

ナノインデンテーション法による多層膜の評価方法

材料技術課 *岩坪 聡、機械電子研究所 **清水 孝晃
フィッシャー・インストルメンツ 片山 繁雄、今井 隆夫

1. はじめに

表面の硬さは、ドライプロセス特性を決める重要な因子の1つであり、半導体デバイスをはじめとして、MEMSデバイスなどにとってもその特性を決める重要な値である。さらに、近年ナノテクノロジーの発展により、材料に求められる構造は、バルク的な均一な構造のものから、Low-k材などのマイクロポーラス、メソポーラス構造へと変化しつつあり、薄膜の厚みも数ミクロンから数十nmへ、膜も単層から多層膜へと、ますます複雑になっている。そこで、ナノインデンテーション法の加重変位曲線を詳細に解析することで、多層膜の評価を可能にする技術が重要になってくる。この場合、各層間の影響とともに、表層の膜を正確に評価するためには、数nmから数十nmの領域の押し込み深さを正確に評価することが必要とされる。この領域ではナノインデンテーションのデータには圧子の先端形状の影響が強く現れるようになってくると考えられる。そこで本研究では、膜厚とその構造の明らかになっている金の膜に対して、ナノインデンテーション測定を詳細に行い、その影響が測定結果にどのような影響を与えるかを詳細に調べ、多層膜の評価に必要な技術について検討した。

2. 実験方法及び結果

測定する金膜は、硬さや剛性率の異なる石英、Siと鏡面研磨したアルミナ基板の上に、イオンビームスパッタ法で作製した。まず、圧子の応力とひずみがどの程度及んでいるかを調べるために、ビッカース測定圧子の先端形状を、計測SEMにて調べた。図1(a)にそのSEM像を、(b)に3次元形状を示す。1万倍近い倍率になると、ビッカース圧子の先端部分は、理論的な四角錐ではなく、かなり丸くなっていることが確認できた。その先端を球で近似するとその半径 r_s は約 $1\mu\text{m}$ もあることが分かった。また、対面の角度は 139° であった。これらの値から、この圧子の場合押し込み深さが 63nm で、球面から四角錐本来の圧子での押し込みが行われることが概算できる。そこでこの値を用いて、石英基板の上の膜厚が 500nm の金膜の加重変位曲線のFEMシミュレーションを行った。その結果を図2(a)に示す。押し込み深さが約 60nm 以下の範囲の加重曲線は、2次曲線を示さないことから、この部分では、圧子の先端形状の補正方法が測定値に重大な影響を与えていることが分かる。また、バルクの金と膜の金では、押し込み深さが 120nm から加重変位曲線に違いが現れ、金膜の機械的特性は、膜厚の約24%

以下の領域で測定しなければならないことが分かった。

次に、その圧子を使用しフィッシャー・インストルメンツ社のナノインデンターを用いて、試料の測定を行った。作製した金膜の膜厚は、表面粗さ計と、X線小角散乱法を用いて、厳密に測定した。図2(b)に、その試料のナノインデンテーション法で求められたマルテンズ硬さ H_M の深さ依存性を示す。測定加重は $0.098\sim 490\text{mN}$ の範囲で変化させた。ここでは、表面形状の補正が行われている。 H_M は、 36nm 以下の金の部分では、 4000MPa ではほぼ一定であるが、押し込み深さが深くなると、基板の影響が現れ H_M が 1100MPa と基板の値に近づく傾向を示した。そこで、変化している部分の接線の交点を求めると金の膜厚にほぼ等しい値 36nm の値が得られた。このことは、ナノインデンテーション法の微分硬さなどから多層膜の評価が可能であることを示している。図中、押し込み深さが、 $100\sim 200\text{nm}$ の範囲で H_M の不連続な変化が現れているが、これは、押し込みに伴う、アルミナ基板の粒界の剥離などの変化によるものである。この方法で、膜厚は他の基板でも約10%程度の誤差で測定できることが分かった。一方、バルクの金の H_M は約 1900MPa 以下であるのに対し、膜の H_M のMPa値は、約 4000MPa と倍近い値を示していた。これは、パイルアップの影響であり、この部分の補正方法を検討する必要がある。

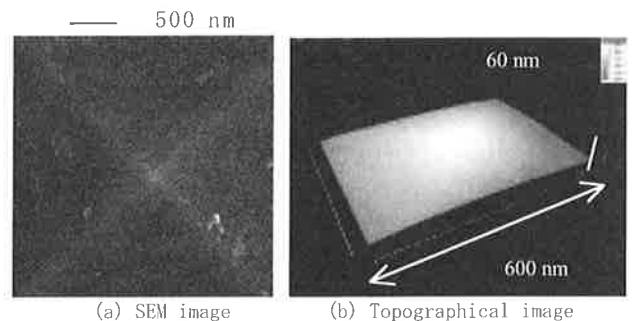


Fig. 1 Cross-sectional SEM image of Vickers stylus.

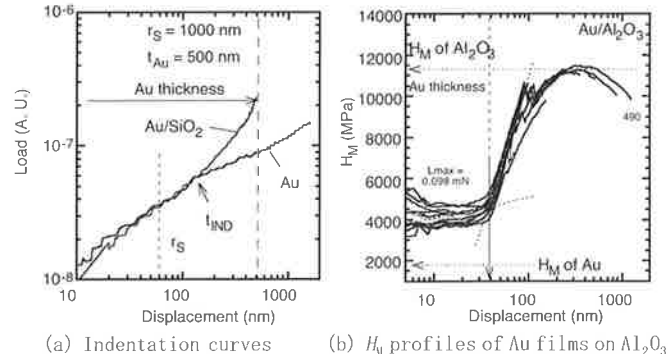


Fig. 2 Indentation curves of Au on SiO_2 calculated by FEM simulation and H_M of Au films on Al_2O_3 .

*現 加工技術課、**現 商工企画課