

名大工
名大工○田中 啓介
秋庭 義明名大 [院]
名古屋大学白木原香織
荒木 俊夫

1. 緒言

半導体デバイスは、異種材料の接合によって構成されているため、材料間の熱膨張係数差により製造時や作動時において残留応力や熱応力が発生する。このため、信頼性確保には内部応力の評価が重要である。そこで本研究では、X線応力測定法が単結晶および多結晶シリコンに対して有効な評価手法となりえるかの検討を行った。

2. 単結晶における応力測定

2.1. 3点法

$\epsilon_{\psi} - \sin^2 \psi$ 線図を用いて応力を測定する方法がある。今回は特に同一晶帯軸上の3つの面を測定面として採用したので3点法と称する。本実験に使用したような薄板試験片において曲げ試験を行う場合、 $\epsilon_{22} = 0$ になることが予想される。関係式は以下のように表すことができる。

$$\sigma = K^* \cdot M^* \quad (1)$$

$$K^* = \frac{2s_{11} - s_0}{s_{11}s_{44}}, M^* = \frac{\partial \epsilon_{\psi}}{\partial (\sin^2 \psi)} \quad (2)$$

$$s_0 = s_{11} - s_{12} - \frac{1}{2}s_{44}$$

一方、単軸応力の場合には次式となる。

$$\sigma = \frac{2}{s_{44} + s_0} \cdot \frac{\partial \epsilon_{\psi}}{\partial (\sin^2 \psi)} = K^* \cdot M^* \quad (3)$$

ここで s_{ij} は単結晶のコンプライアンスであり、薄板と単軸とは応力定数が異なる。

2.2. 2点法

同一晶帯軸を有し、かつ面間隔の等しい二つの回折面を測定面に定めると、多結晶応力測定で使用される $2\theta - \sin^2 \psi$ 法によって単結晶における応力測定をすることができる。関係式を以下に示す。

<薄板の場合>

$$\sigma = -\frac{(2s_{11} - s_0) \cot \theta_0}{2s_{11}s_{44}} \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2 \psi)} = K \cdot M \quad (4)$$

<単軸応力の場合>

$$\sigma = -\frac{\cot \theta_0}{s_{44} + s_0} \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2 \psi)} = K \cdot M \quad (5)$$

3. 実験方法

3.1. 材料および試験片

単結晶応力測定用試験片には、試験片法線方向が[001]、長さ方向がオリフラ方向[110]となるように切り出したシリコンウエハを使用した。試験片形状は幅10mm、厚さ730 μm 、長さ50mmである。また、多結晶薄膜残留応力測定用試験片には、シリコンウエハ001面上にポリシリコンを成膜したものをを用いた。成膜条件をTable 1に示す。

3.2. 単結晶Siにおける負荷応力測定

単結晶シリコンウエハを4点曲げ治具に取り付け、試験片長手方向に応力を負荷した。測定面背面に貼付したひずみゲージ出力が0, 100, 200, 300, 400, 500, 600 $\times 10^{-6}$ となる計7点でX線による応力測定を行った。測定面には[1 $\bar{1}$ 0]方向を晶帯軸とする115, 224, 333面を使用し、回折ピークを正確に決定するため、測定中に ψ 角の揺動を行った。測定条件についてはTable 2に示す。2点法では格子面間隔の等しい115, 333面において、負荷ひずみを変化させたときの回折角 2θ と $\sin^2 \psi$ の関係を求める。また3点法では、115, 224, 333面を使用して ϵ_{ψ} と $\sin^2 \psi$ の関係求めた。

Table 2. X-ray conditions for stress measurement (MXP18).

Characteristic X-rays	Fe-K α		
Filter	Mn		
Diffraction	155	224	333
Diffraction angle (deg.)	135.69	121.67	135.69
Incidence angle, ψ (deg.)	15.8	35.3	54.7
ψ -oscillation angle (deg.)	± 1.5		
Tube voltage (kV)	30		
Tube current (mA)	200		
Irradiated area (mm 2)	5 $\times$ 5		
Preset time (sec.)	6		

Table 1. Conditions of film preparation.

Designation	Spray method	Middle layer	Thickness (μm)	Sprayed condition	Annealing condition
Poly-Si A	LPCVD	SiO $_2$ (1 μm)	2.4	530 $^{\circ}\text{C}$, 0.6Pa, 300min.	O $_2$, 1100 $^{\circ}\text{C}$, 300min.
Poly-Si B	Sputtering	SiO $_2$ (1 μm)	1.96	0.4kW, 5.0 $\times 10^{-3}$ Torr	vacuum, 900 $^{\circ}\text{C}$, 30min.
Poly-Si B2			1.96		vacuum, 1100 $^{\circ}\text{C}$, 300min.
Poly-Si C	Sputtering	none	1.96	0.4kW, 5.0 $\times 10^{-3}$ Torr	vacuum, 900 $^{\circ}\text{C}$, 30min.

3.3. 多結晶 Si 膜における残留応力測定

多結晶シリコンに $\sin^2 \psi$ 法を使用して残留応力測定を行った。測定装置および管球は単結晶応力測定時と同一のものを使用した。残留応力測定は、高角である 224 面と、高角でのピークが弱かった際に、低角ではあるが回折強度の高い 113, 220 面で行った。224 面は並傾法、113, 220 面については側傾法を用いて試験片長手方向に残留応力測定を行った。回折角決定には 4/5 価幅法を用い、 $\sin^2 \psi$ は 0 から 0.5 まで 0.1 刻みとした。

4. 実験結果

4.1. 単結晶 Si における応力測定

4.1.1. 2 点法による応力測定

115, 333 面における、負荷ひずみを変化させたときの回折角 2θ と $\sin^2 \psi$ の関係をプロットし、直線近似によってそれぞれの負荷ひずみ時での傾きを求めた。このときの傾きが式 (1) における M となる。それぞれの直線の傾き M と負荷ひずみとの関係は Fig. 1 のようになる。式 (1) より応力定数 K は Fig. 1 における傾きの逆数として求まることがわかる。実験的に求めた値は $K = -455.4$ (MPa/deg.) となり、理論値は式 (2) では $K = -435.5$ (MPa/deg.)、式 (3) では $K = -441.5$ (MPa/deg.) であった。誤差が 5% 程度であることから、シリコン単結晶の応力測定法として 2 点法が有効な手

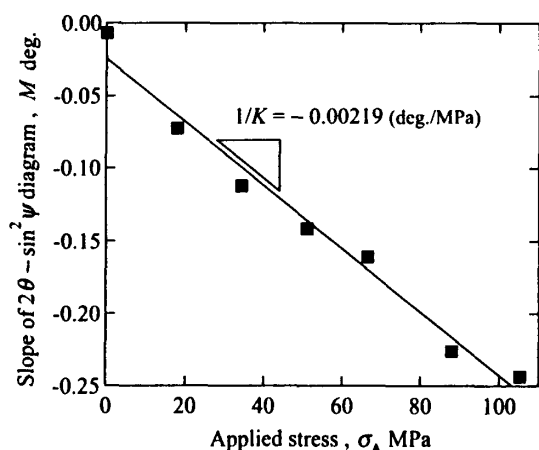


Fig. 1. Relation between slope of $2\theta - \sin^2 \psi$ diagram and applied stress.

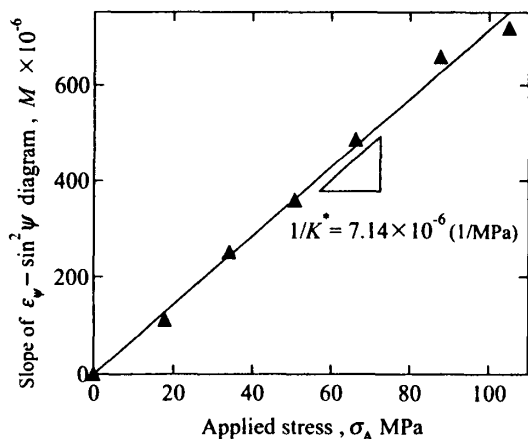


Fig. 2. Relation between slope of $\epsilon_\psi - \sin^2 \psi$ diagram and applied stress.

法であるといえる。

4.1.2. 3 点法による応力測定

それぞれの負荷ひずみにおける $\epsilon_\psi - \sin^2 \psi$ 線図より求めた傾き M と、負荷ひずみとの関係を Fig. 2 に示す。格子ひずみ ϵ_ψ を求める際に無負荷状態での回折角 $2\theta_0$ が必要となるが、セッティング誤差などにより理論値と実験値が異なってしまうため、負荷ひずみが $100 \mu\epsilon$ から $600 \mu\epsilon$ までの回折角を直線近似し、そのときの切片を無負荷状態での回折角 $2\theta_0$ として採用した。本実験において $2\theta_0(115) = 135.704$ deg., $2\theta_0(224) = 121.626$ deg., $2\theta_0(333) = 135.680$ deg. を得た。式 (4) より応力定数 K は Fig. 2 における傾きの逆数として求まることがわかる。実験的に求めた値は $K^* = 1.399 \times 10^5$ (MPa) であり、式 (4) より求めた理論値は $K^* = 1.226 \times 10^5$ (MPa)、式 (5) より求めた理論値は $K^* = 1.242 \times 10^5$ (MPa) となった。誤差が 13~14% となっている、測定面を増やすなどをして精度を上げることが可能であると考える。

4.2. 多結晶 Si 膜における残留応力測定

SiO_2 を中間層に持たない試験片は、基板である単結晶 Si からの回折強度が薄膜からの回折強度に比べて極端に大きいため、解析することができない。それぞれの試験片における測定結果を Table 3 に示す。ポリシリコン A はよく結晶化しており、高角ピークである 224 面における回折強度が応力測定を実施する上で充分であった。しかしながら、B では結晶化アニールが充分ではないため、低角ピークである 220 面でしか応力測定が行えなかった。その試験片をさらに結晶化させるために 1100°C , 300 min のアニール処理を行った試験片では、処理前よりシャープなプロファイルを得ることができた。Fig. 3 に 220 回折におけるプロファイルを示す。B2 試験片の応力測定をした結果、熱処理によって圧縮の残留応力が導入されることを確認した。

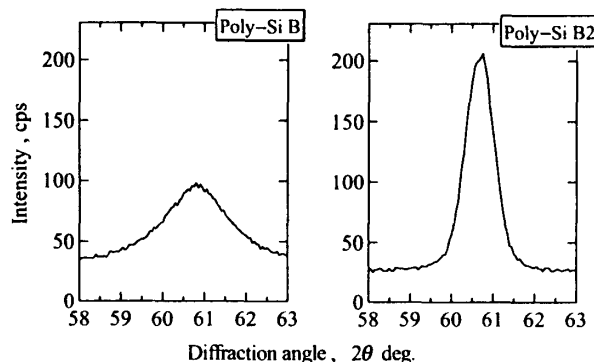


Fig. 3. X-ray diffraction profiles of thin film.

Table 3. Residual stress measured by X-rays in thin film.

Designation	224 plane 121.67 deg.	113 plane 72.48 deg.	220 plane 60.55 deg.
Poly-Si A	-36.9 MPa	—	-38.7
Poly-Si B	×	×	2.16
Poly-Si B2	—	—	-55.3