

Au/Au-Sn 이종접합 적용 레이저 패키징을 통한 Vapor Cell 신뢰성 연구

권진구, 전용민, 김지영, 이은별, 이성의 

한국산업기술대학교 신소재공학과

Study on Reliability of Vapor Cell by Laser Packaging with Au/Au-Sn Heterojunction

Jin Gu Kwon, Yong Min Jeon, Ji Young Kim, Eun Byeol Lee, and Seong Eui Lee
 Department of Materials Engineering, Korea Polytechnic University, Siheung 15073, Korea

(Received May 18, 2020; Revised June 19, 2020; Accepted July 1, 2020)

Abstract: As packaging processes for atomic gyroscope vapor cells, the glass tube tip-off process, anodic bonding, and paste sealing have been widely studied. However, there are stability issues in the alkali metal which are caused by impurity elements and leakage during high-temperature processes. In this study, we investigated the applicability of a vapor cell low-temperature packaging process by depositing Au on a Pyrex cell in addition to forming an Au-Sn thin film on a cap to cover the cell, followed by laser irradiation of the Au/Au-Sn interface. The mechanism of the thin film bonding was evaluated by XRD, while the packaging reliability of an Ne gas-filled vapor cell was characterized by variation of plasma discharge behavior with time. Furthermore, we confirmed that the Rb alkaline metal inside the vapor cell showed no color change, indicating no oxidation occurred during the process.

Keywords: Thin film packaging, Au/Au-Sn, Heterojunction, Laser bonding, Vapor cell

1. 서론

전자소자 내의 안정적인 재료 간 접합은 소자의 특성 및 신뢰성을 향상시키는 중요한 요소이며, 특히 베이퍼 셀(vapor cell)의 패키징 공정은 대부분 초자의 tip-off, anodic bonding이 널리 연구되고 있다. 하지만 1,000°C 이상의 열과 200 V 이상의 높은 전압을 가해 주고 있어 공정에 따른 첨가 원소인 알칼리 금속의 변화 및 경시변화에 따른 안정성에 대한 이슈가 있다 [1-4]. 또한 저융점 글라스 프린트 적용 실링 페이스

트의 경우 상대적으로 약 550°C 낮은 온도에서 공정이 가능하지만 온도에 따라 실링이 진행되며, fume이 발생되어, vapor cell 내부에 오염물질로 잔류할 수 있고, 수십 μm 의 실링 두께가 요구된다 [5]. 본 연구에서는 파이렉스(pyrex) 재질의 글라스에 Au/Au-Sn 이종접합을 도입하여 접합 두께가 2 μm 이하이며, fume이 형성되지 않는, 레이저 조사를 통한 약 250°C 이하의 저온 공정 적용의 vapor cell 패키징 기술에 대하여 연구하였다.

레이저 조사를 통해 Au/Au-Sn을 접합하여 소자를 제작하였고, cell 내부에 루비듐(Rb)을 주입하여 원자 사이로스코프소자에도 응용하였다. 신뢰성 평가를 수행하기 위해 X-ray 회절, SEM으로 박막의 구조와 형성된 상의 회절 peak를 통한 스펙트럼의 물리적 특성을 확인하였고 [6-11], 미량의 vapor 변화를 관찰하기 위

✉ Seong Eui Lee; selee@kpu.ac.kr

Copyright ©2020 KIEEME. All rights reserved.
 This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

해 플라즈마의 방전특성을 도입하였다.

2. 실험 방법

2.1 이종접합 적용 cell 제작

그림 1은 레이저 조사를 통한 Au/Au-Sn 이종접합 적용 cell 제작 공정을 모식도로 나타낸 것이다. 부피가 존재하는 cell에 plate 형태의 cap을 덮어 접합하는 방식으로 cell을 하부, cap을 상부로 하여 Au 및 Au-Sn 박막을 형성 후 챔버에 넣어 진공도를 형성시켰다. 그리고 네온 가스(Ne gas)를 주입한 후 cap을 덮어 레이저로 Au/Au-Sn 계면 간에 접합이 이루어지는 공정을 진행하였다. 응용소자인 원자셀 제작은 Ne gas 주입 전 Rb를 증착 후 접합하였다.

그림 2(a)는 이종접합을 위한 상부 cap과 하부 cell에 박막이 형성된 구조를 도식화하여 나타낸 것으로, cell과 cap이 마주 보는 면에 Au 박막(Au thin film)과 Au-Sn 박막(Au-Sn thin film)이 형성된 구조이다. cap은 보로 실리케이트(boro silicate)의 글라스로 가

로, 세로가 2 cm, 두께가 1.1 mm의 사각형 plate를 사용하였다. Cap의 박막은 E-beam evaporator (KVT사, KVET-C500200)를 통하여 밀착성을 향상시키는 seed layer로 크롬(Cr)을 증착하였고, 그 위에 Au 10 wt%, Sn 90 wt%의 Au-Sn 박막을 형성시켰다. 형성된 박막은 XRD를 통하여 peak를 분석하고 접합 메커니즘에 대하여 해석하였다. 이때 박막은 그림 2(b)와 같이 cap 위에 가로 및 세로의 길이가 1.5 cm이며 폭이 0.4 cm인 사각형 패턴으로 형성시켰다. Cell은 pyrex의 글라스로 외부의 가로, 세로 및 높이가 12.5 cm, 내부의 가로, 세로 및 높이가 1 cm인 정육면체 cube이며, 한 면의 중심에는 지름이 6 mm의 hole이 있어 cell 내부로 1.0 cm³ 부피의 물질을 채울 수 있다. Cell의 박막은 hole이 있는 면에 DC magnetron sputter를 통해 seed layer로 Cr을 증착한 후 그림 2(c)와 같이 Au 박막을 형성시켰다. 형성된 박막은 SEM 장비를 사용하여 두께를 측정하였다.

그림 3은 cell 내부에 물질을 주입하는 과정을 도식화하여 나타내었다. 자이로스코프용 cell 제작을 위해 챔버 내부를 rotary pump 및 turbo pump를 이용하여 3.0×10⁻⁸ torr 이하의 진공을 형성 후 Rb dispenser (SAES 사 dispenser)에 DC power supply (NDE사 SPS-1030)를 이용하여 cell 내부에 표 1의 조건으로 루비듐 디스펜싱(Rb dispensing)을 진행하였다. Rb dispensing 후 제논(Xe) 및 질소 가스(N₂ gas)를 각각 100 torr, 100 torr 주입하였다.

Rb 및 가스를 주입 후 cell 위에 cap을 덮고 레이저(LPTech사 FLM-S/F)를 이용하여 박막간의 이종접합을 진행하였다. 레이저는 표 2와 같이 조건을 설정

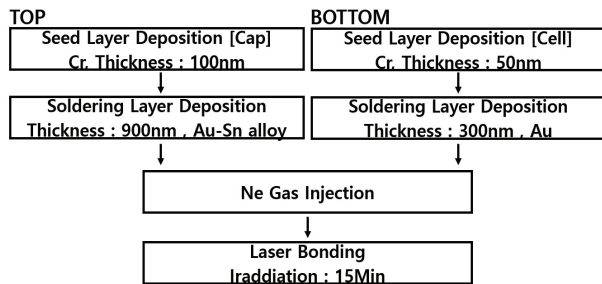


Fig. 1. Laser bonding process flow with heterojunction of Au/Au-Sn thin film.

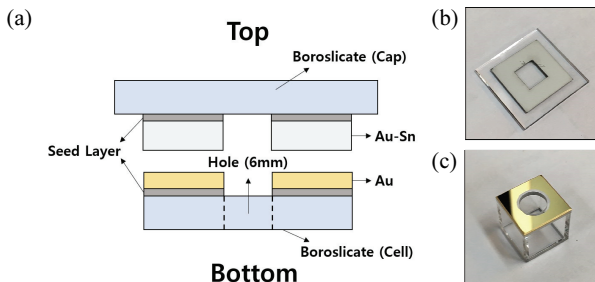


Fig. 2. (a) Schematic structures of top and bottom with thin film for heterojunction, (b) Au-Sn thin film on the cap, and (c) Au thin film on the cell.

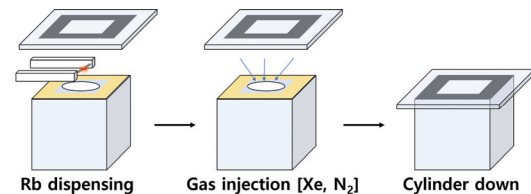


Fig. 3. Schematic structure of cell formation in chamber.

Table 1. Condition of Rb dispensing.

Classification	Rb dispensing					
Current (A)	5.5	6.5	7.5	8.5	10.5	12.5
Time (sec)	5	10	5	10	10	2

Table 2. Laser bonding method.

Classification	Unit	Value
Power	W	10, 20
Pattern width	mm	2
Power percent	%	70
Line spacing	mm	0.03
Speed	mm/s	300
Cycle	No.	60

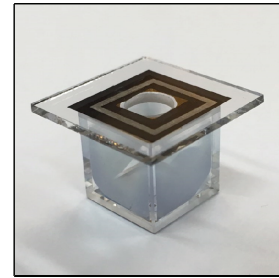


Fig. 6. Formed cell image with Rb dispensing and buffer gas.

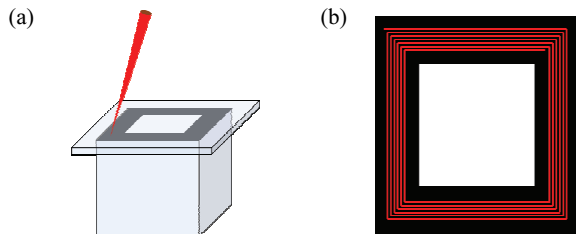


Fig. 4. Schematic structure of laser process. (a) Laser irradiation on film and (b) laser pattern line.

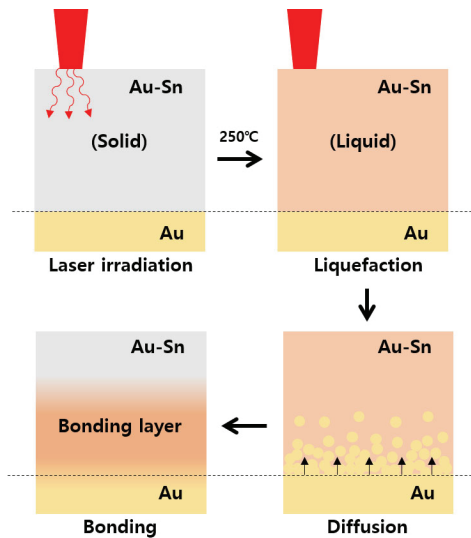


Fig. 5. Schematic structure of bonding mechanism between Au film and Au-Sn film by laser heating.

하여 20 W에서 70%의 출력, 300 mm/s의 속도, 60 회로 15분간 조사하였다. 레이저 초점을 그림 4(a)와 같이 cell 위에 덮인 cap의 위쪽 방향에서 cell과 cap의 계면 방향으로 진행하였으며, 레이저 조사 패턴은 그림 4(b)와 같이 겹쳐진 Au/Au-Sn 박막보다 폭이 좁은 2 mm의 폭으로 진행하였다.

그림 5는 레이저 조사에 따른 Au/Au-Sn의 접합에

대한 메커니즘을 모식도로 나타내었다. Au 10 wt%, Sn 90 wt%는 상태도 상에서 공정점으로 217°C의 이상에서 액상이 되는 성질을 갖고 있기에 겹쳐진 Au 박막과 Au-Sn 박막 사이에서 레이저 조사에 따른 250°C의 가열에 의해 Au-Sn 박막은 액화되고, Au 박막이 액화된 Au-Sn층으로 확산되며 레이저 조사가 끝난 후 상온으로 식으면서 붙게 되는 성질이 있다. 레이저 접합 후 Au-Sn 박막의 XRD를 통한 peak 분석으로 접합 메커니즘을 확인하였다.

그림 6은 레이저를 통한 이종접합 후 cell 내부 벽면에 Rb이 증착된 모습을 나타낸 것으로, 백색광을 통하여 시간 경과에 따른 산화 상태를 확인하였다.

2.2 Ne cell 제작 및 방전 특성 평가

본 연구에서 제작된 cell은 내부에 주입된 gas의 변화 및 유지되는 정도와 Au/Au-Sn 접합부에서 미세한 gas permeability를 측정하기에 환경적인 오류가 많다. 플라즈마는 파센의 법칙(Paschen's law)에 의해 내부 gas의 압력 및 종류에 따라 방전 개시전압이 변화됨으로써, cell에 플라즈마를 형성하여 방전 특성을 확인하면 보다 쉽게 내부 gas의 양 및 접합 유지 시간을 정확하게 평가할 수 있다 [12,13].

그림 7은 Ne gas cell의 플라즈마 방전에 의한 방전 개시전압, 스펙트럼, 휘도 및 색좌표를 동시에 측정할 수 있는 Ne gas discharge system을 도입한 모식도를 나타내었다. Ne 플라즈마 방전을 형성하기 위해 3.0×10^{-8} torr 이하의 챔버 진공도에서 Ne gas를 각각 50 torr, 200 torr 주입하여 이종접합한 cell을 제작하였고, cell의 마주 보는 면의 외부에 ITO 전극을 형성하여 전극 간의 거리 1.25 cm의 플라즈마 방전 구조를 제작하였다. 제작한 Ne gas cell은 1.0 cd/m^2 미만의 빛이 차단된 dark room에서 AC power supply (Ftlab사 HPI 1500)를 이용하여 양쪽 ITO 전극에 인

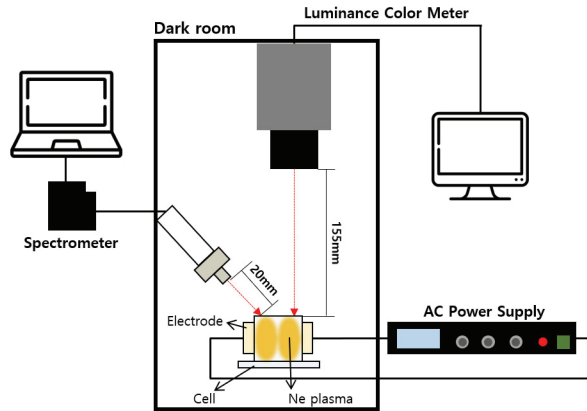


Fig. 7. Schematic structure of Ne cell discharge characteristic and plasma evaluation.

가전압을 조절하였고, Ne gas의 플라즈마 방전 특성을 평가하기 위하여 spectrometer (Hamamatsu사 mini-spectrometer) 및 Luminance and color meter (KONICA MINOLTA사 CS-200)를 이용하여 스펙트럼과 색 좌표를 측정하였다. 또한 Ne gas discharge system에서 Ne gas cell을 인가전압을 조절하여 시간에 따른 방전 개시전압과 Ne gas 50 torr, 200 torr의 cell을 12,000 Hz로 각각 550 V, 730 V의 전압을 인가 후 luminance and color meter를 통하여 휘도를 측정하고 시간에 따른 이종접합의 유지 시간을 평가하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 레이저 조사에 따른 Au/Au-Sn 접합 특성

그림 8(a)는 cap에 증착된 Au 박막의 SEM의 결과로서, seed layer로 쓰인 Cr 박막이 56.66 nm이고, Au가 294.1 nm의 두께를 나타내었다. 그림 8(b)는 Au/Au-Sn 이종접합 간의 Au-Sn 박막 계면의 레이저 조사 전과 후의 XRD pattern을 나타내었다. 레이저 조사 전 Au-Sn 박막에 Sn, AuSn₂, AuSn, Au₅Sn의 peak가 측정되었다. 레이저 조사 후의 경우 Sn, AuSn₂의 peak들은 단순히 Au-Sn 증착물의 배경으로 Sn at%가 감소하고 (200)의 AuSn과 (300)의 Au₅Sn peak가 상대적으로 증가하였다. 이에 Au/Au-Sn 계면에서 Au 박막의 원자들이 레이저 조사에 의해 액화된 Au-Sn 박막의 계면으로 확산되며, AuSn, Au₅Sn의 결정들이 생성되고 Au/Au-Sn 박막이 접합되었다.

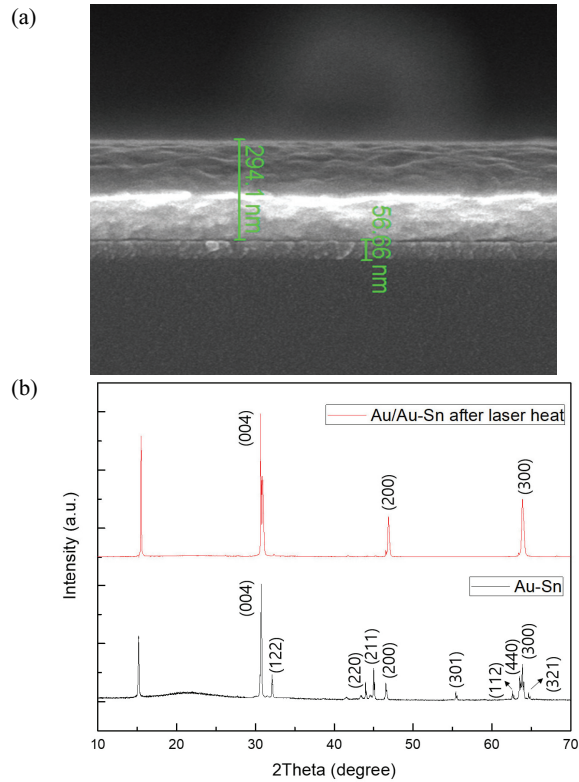


Fig. 8. (a) SEM image of Gold thin film and (b) XRD patterns of Au-Sn film before and after with laser bonding.

3.2 Ne 플라즈마 방전 평가 및 시간에 따른 Ne cell의 플라즈마 방전 특성 및 결과

그림 9는 Ne gas discharge system에서 각 Ne gas가 50 torr, 200 torr에서의 플라즈마 방전이 형성된 것을 나타낸 것이다. 양전극 ITO 주변에서 플라즈마가 발생하였으며, 초기 방전 개시 전압은 50 torr일 때 540 V, 200 torr일 때 710 V로 플라즈마 방전이 발생하는 것을 확인하였다. 그림 10(a)는 Ne gas 200 torr cell의 플라즈마 방전에 따른 CIE (international

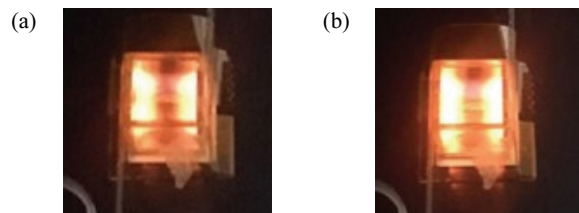


Fig. 9. Plasma discharge of Ne cell in dark room. (a) Ne 50 torr cell at 540 voltage and (b) Ne 50 torr cell at 710 voltage.

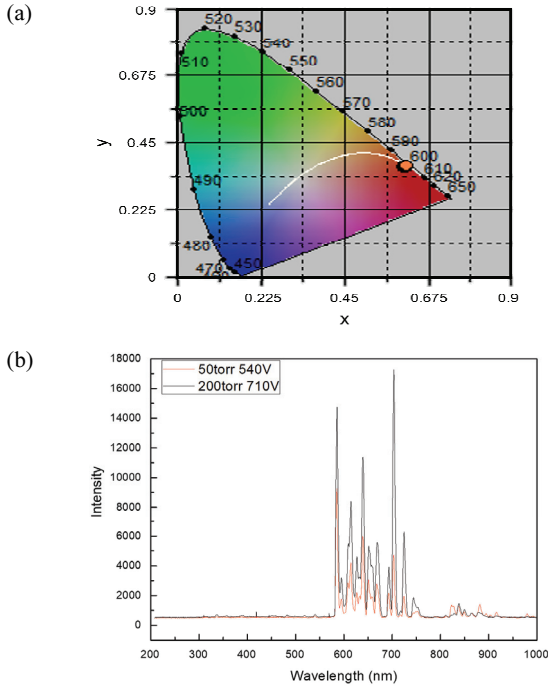


Fig. 10. (a) CIE of Ne plasma at 200 torr and (b) Ne spectrum with pressure at the breakdown voltage.

commission on illumination)로 나타내었다. Ne 플라즈마의 색 좌표는 CIE (0.62,0.36)이며, 그림 10(b)에서 플라즈마 방전에 따른 스펙트럼이 530~730 nm에서 주황빛의 Ne 플라즈마 방전의 고유 특성임을 확인하였다. 또한 Ne gas 압력에 따라 639 nm 기준으로 50 torr에서 200 torr의 경우 intensity가 약 200% 증가함을 보여 압력에 따른 방전에 기여하는 Ne 이온이 증가하여 방전 특성에 기여함을 확인하였다.

그림 11은 Ne gas cell의 시간에 따른 플라즈마 방전 개시전압 및 휘도의 유지 특성을 나타내었다. 그림 11(a)는 Ne gas 50 torr에서 540 V로 일정한 방전 개시전압이 유지되다가 500시간 이후에 약 5 V 정도 증가함을 보였다. 200 torr의 경우 710 V에서 22시간 후 약 10 V 정도 증가하였고 500시간이 지남에도 720 V로 유지됨을 나타내었다.

그림 11(b)의 50 torr의 Ne 플라즈마는 550 V에서 약 500시간 동안 휘도가 6.04 cd/m²에서 7.79 cd/m² 사이의 값을 나타내었고, 200 torr의 경우 730 V에서 플라즈마를 형성하였을 때 약 8.70 cd/m²에서 9.57 cd/m² 사이로 측정오차 내의 휘도변화 값을 나타내었다. 본 연구에서의 방전 유지 그래프는 방전 전압의 천이와 휘도의 측정 오차를 고려하여 cell 내부의 Ne

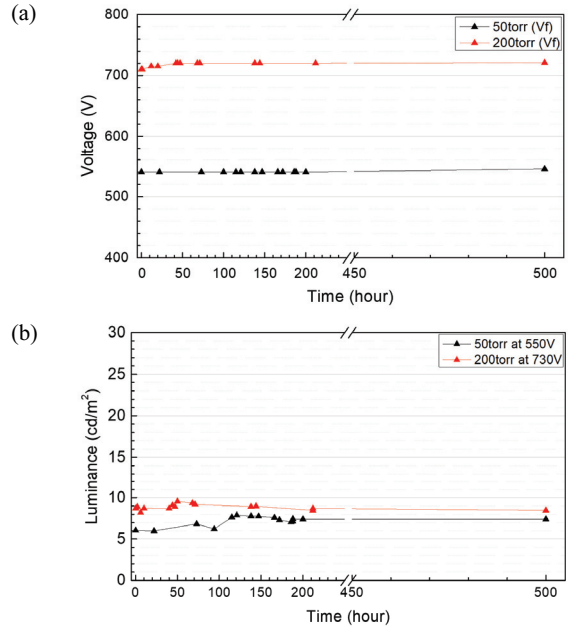


Fig. 11. Discharge holding time results of Ne cell. (a) Break down voltage and (b) luminance at fixed voltage.

gas의 변화는 없다고 사료되어 리크(leak)가 없는 이종접합이 이루어졌음을 나타낸다.

3.3 Rb cell의 시간에 따른 변화 결과

그림 12는 Rb이 dispensing 된 cell의 이종접합 후 cell 안쪽 면에 증착되어 있는 Rb을 백색광에 노출시켜 시간에 따른 변화를 나타낸 것으로, 그림 12(a)는 이종접합 직후 cell 내부에 푸른색을 띠는 Rb이 증착됨이 확인되었고, 약 200시간 동안 관찰 결과 그림 12(b)와 같이 색 변화가 거의 없음을 확인되었다. Cell과 cap 사이에서 접합 간의 leak가 있는 경우 그림 12(c)와 같이 cell 내부로 대기가 침투되어 Rb이 백색으로 산화됨을 확인하였다.

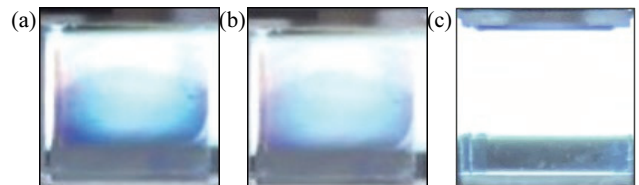


Fig. 12. Formed cell image with Rb dispensing and buffer gas in front of the backlight. (a) Immediately after formation, (b) after 200 hour, and (c) for leak.

4. 결론

본 연구에서는 레이저를 통하여 Au/Au-Sn의 이종 접합 적용 atomic vapor cell의 저온 패키징 공정의 응용가능성에 대하여 연구하였다.

레이저 조사 전 Au-Sn 박막에 Sn, AuSn₂, AuSn, Au₅Sn가 존재하며, 레이저 조사에 따라 액화된 Au-Sn 박막의 계면으로 Au 박막의 원자들이 확산되며 AuSn, Au₅Sn의 결정들이 생성되고 Au/Au-Sn 박막이 안정적으로 접합된 것을 볼 수 있었다.

또한 Ne gas가 포함된 레이저 패키징 적용 vapor cell의 시간에 따른 방전 개시전압 및 휘도를 측정된 결과, 시간에 따라 방전 개시전압 및 휘도는 오차 범위 내에서 일정하게 측정되었다. Rb을 dispensing한 cell의 경우, Au/Au-Sn 이종접합 간의 leak가 있을 경우 cell 내부로 대기가 침투되어 Rb이 산화되어 백색으로 변화하였으나, leak가 없는 cell의 경우 이종접합 직후와 약 200시간 후의 푸른색의 Rb 메탈 특성 컬러의 변화가 없음을 확인하였다.

ORCID

Seong Eui Lee

<https://orcid.org/0000-0002-1396-8534>

감사의 글

This work was supported by Priority Research Centers Program through the National Research Foundation of Korea (NRF) funded by the ministry of Education (NRF-2017R1A6A1A03015562).

REFERENCES

- [1] M. Succi, R. Canino, and B. Ferrario, *Vacuum*, **35**, 579 (1985). [DOI: [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(85\)90319-7](https://doi.org/10.1016/0042-207X(85)90319-7)]
- [2] D. G. Theodorou, R. O. McIntosh, T. H. Conklin, and K. C. Earl, *Vacuum*, **16**, 237 (1966). [DOI: [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(66\)92713-8](https://doi.org/10.1016/0042-207X(66)92713-8)]
- [3] S. J. Jung, K. J. Woo, N. Y. Lee, S. Ahn, G. J. Moon, K. S. Kim, and M. S. Kim, *J. Korean Vac. Sci. Technol.*, **3**, 95 (1999).
- [4] W. B. Choi, B. K. Ju, Y. H. Lee, J. W. Jeong, M. R. Haskard, N. Y. Lee, M. Y. Sung, and M. H. Oh, *J. Micromech. Microeng.*, **7**, 316 (1997). [DOI: <https://doi.org/10.1088/0960-1317/7/4/007>]
- [5] A.C.A. Muller, K. L. Scrivener, J. Skibsted, A. M. Gajewicz, and P. J. McDonald, *Cem. Concr. Res.*, **74**, 116 (2015). [DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.04.005>]
- [6] N. Arora and B. R. Jagirdar, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **16**, 11381 (2014). [DOI: <https://doi.org/10.1039/c4cp00249k>]
- [7] Z. Fang, X. Mao, J. Yang, and F. Yang, *J. Micromech. Microeng.*, **23**, 095008 (2013). [DOI: <https://doi.org/10.1088/0960-1317/23/9/095008>]
- [8] M. L. Huang, F. F. Huang, J. L. Pan, and T. X. Zhang, *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.*, **25**, 4933 (2014). [DOI: <https://doi.org/10.1007/s10854-014-2254-y>]
- [9] K. Yu, T. Yao, Z. Pan, S. Wei, and Y. Xie, *Dalton Trans.*, **46**, 10353 (2009). [DOI: <https://doi.org/10.1039/b916215a>]
- [10] Y. Zhang and D. G. Ivey, *Proc. 2003 International Conference on Compound Semiconductor Mfg.* (GaAsMANTECH, Inc., 2003) p. 2.
- [11] K. Nogita, C. M. Gourlay, S. D. McDonald, S. Suenaga, J. Read, G. Zeng, and Q. F. Gu, *J. Philos. Mag.*, **93**, 3627, (2013). [DOI: <https://doi.org/10.1080/14786435.2013.820381>]
- [12] W. S. Boyle and P. Kisluk, *Phys. Rev.*, **97**, 255 (1955). [DOI: <https://doi.org/10.1103/PhysRev.97.255>]
- [13] J. C. Biswas and V. Mitra, *Appl. Phys.*, **19**, 377 (1979). [DOI: <https://doi.org/10.1007/BF00930100>]