

Evaluation of Residual Stress Distribution in Sputtered Cu Thin Films

Yoshiaki AKINIWA, Hidehiko KIMURA and Taku SAKAUE

1 緒 言

スパッタリングによる薄膜形成は半導体電子部品や MEMS をはじめとして種々の産業分野において重要な基板技術となってきた。特に、半導体分野においては配線等を含めて金属薄膜の適用が不可欠であり、エレクトロマイグレーションやストレスマイグレーションに対する対策が必要となる。その他の用途においても、膜強度の観点から高信頼性を確保するためには膜中の応力評価が不可欠となっている。スパッタ薄膜においては、成膜条件によって結晶配向性や残留応力が大きく異なるため、その評価法の確立が急務である。

薄膜材料の非破壊応力評価としてはこれまで多くの取り組みがなされてきており、バルジ法や反り法等の機械的な測定方法をはじめとして、ラマン分光法やX線法のように電磁波の散乱を利用した方法が適用されている。このうちラマン分光法は極微小領域の測定が可能であるものの、金属材料のようにラマン不活性材料には適用できない。一方、他の方法では材料によらず応力評価が可能であるものの、膜全体としての平均的な値の評価が主であった。対象とする膜厚は数ミクロンからサブミクロンではあるものの、実際の膜内部では応力分布が存在する可能性があり、変形や破壊を検討するためには、分布の評価が必要となってくる。

そこで、本研究では膜厚が数ミクロン程度のスパッタ銅薄膜に対してX線法による低角入射 X 線回折法および侵入深さ一定法を適用し、膜内部の残留応力分布を測定した。

2 実験方法

2.1 材料及び試験片 供試材にはスパッタリングによって成膜した銅薄膜を用いた。基材にはガラス基板 (CORNING 0211, 0.2×10×55 mm) を用いた。成膜にはミニスパッタ装置 (ULVAC, MNS-2000-RF-T) を用い、ターゲットにはフルウチ化学社製の 99.99%Cu を用いた。なお、ターゲットと基板の距離は 70 mm である。

試料は 3 種類用意した。ターゲット出力が 150 W で、成膜時間が 7 および 40 min とした試料 07M と 40M。ターゲット出力を 10 W、被覆時間を 10 h とした試料 10h である。成膜前には 100W にて逆スパッタを施し、基材との密着性を確保した。

膜厚測定には走査型白色干渉顕微鏡 (ZYGO New View 6200) を用いて行った。基板上の銅の被覆している部分の一部をナイフで剥ぎ取り、基板と銅薄膜の高低差を測定した。07M, 40M および 10h に対してそれぞれ 2.88μm, 0.60μm および 2.38μm であった。

2.2 X 線応力測定 X 線回折装置は Mac Science 社製, M21X を用いて、3 種類の方法で応力測定を行った。第一の方法は通常の $\sin^2\psi$ 法であり、特性 X 線として Cr-K α 線を用い、Cu220 回折によって $\sin^2\psi$ が 0 から 0.9 まで 0.1 間隔で、側傾法を用いて測定した。このときの X 線有効侵入深さは 3.13μm から 0.99μm となる。

第 2 の方法は、表面極近傍の応力を測定するために、低角入射法 (GIXD: Grazing Incidence X-ray Diffraction) を用いて入射角を Cu の全反射角 0.6deg から 3.0deg まで変化させた。このときの侵入深さは 4nm から 180nm となる。ひずみは Cu 粉末の回折角 ($2\theta=127.197\text{deg}$) を無ひずみ材の格子面間隔として算出した。

第 3 の方法は侵入深さ一定法であり、侵入深さを 0.3μm から 1.5μm とした。特性 X 線および回折面は全て $\sin^2\psi$ 法の場合と同じである。応力の算出においては、いずれの場合も単結晶の弾性定数よりクレナモデルによって得られる回折弾性定数を用いた。

3 実験結果および考察

3.1 表面性状および結晶配向 Fig. 1 に試料表面の走査型電子顕微鏡写真を示す。線分法で求まる平均結晶粒径は、07M, 40M および 10h に対してそれぞれ 243nm, 450nm および 53nm であり、成膜時間が短いほど、またターゲット出力が小さいほど結晶粒径が小さくなることがわかる。

Fig.2 に各試料に対して θ - 2θ スキャンしたプロファイルを示す。ランダム配向に対応する JCPDS カードでは 111, 200, 220 の回折強度がそれぞれ 1 : 0.46 : 0.2 であるのに対して、07M, 40M, 10h はそれぞれ、1 : 0.38 : 0.05, 1 : 0.18 : 0.07, 1 : 0.34 : 1.3 であり、150W 材では

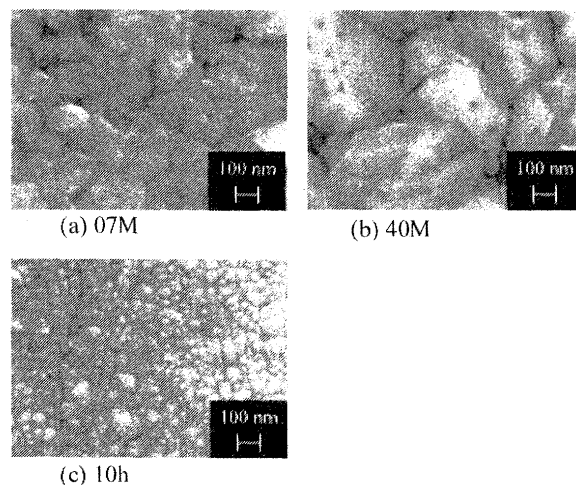


Fig.1. SEM image of specimen surface.

111 配向が強く、10W 材では 220 配向が強い。

3.2 残留応力分布 通常の $\sin^2\psi$ 法で残留応力を測定した。前述のように各試料には繊維配向が存在し、また膜内に応力分布があると考えられるが、得られた $\sin^2\psi$ 線図はいずれも直線近似が可能であった。得られた残留応力は、07M、40M、10h それぞれに対して 175, 193, -45MPa であり、ターゲット出力の小さい方が圧縮となった。

低角入射 X 線回折法(GIXD)および侵入深さ一定法によって得られた残留応力分布を Fig.3 に示す。これより、いずれの試料においても、GIXD で測定された表面近傍の残留応力は、内部に入るにつれて引張りに大きくなっており、やがて侵入深さ一定法で得られた値に近づく。いずれの試料も、おおよそ 0.3mm 程度の深さで最大値をとり、その後減少することがわかる。特に 10h 材では、おおよそ 1 μ m 程度でほぼゼロとなり、さらに内部では圧縮に転ずる。07M と 40M については、成膜時間が異なるだけであり、07M の継続として 40M の残留応力が形成されることが考えられるが、両者の残留応力分布がほぼ同じであることから、一旦表面近傍に形成された引張り残留応力が、後続するスパッタによる局所的な加熱やピーニング効果等によって緩和、さらには圧縮側へ移行すると考えられるが、残留応力の形成機構についてはさらに検討の必要があろう。

本研究で得られた残留応力分布は、全て内部方向について、X 線の吸収に基づくラプラス空間での重み付き平均であることに注意が必要である。そこで、40M 材について逆問題解析によって実空間での残留応力分布を求めた。実応力分布を、3 次と 2 次の複合多項式で表わされるものと仮定して各係数を最適化手法で求めた。得られた結果を Fig.4 に示す。表面から 0.5 μ m 程度で最大の 600MPa 弱の引張りとなり、その後減少し、基板近傍では 150MPa 程度の圧縮となった。定量的にはさらに検討の必要があるものと考えられるが、おおよその傾向は捉えられているものと考えられる。従って、膜材の強度評価には、表面近傍の高引張り残留応力の存在が大きく影響することが示唆される。

結言・参考文献省略

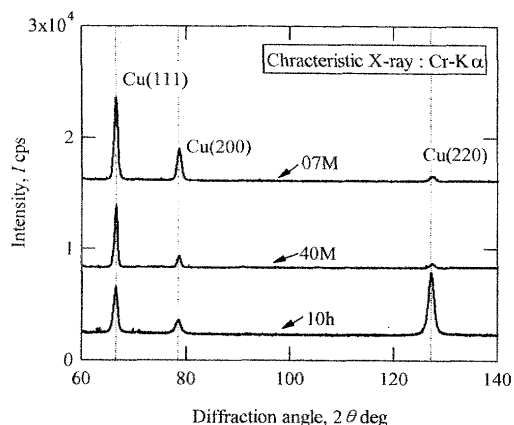


Fig.2. Diffraction profiles.

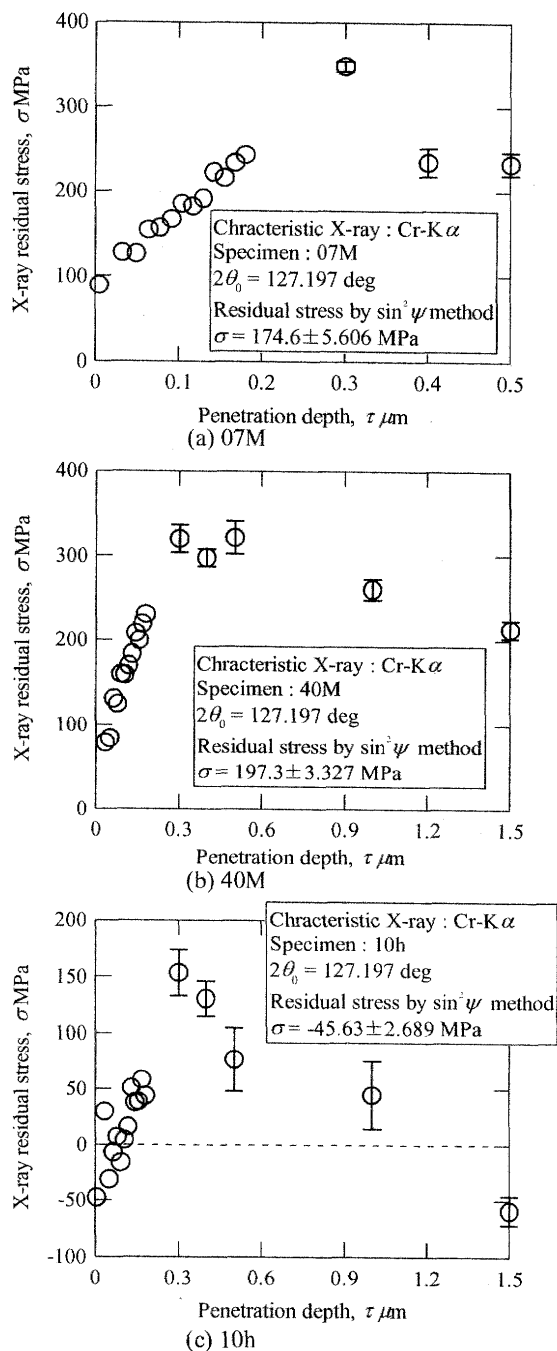


Fig. 3. Distribution of residual stress.

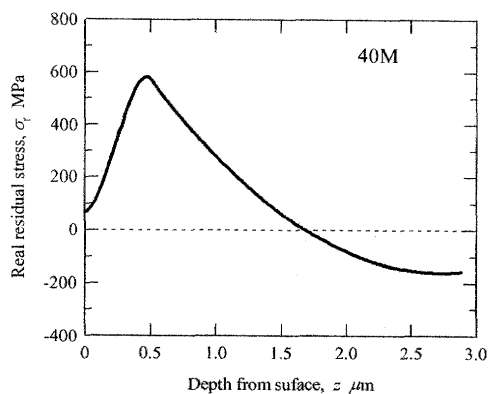


Fig.4. Distribution of real residual stress..