

アルミニウムスパッタ被膜における 気孔率と物理的特性の関係

京都大学[院] ○飯塚高志 京都大学[院] 赤松真貴 京都大学 星出敏彦

1. はじめに

スパッタリング法などの薄膜生成過程において薄膜内部に種々の欠陥が形成されるが、このような欠陥のうち特に気孔は薄膜の物理的特性に大きく影響を及ぼすと考えられる。

そこで、本研究ではアルミニウムスパッタ被膜について成膜条件と気孔率の関係を調べ、さらに被膜の電気抵抗率および硬度の気孔率に対する依存性を明らかにした。

2. 被膜の作成と気孔率の評価

2・1 スパッタリング被膜の作成

高周波マグネトロンスパッタリング装置を用いて、アルミニウム被膜を作成した。ターゲットとして純度5Nのアルミニウム、基板材料には耐熱性ガラスのテンボックスを用いた。

チャンバ内の初期真空度は1.3Pa、基板温度は室温とした。雰囲気ガスにはアルゴンを用い、ガス流量は $1.33 \times 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$ とした。被膜の物理的特性の成膜条件への依存性を調べるため、高周波出力および膜厚をそれぞれ400W、600W および $5 \mu\text{m}$ 、 $10 \mu\text{m}$ に設定して成膜した。

2・2 顕微鏡観察による気孔率の評価

走査型レーザー顕微鏡を用いて被膜表面を画像として画像処理ソフトに取り込み、被膜の気孔率を測定した。測定は成膜条件に対して48点ずつ行った。

ここでは、被膜表面に気孔が占める面積割合を気孔率 p_v として定義した。測定にあたっては、まず画像処理ソフトによって取り込んだ画像に対して自動的にしきい値を設定する自動2値化を行った。

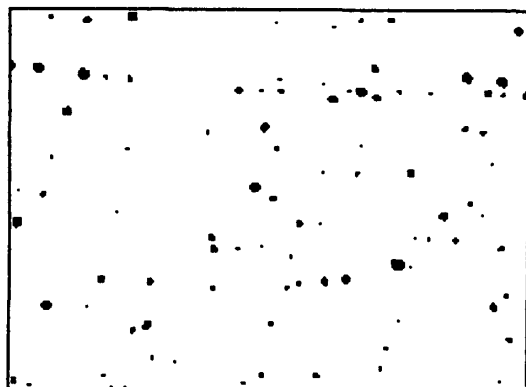


Fig.1. Image processed by iscriminant analysis method.

自動2値化の方法としては判別分析法を採用した。判別分析法は画像の濃度値のヒストグラムにおいて濃度値の集合をあるしきい値で2つのクラスに分割した

とき、2つのクラスの分散の平均値と各クラスの分散の比が最大になるようにしきい値を定める方法である。判別分析法により抽出した気孔の面積率を測定し、それを気孔率とした。シリコン表面に人工的につけた斑点をつけたものに対する判別分析法による2値化の結果を例としてFig.1に示す。

Table 1. Average porosity in Al films coated on glass.

R.F. output power (W)	400		600	
Film thickness (μm)	5	10	5	10
Porosity p_v	0.296	0.250	0.349	0.285
Coefficient of variation	0.0684	0.0681	0.102	0.100
Shape parameter	14.6	15.3	9.20	9.35

以上の方法を用いてレーザー顕微鏡観察から測定した気孔率をTable 1に示す。このときデータのばらつきを評価するために2母数ワイブル分布で整理したときの形状母数も同時に示している。表からわかるように、高周波電源出力が低く、膜厚が厚いほど気孔率が低くなる傾向がある。気孔率のばらつきについては、高周波電源出力が高くなると大きくなる傾向がある。ただし、同じ高周波電源出力に対しては膜厚の違いによる気孔率のばらつきに顕著な変化は認められなかった。

3. 被膜の気孔率と物理的特性の関係

3・1 被膜の電気抵抗率の測定と気孔率の評価

低抵抗率計を用いて、スパッタ被膜の体積抵抗率を測定した。体積抵抗率は、測定する試料の単位体積当たりの電気抵抗を表し、また気孔など材料欠陥がない場合には材料に固有の値となる。測定は1成膜条件に対して12点ずつ行った。このとき、実験によって測定した体積抵抗率は被膜内部の気孔の存在によって見かけの体積抵抗率と解釈する必要がある。

Table 2. Apparent volume resistivity of Al films coated on glass.

R.F. output power (W)	400		600	
Film thickness (μm)	5	10	5	10
Apparent volume resistivity ($\times 10^{-8} \Omega\text{m}$)	4.42	4.20	4.58	4.19
Coefficient of variation	0.0510	0.0468	0.0477	0.0100
Shape parameter	13.6	14.7	15.4	68.9

2母数ワイブル分布で近似した場合の形状母数も含めて、結果をTable 2に示す。高周波電源出力が低く、膜厚が厚いほど見かけの体積抵抗率が低くなる傾向がある。ばらつきについては、高周波電源出力が大きく、膜厚の厚い場合に小さくなるのがわかる。

次に見かけの体積抵抗率から被膜の気孔率の評価を行った。試料の体積抵抗率 ρ は試料の抵抗, 長さ, 幅および厚さをそれぞれ R , l , w および t とするとき

$$\rho = Rwt/l \quad (1)$$

で表される。試料が欠陥を含んでいる場合, R , l , w , t の R_m , l_m , w_m , t_m とすると, 測定値をそれぞれ見かけの抵抗率 ρ_m は

$$\rho_m = R_m w_m t_m / l_m \quad (2)$$

で表される。

ここで, 被膜内における気孔の分布を等方的であると仮定すると, 一次元的な気孔率 p_1 を用いて真の抵抗率 ρ_0 と実測抵抗率 ρ_m の比は次式で表される。

$$\begin{aligned} \rho_0 &= R_m w_m (1 - p_1) t_m (1 - p_1) / l_m (1 - p_1) \\ &= \rho_m (1 - p_1) \end{aligned} \quad (3)$$

すなわち,

$$\rho_m / \rho_0 = 1 / (1 - p_1) \quad (4)$$

なお, p_1 は体積気孔率 p_v と次の関係

$$p_v = p_1^3 - 3p_1^2 + 3p_1 \quad (5)$$

を有するので, $(1 - p_1) = (1 - p_v)^{1/3}$ となり

$$\rho_m = \rho_0 / (1 - p_v)^{1/3} \quad (6)$$

が得られる。

レーザー顕微鏡観察および式(6)によって評価した気孔率 p_v および p_1 に対する見かけの体積抵抗率の関係を Fig.2 に示す。Al の真の抵抗率の値は $2.67 \times 10^{-8} (\Omega\text{m})^{(1)}$ を用いた。

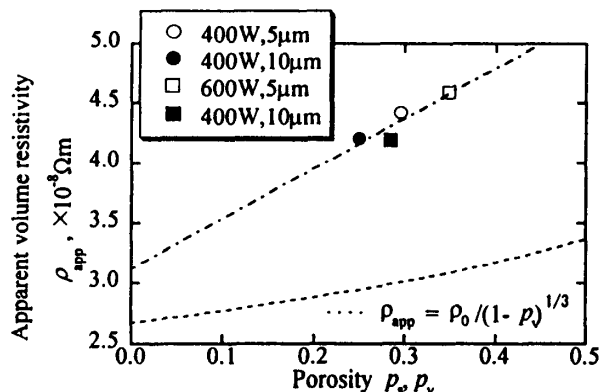


Fig.2. Relation between porosity and apparent volume resistivity of Al film coated on glass.

いずれも気孔率が增大するに従い, 見かけの体積抵抗率も増大する傾向にある。この傾向は式(6)の関係から定性的に説明できるが, 同じ ρ_{app} に対して比較すると p_v の方が p_1 よりかなり大きくなる。これは p_1 が被膜表面近傍のみの評価であるのに対して, p_v が被膜内部の気孔も含んだ評価になっているためであると考えられる。

3. 2 被膜の硬度の測定と気孔率との関係

ダイナミック超微小硬度計を用いて被膜の硬度測定を行った。測定は成膜条件に対して 75 点ずつ行った。

Table 3. Dynamic hardness of Al films coated on glass.

R.F. output power (W)	400		600	
Film thickness (μm)	5	10	5	10
Hardness (GPa)	1.05	0.921	0.882	0.776
Coefficient of variation	0.237	0.191	0.186	0.211
Shape parameter	4.43	5.02	5.33	5.16

各成膜条件に対する硬度を, 2 母数ワイブル分布における形状母数とともに Table3 に示す。いずれの成膜条件においても被膜の硬度はガラス基板の硬度 (4.18GPa) より小さいが, Al のバルク材の硬度 (0.248GPa) よりは大きくなっている。成膜条件による硬度の違いに関しては, 高周波電源出力が低く, 膜厚が薄いほど硬度が高くなっている。データのばらつきについては, 高周波電源出力および膜厚の違いによる系統的な変化は認められなかった。

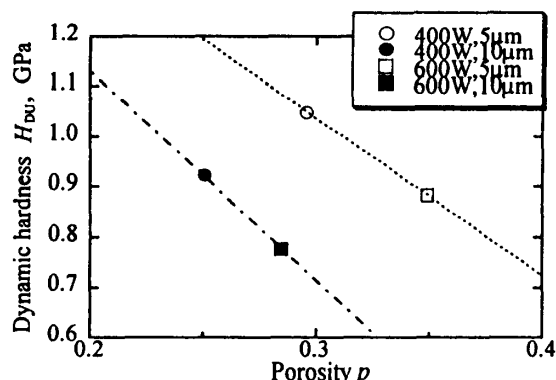


Fig.3. Relation between porosity and dynamic hardness in Al film coated on glass.

面積率から求めた被膜の気孔率と硬度の関係を Fig.3 に示す。各膜厚ごとに見ると, 気孔率が大きいほど硬度が小さくなる。これは, 気孔率が小さいほど被膜がより密に成膜されることにより, 変形抵抗が高くなるためであると考えられる。一方, ガラス基板における被膜の硬度はガラス基板の影響を強く受ける。すなわち, 膜厚が薄いと Al よりも高硬度のガラスの影響が現れて硬度が大きくなるため, 同じ気孔率に対して比較すると膜厚が薄いほど相対的に高硬度になるといえる。

4. 結論

Al 被膜の成膜条件と気孔率の関係については, 高周波電源出力が高く, 膜厚が薄いほど気孔率が高くなる傾向にある。次に, Al 被膜の気孔率が物理的特性に及ぼす影響については以下のことが判明した。被膜の見かけの体積抵抗率は, 気孔率が大きいほど大きくなった。また, 被膜の硬度は各膜厚において気孔率が小さいほど大きくなった。

参考文献

- 1) P. A. Thornton and V. J. Colangelo, Fundamentals of Engineering Materials, Prentice-Hall, inc., Englewood Cliffs, pp.328-336(1985).