 薄膜键合质量及可靠性。并且,Au 薄膜经过适当程度的表面活化处理后,尽管 Au 薄膜表面的粗糙度适当增大,但由于大量金属悬挂键数量的存在,可以有效弥补粗糙度增大对键合质量及可靠性的影响(样品 3#)。

## 3 键合原理分析

在 Au-Au 扩散键合技术中,同时施加温度和压力使两个 Au 薄膜表面直接接触并扩散形成键合界面,如图 7(a)。为了更好地解释四组样品 Au 薄膜热压键合质量及可靠性的差异,引入以下表达式<sup>[23]</sup>:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{[\sigma - \sigma_0]V^*}{kT}\right) \quad (1)$$

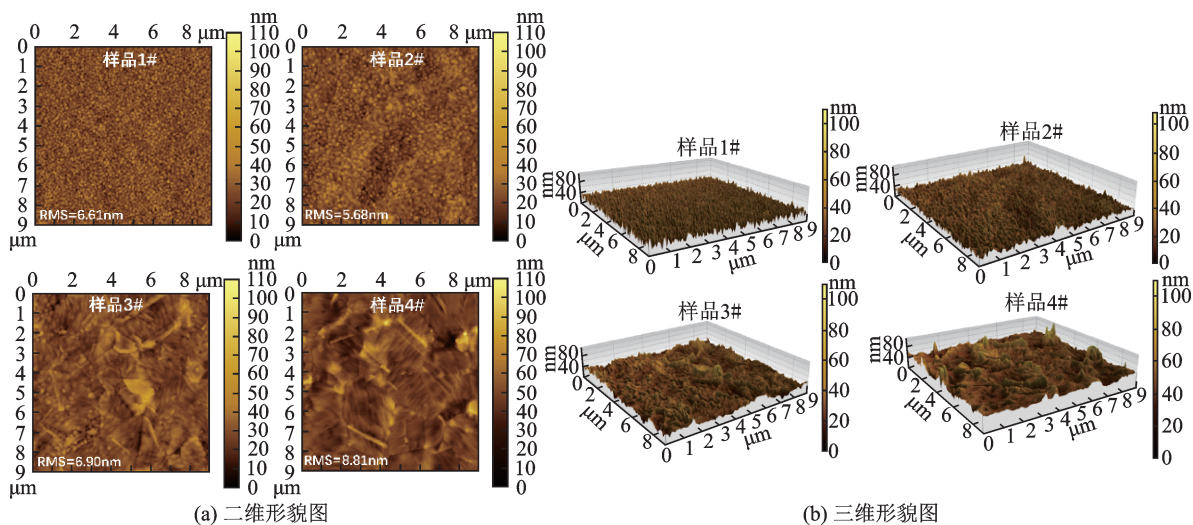


图3 Au薄膜的AFM形貌图  
Fig.3 AFM topography of Au thin films



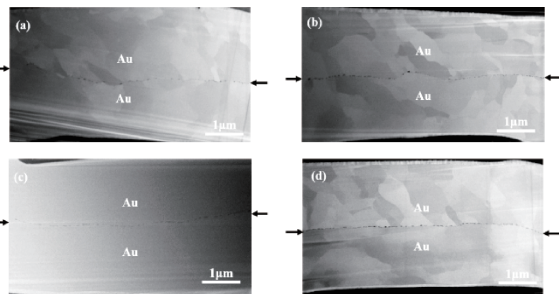


图4 Au-Au键合的SEM图

Fig. 4 SEM images of Au-Au bonding

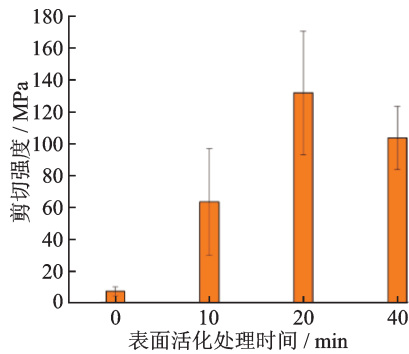


图5 剪切力测试结果

Fig.5 Shear force test results

式中,  $D$  是施加键合条件后 Au 原子扩散率,  $D_0$  是未施加键合条件下的 Au 原子初始扩散率,  $V$  是 Au 原子体积,  $\sigma_0$  和  $\sigma$  分别指键合之前和键合过程的应力,  $k$  是玻尔兹曼常数,  $T$  是键合温度。

如图 7(b)所示, 热压键合过程界面之间空洞处会形成高应力区  $\sigma$  (原子之间直接接触) 和低应力区

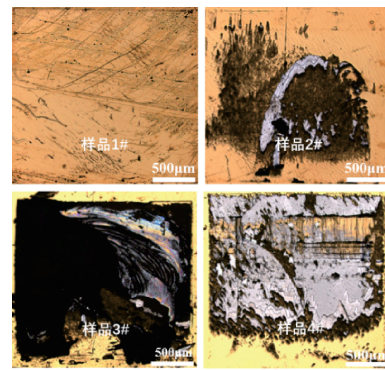


图6 破坏性测试后 Au 薄膜表面形貌

Fig.6 Surface morphology of Au film after destructive test

$\sigma_0$  (空洞) 组成的应力梯度 ( $\sigma - \sigma_0$ ), 在外部压力和温度的作用下, 金属原子顺着应力梯度将空洞填补, 完成紧密的金属键合。在温度和压力保持稳定的前提下, 通过短时间 (10 min) 的表面活化处理, 能够有效清除 Au 薄膜表面的细微杂质和有机污染物, 直接降低 Au 薄膜表面的粗糙度, 激活 Au 薄膜表面 Au 原子使键合质量和可靠性获得提升 (样品 1# 和样品 2#)。随着表面活化处理时间的增加 (20 min), Au 原子被持续轰击之后, 虽然导致 Au 薄膜表面粗糙度增大, 但也获得更大表面能 (金属悬挂键数量更多), 提高空洞填补能力, 从而得到键合质量和可靠性更好的 Au-Au 薄膜键合 (样品 2# 和样品 3#)。然而, 如果 Au 薄膜表面的粗糙持续增大, 超过 Au 原子有限的填补空洞能力, 则会降低键合质量和可靠性 (样品 3# 和样品 4#)。

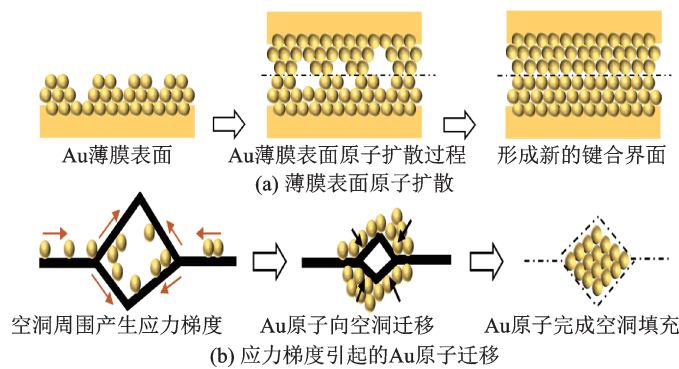


图7 表面 Au 原子扩散图

Fig.7 Diagram of surface Au atomic diffusion

## 4 结 论

文章系统研究了表面活化处理时间 (0~40 min) 对 Au 薄膜表面粗糙度的影响, 以及不同表面

活化处理时间对 Au-Au 薄膜键合质量及可靠性的影响。表面活化未处理的 Au 薄膜表面原子活性差, 键合质量低。随着处理时间的增加, Au 薄膜表面粗糙度 RMS 先减少后增大, 当 Au 薄膜表面粗糙

度和金属悬挂键数量达到一个相对的平衡关系时,实现平均剪切强度为131.8 MPa的Au-Au薄膜键合。因此,Au薄膜在大气和低温环境下理想的表面活化处理能有效地提高Au-Au薄膜键合质量及可靠性,为实现超高分辨率Micro-LED器件中的晶圆级键合工艺提供技术支持。

### 参 考 文 献

- [1] Qi L H, Zhang X, Chong W C, et al. 848 ppi high-brightness active-matrix micro-led micro-display using Gan-on-Si epi-wafers towards mass production [J]. Optics Express, 2021, 29 (7): 10580-10591.
- [2] Suhir E, Ghaffarian R. Flip-chip (fc) and fine-pitch-ball-grid-array (fpbga) under fills for application in aerospace electronics brief review [J]. Aerospace, 2018, 5(3): 74-89.
- [3] Zhang L, Ou F, Chong W C, et al. Wafer-scale monolithic hybrid integration of si-based ic and iii-v epi-layers a mass manufacturable approach for active matrix micro-led micro-displays [J]. Journal of the Society for Information Display, 2018, 26 (3): 137-145.
- [4] Chang K P, Lien P C, Yen C C, et al. High performance al-gainp-based micro-led displays with novel pixel structures [J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2021, 33 (24): 1375-1378.
- [5] Zhao Y Z, Liang J Q, Zeng Q H, et al. 2000 ppi silicon-based al-gainp red micro-led arrays fabricated via wafer bonding and epilayer lift-off [J]. Optics Express, 2021, 29 (13): 20217-20228.
- [6] Bae J, Shin Y, Yoo H, et al. Quantum dot-integrated gan light-emitting diodes with resolution beyond the retinal limit [J]. Nature Communications, 2022, 13(1): 1-9.
- [7] 甘禄铜,刘鑫,李勇.底部填充胶及其环氧树脂的技术现状与趋势分析[J].中国胶粘剂,2022,31(1):60-64+68.
- [8] 王瑾,石修瑀,王谦,等.面向窄节距倒装互连的预成型底部填充技术[J].电子与封装,2021,21(1):5-14.
- [9] Niklaus F, Stemme G, Lu J Q, et al. Adhesive wafer bonding [J]. Journal of Applied Physics, 2006, 99(3): 2-30.
- [10] Taklo M M V, Storås P, Schjølberg-Henriksen K, et al. Strong, high-yield and low-temperature thermocompression silicon wafer-level bonding with gold [J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2004, 14(7): 884-890.
- [11] 冯伟,雷程,梁庭,等.低温Au-Au键合工艺的研究[J].电子测量技术,2020,43(21): 25-28.
- [12] Yamamoto M, Matsumae T, Kurashima Y, et al. Effect of Au film thickness and surface roughness on room-temperature wafer bonding and wafer-scale vacuum sealing by Au-Au surface activated bonding [J]. Micromachines, 2020, 11(5): 454-467.
- [13] Higurashi E, Imamura T, Suga T, et al. Low-temperature bonding of laser diode chips on silicon substrates using plasma activation of au films [J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2007, 19(21-24): 1994-1996.
- [14] Higurashi E, Chino D, Suga T, et al. Au-Au surface-activated bonding and its application to optical microsensors with 3-d structure [J]. IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, 2009, 15(5): 1500-1505.
- [15] Yamamoto S, Higurashi E, Suga T, et al. Low-temperature hermetic packaging for microsystems using au-au surface-activated bonding at atmospheric pressure [J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2012, 22(5): 055026-055032.
- [16] Higurashi E, Okumura K, Kunimune Y, et al. Room-temperature bonding of wafers with smooth au thin films in ambient air using a surface-activated bonding method [J]. IEICE Transactions on Electronics, 2017, E100C(2):156-160.
- [17] Yamamoto M, Matsumae T, Kurashima Y, et al. Comparison of argon and oxygen plasma treatments for ambient room-temperature wafer-scale au-au bonding using ultrathin au films [J]. Micromachines, 2019, 10(2): 119-130.
- [18] Takakuwa M, Fukuda K, Yokota T, et al. Direct gold bonding for flexible integrated electronics [J]. Science Advances, 2021, 7(52): 6228-6236.
- [19] Zhang S, Huang M, Wu Y, et al. A study on the oxygen plasma treatment on the peel adhesion strength and solder wettability of SnBi58 based anisotropic conductive films[C]. 2019 IEEE 69th Electronic Components and Technology Conference (ECTC), IEEE, Las Vegas, USA, 2019: 2022-2028.
- [20] Matsumae T, Kurashima Y, Umezawa H, et al. Room-temperature bonding of single-crystal diamond and Si using Au/Au atomic diffusion bonding in atmospheric air [J]. Microelectronic Engineering, 2018, 195: 68-73.
- [21] Peng H Y, Devarajan M, Lee T T. Comparison of argon and oxygen plasma treatments on LED chip bond pad for wire bond application[J]. Int. J. Sci. Eng. Res, 2014, 5(12): 908-912.
- [22] Peng H Y, Devarajan M, Lee T T, et al. Investigation of oxygen followed by argon plasma treatment on LED chip bond pad for wire bond application[J]. Solder. Surf. Mt. Technol. 2015, 27, 129-136.
- [23] Aziz M J. Thermodynamics of diffusion under pressure and stress: Relation to point defect mechanisms [J]. Applied Physics Letters, 1997, 70(21): 2810-2812.