

職業能力開発大学校 正○倉元 眞實, 梶 信藤, 磯野 宏秋
山梨県工業技術工業センター 正 日原 政彦

1. 緒 言

Ni 薄膜をガラス基板上に、高周波スパッタリング法で作製した。このとき、基板温度、Ar ガス圧、成膜時間等の成膜条件と膜厚との関係を調べた。続いて、X線応力測定法による残留応力の測定を行った。また、曲率法を用いた残留応力測定と比較検討し、X線応力測定法の有効性を確認したのでここに報告する。

2. Ni 薄膜の作製方法および実験結果

本実験では、基板に顕微鏡用スライドガラス 76x26mm ($t=0.9\text{mm}$)を用いた。ガラス基板の縦弾性係数 E_s とポアソン比 ν_s を四点曲げ法による応力ひずみ線図から求め、 $E_s=73.6\text{GPa}$ 、 $\nu_s=0.218$ の値を得た。なお、このときの値は、理科年表¹⁾のクラウンガラスの値とほとんど同じであった。

次に、Ni 薄膜を作製し、X線応力測定法で残留応力を測定した。また、曲率法の応力測定に必要な曲率を、成膜前後に表面粗さ計で測定し、その差から正確な曲率を求めた。

本法で作製した薄膜の厚さは、同一試験片であっても均一でない。膜厚分布の一例を Fig.1 に示す。基板中央の膜厚が最も厚く、両端部が薄くなる傾向を示した。ただし、中心部の 8mm 位の範囲では、膜厚をほぼ一定とみなすことができる。また、測定幅 50 mm と円弧で囲まれる面積を平均化して平均膜厚を求めた。

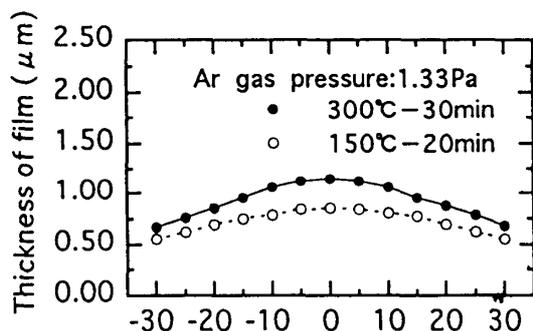


Fig.1 Thickness distribution of Ni film.

基板温度と平均膜厚との関係を Fig.2 に示す。全てのガス圧で、温度上昇に伴い、平均膜厚は薄くなる。ガス圧を 5 段階に変化した成膜では、ガス圧の増加に伴い膜厚は若干厚くなる。膜厚は成膜時間に

比例するので、成膜時間を定め、必要な平均膜厚を得られる。なお、基板中心部の最大膜厚と平均膜厚を比較すると、膜厚に違いはあるが、全て同一の傾向を示した。

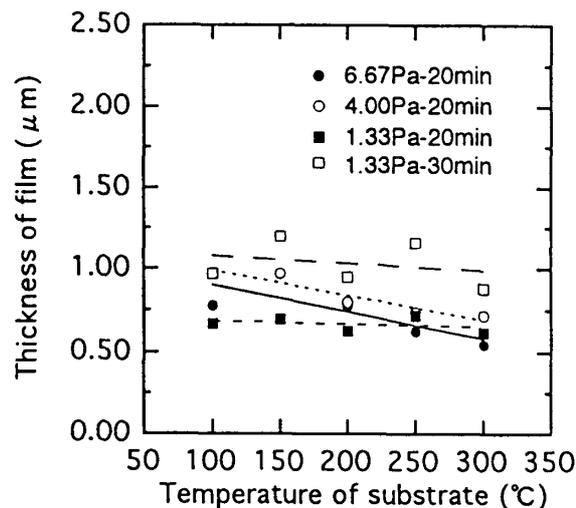


Fig.2 Average thickness of film vs temperature of substrate.

3. X線残留応力測定および結果

2θ の値が高角度側で高い強度の得られる Cr-K α 線による 220 回折 ($2\theta_0=133.64^\circ$) が最も応力測定に適していると考え、この回折を選んだ。Ni 薄膜の応力測定は、試料表面の中央 $\phi=8\text{mm}$ を中心にして行った。 $2\theta-\sin^2\psi$ 線図は、いずれも良好な直線性を示した。この線図内の勾配は全てマイナスで、引張応力であることが判った。

残留応力と基板温度の関係の一例を Fig.3 に示す。成膜時間が 20 分、ガス圧が 6.67 あるいは 4.00 Pa のとき、基板温度が上昇すると、残留応力値は増加する傾向にあった。しかし、ガス圧が 1.33 Pa、成膜時間が 20 分と 30 分の場合では、基板温度の上昇に伴い、残留応力値は減少し、ガス圧が高い場合と逆の傾向を示した。

残留応力とガス圧との関係の一例を Fig.4 に示す。どの温度においても、ガス圧が 1.33 Pa で応力値が最大となる。ガス圧がこの値より高くなっても低くなっても、残留応力は急激に減少する。また、基板温度を一定にし、成膜時間を変化させても応力値はそれほど変化しなかった。したがって、残留応力値は、ガス圧の影響を最も強く受けることが判明した。

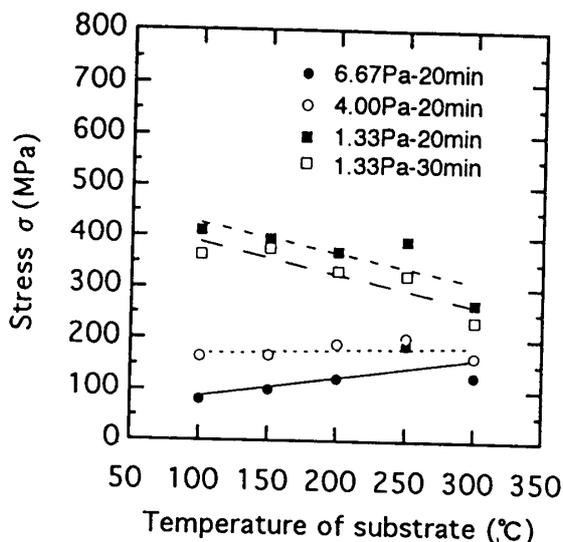


Fig.3 Residual stress vs temperature of substrate.

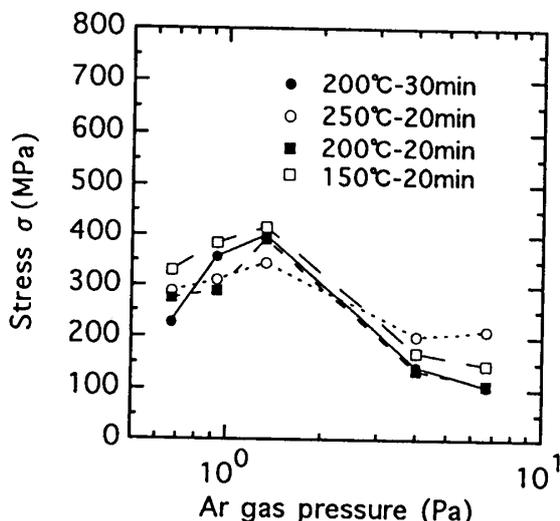


Fig.4 Residual stress vs Ar gas pressure.

4. 曲率法による応力測定²⁾

曲率法で、長さ 50 mm 範囲の平均残留応力と基板温度あるいはガス圧との関係をそれぞれ求めた。得られた結果は X 線応力測定法による Fig.3 と Fig.4 に対応している。曲率法で測定した残留応力値は、X 線応力測定法のそれより大きい、定性的な傾向は両者で一致している。

X 線応力測定法で測定した範囲は、基板中心 $\phi = 8\text{mm}$ の局所的な領域であった。そこで、基板中心から左右 4 mm までの変形量を計測し、最大膜厚を用いて、曲率法で基板中心部の応力を求めた。曲率法で求めた基板中心部の残留応力と基板温度、ガス圧との関係は、X 線応力測定法で測定した応力値と定性的には一致している。一例として、ガス圧 1.33 Pa、成膜時間 20 分で、温度を変化したときの、曲率法と X 線法で測定した残留応力値を比較して

Fig.5 に示す。この図から、X 線応力測定法による値が最も低く、次いで曲率法の最大膜厚による値になり、長さ 50 mm 範囲の平均残留応力値は、最も X 線応力測定法の値からずれていることが判明した。

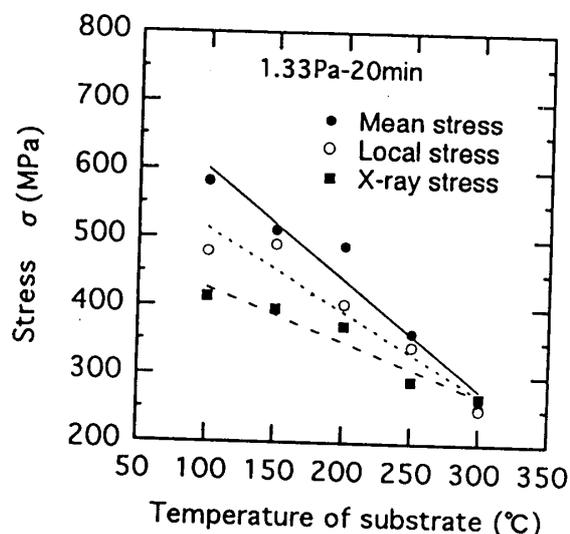


Fig.5 Residual stress vs temperature of substrate by curvature and X-ray methods.

5. 結 言

(1) 本方法で成膜した Ni 薄膜の厚さは、基板中心部が最も厚く、両端に行くにつれて薄くなる傾向を示した。基板温度の上昇で、膜厚はやや減少する。ガス圧が高くなると膜厚はやや増加する。また、膜厚は成膜時間に比例して増加する。

(2) Cr-K α 線による Ni の 220 回折の $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図は良好な直線性を示し、応力測定に最も適している。

(3) 薄膜の残留応力は場所によって異なり、基板中心部でやや高い値を示し、両端部では多少低い。残留応力と温度との関係は、ガス圧が高い場合、温度上昇に伴い増加し、ガス圧が低い場合では、温度上昇に伴い減少する。残留応力とガス圧との関係は、全ての温度に対して、ガス圧 1.33 Pa で最大応力値を示す。

(4) 曲率法で求めた平均応力と中心部の応力は、全ての傾向が一致している。また、X 線法と曲率法で求めた中心部の残留応力値は、定性的に一致している。したがって、X 線応力測定法で Ni 薄膜の残留応力を十分測定することが可能である。

参考文献

- 1) 東京天文台編：“理科年表”，丸善，(1996)，p.物 25.
- 2) 清水紘治，杉村博之，高橋 賞：“レーザ光の反射を利用した薄膜の残留応力測定”，非破壊検査，Vol.40, No11, (1991, 11), pp.742~747.