

論文

マイクロマシン用金属薄膜の高性能化

佐々木智憲*¹⁾ 楊 明*²⁾

Improvement of mechanical properties on thin metal films for MEMS application

Tomonori SASAKI and Ming YANG

Abstract A method of improving mechanical properties of thin films by low energy ion irradiation treatment after the deposition proposed in this study. The low energy Ar ion irradiation treatment was applied to aluminum thin films, which were widely applied to the MEMS and semiconductor device as conductive layers. Experimental results show that mechanical properties of the thin Al film deposited improved after the treatment. The surface of the thin Al films were irradiated with low energy Ar ions using a Kaufman type ion gun for 30 minutes under the conditions: base pressure 1×10^{-4} Pa, irradiation angle 90 degrees, acceleration voltage 50 V and current density 0.1 mA/cm^2 . The improvement is interpreted that Al atoms on the surface of the films migrated due to kinetic energy of Ar ion irradiation and as a result: the bond strength in the lengthwise of direction, was reinforced at the surface of the Al films. The proposed treatment method is expected to improve surface mechanical properties of thin metal films deposited by various formation techniques and conditions, using selected irradiation treatment.

Keywords Low energy Ar ion irradiation, Al thin film, nano-indentation, Mechanical property, Sputtering

1. はじめに

マイクロマシンの特性はそれらを構成する微小材料の機械的な特性に依存することが知られている。特に、薄膜材料はマイクロプローブやセンサ等に使用されており、マイクロマシン用の構成材料として広く用いられている重要な材料である。一方で、薄膜材料はバルク材料と異なり、その特性は形成条件により大きく変化する。

そこで本研究では、薄膜形成後に低エネルギー Ar イオンプラズマを照射し、薄膜物性に与える影響について実験的に調べた結果を報告する。特に、薄膜の機械特性に与える低エネルギー Ar イオンプラズマ照射効果について報告する。

2. 薄膜の形成およびその性状

2.1 金属薄膜の形成

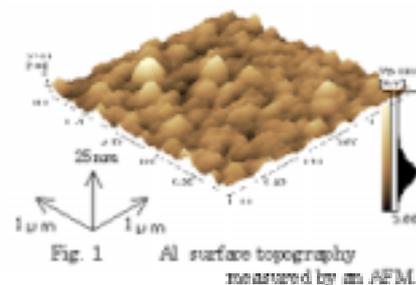
2.1.1 形成方法とその条件

イオンビームスパッタリング (IBS) 法により、Al 膜をシリコン基板上に形成した。成膜条件を以下に示す。ベース真空度 1×10^{-4} Pa, Ar ガス圧 5×10^{-3} Pa, イオン電流密度 1.35 mA/cm^2 , イオン加速電圧 2kV, 基板加熱なしである。成膜レートはおおよそ 4.8 nm/min であった。

*¹⁾電子技術グループ *²⁾東京都立大学大学院

2.1.2 AFM による性状評価

Fig. 1 に Al 膜表面の AFM (Atomic Force Microscope) 観察結果を示す。面内のランダムな個所に特異的に最大 25nm 程度のヒロックが観察されたが、ヒロックを除く個所における表面粗さ Ra は 1.89 nm であり非常に平坦であることがわかった。



2.2 薄膜の結晶性評価

2.2.1 TEM による薄膜断面結晶性の評価

スパッタされた Al 膜の内部微細構造ならびに堆積状態を確認するために、Al 薄膜およびシリコン基板界面の断面 TEM 観察を行った。TEM 観察試料は FIB (Focused Ion Beam) により作成し、観察倍率は最大 380,000 倍で

行った。97,000倍でのAl膜付きシリコンの明視野における断面TEM写真をFig.2に示す。

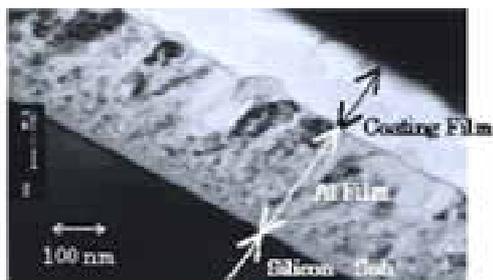


Fig.2 Cross sectional TEM micrograph of Al thin film deposited on Si Substrate.

その結果、シリコン界面付近のAl膜の結晶粒はナノメートルオーダーで非常に小さく且つ配置がランダムであった。一方、Al膜表面に向かって結晶粒が大きくなり且つ膜厚方向に成長していることがわかった。また、その成長した結晶粒の大きさは最大でも約200nmであり膜厚程度であった。アルミとシリコンは格子ミスフィットが大きいことからAl/Si界面は結晶成長することが困難なことが知られている²⁾。シリコン界面付近のアルミはナノメートルオーダーの非常に小さな粒子であることから、結晶成長していない一つの原因には格子ミスフィットがあると考えられる。

2.2.2 X線回折による結晶方位の測定

Al薄膜の結晶方位を調べるためにAl膜付きシリコン基板を用いてX線回折を行った。X線回折の結果をFig.3に示す。

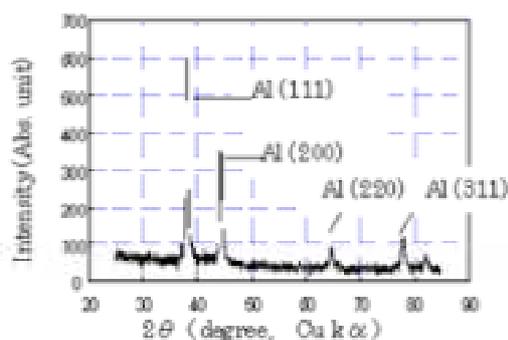


Fig.3 XRD of the Al thin Film

X線回折結果からスパッタされたAl膜は多結晶膜であることがわかった。最も強い2つのピークはそれぞれAl(111)およびAl(200)面からの回折であり、それらの回折強度比は100:59であった。このことからAl(111)が優先的に成長していると判断できる。これは、面心立方の格子構造を持つアルミニウムの性質と一致した。

2.2.3 薄膜の結晶モデル

断面TEM観察およびX線回折結果より以下のような結晶モデルが考察される。スパッタリング法により作成

されたAl薄膜は成膜直後、結晶成長せずにナノオーダーのAlがランダムに堆積し、その後膜厚の増加とともに膜厚方向に柱状にAl(111)およびAl(200)等が結晶成長していると考えられる。スパッタ薄膜の微細構造は、成膜中のArガス圧力と基板温度により異なることが報告されており、薄膜の融点に比較して十分に基板加熱されずにスパッタされた薄膜は柱状に成長する³⁾。基板加熱せずにスパッタリング成膜した本実験の膜構造についても、TEM観察結果より膜厚方向に柱上に成長しており従来報告と一致した。今回作成した薄膜の断面モデルをFig.4に示す。

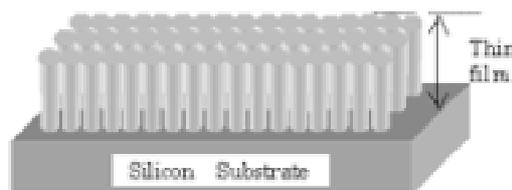


Fig.4 Cross sectional micro-structure model of deposited Al thin film.

膜厚方向に柱状に成長している膜は膜の面内方向の結合力が弱く機械特性が低いことが予想される。よって、マイクロマシンなどの構造材料として利用する場合、面内方向の機械特性が弱い可能性があり、薄膜材質の改善が必要と考えられる。また、膜の面内方向および板厚方向でのマクロ的な機械的特性は異方性を持つ可能性がある。

3. イオン照射による薄膜材質の改善

3.1 イオン照射の薄膜に及ぼす影響

3.1.1 薄膜へのイオン照射

イオンの持つエネルギーにより、イオンと物質との相互作用が異なることが知られている³⁾。10 keV以上の高いエネルギーイオンの場合にはイオンが物質に注入されることから半導体への不純物ドーピングなどに利用されている。また、数10~数千 eVの場合にはイオンによって物質がスパッタリングされることから、デポジションやエッチング等に利用されている。数 eV~数十 eV以下の低エネルギーの場合には原子のスパッタ率が低い一方で、表面清浄化を行い且つ表面層原子の適度の変位・マイグレーション効果の促進および凝縮核の形成など良質な膜形成に非常に有効²⁾とされ、薄膜へのイオンビーム照射により硬さの増加、摩擦係数の低減などの高性能化が報告されている⁴⁾。薄膜の微細構造はその材料の融点 T_m [K] で規格化された基板温度 T_s [K] に依存することから、高融点材料の場合には基板加熱が難しく機械特性の制御が困難であると考えられる。本研究では、Fig.4に示したような断面構造をもつ薄膜表面に対して、

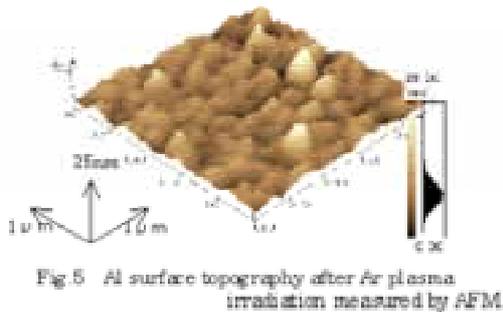
低エネルギーイオン照射することによりマイグレーション等を促進させ、面内方向の結合力を強化することにより機械特性を向上させることを試みた。また、スパッタ薄膜物性に及ぼす低エネルギー Ar イオン照射の影響について調べた。

3.1.2 イオンプラズマの照射条件

シリコン基板上に Al 膜作成後、膜質改善のために Ar イオンプラズマを照射した。Al 膜の Ar プラズマによるスパッタ開始エネルギーは 13 eV およびスパッタ率は 100 eV で 0.11 であることが知られている⁵⁾ことから、加速電圧 50eV で Ar プラズマ照射を行った。Ar プラズマ照射条件を以下に示す。カウフマン型イオン源を用いて加速電圧 50 V、イオン電流密度 0.1 mA/cm²、30 min 間照射した。Ar プラズマは試料に対して垂直に入射させた。

3.1.3 AFM・TEM 測定結果および照射効果

Ar プラズマ照射が Al 膜表面に及ぼす効果について AFM を用いて調べた。その結果を Fig.5 に示す。



表面粗さ Ra は 1.99 nm であり、Ar イオンプラズマ未照射 (Ra=1.89 nm) と比較しても大きな変化はなかった。このことから、Ar イオン照射を行った後も表面形状には大きな変化を生じていないことがわかった。さらに、詳しく調べるために、Ar 照射後の TEM 観察を先の観察条件と同様に行った。その結果、Ar イオン照射による影響を観察することはできなかった。このことから、Ar イオンプラズマ照射の影響は膜内部の微細構造に与える影響は少なく、その効果は極表面近傍にあると考えられることから観察が困難であると考えられる。

3.1.4 X線回折結果および照射効果

シリコン基板上に同一条件で Al 薄膜を成膜した 2 枚の試料のうち、一方の試料を低エネルギーイオン照射し、X 線回折の比較評価を行った。Fig.6 に Al (111) と Al (200) との回折強度比較結果を示す。低エネルギー Ar イオンプラズマを照射した Al 薄膜は、処理しないサンプルに比較して、回折ピーク強度 Al (111) が増加し Al (200) が減少した。Ar イオンプラズマにより結晶性が変化した原因の一つとして、低エネルギーイオンにより Al 原子が

変位またはマイグレーションされたことが考えられる。

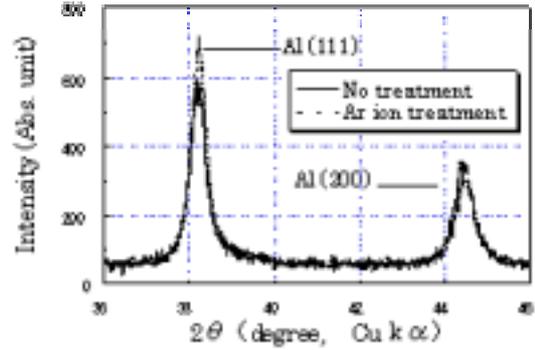


Fig.6 XRD of Al thin films.

同時に低エネルギーイオン照射により、局所的に数 1000 K まで温度が上昇し、数ピコ秒で系の平均温度まで下がるとのシミュレーション結果報告⁶⁾があることから、表面元素が局所的に加熱・冷却されることにより結晶性が変化したことも考えられる。

Ar イオン照射の Al 薄膜に及ぼす影響について AFM、X 線回折および TEM 観察により調べた。その結果、低エネルギー Ar イオン照射により Al 膜表面の形状に与える影響は少ないが、その結晶性を変化させることがわかった。また、TEM 観察の結果から、Ar イオン照射効果は Al 膜内部の微細構造への大きな違いは確認できなかったことから、その効果は極表面に限られたものと考えられる。

3.2 イオン照射による薄膜機械特性の改善

3.2.1 ナノインデンテーションによる機械特性評価

三角錐圧子を用いて Al 膜の硬度を評価した。圧子の先端形状は予め機械特性が既知である溶融石英を用いてキャリブレーションを行った。Al 膜付きシリコンに 50 μN の荷重で圧子を押し込み、Ar プラズマ照射の影響を照射処理していないサンプルと比較評価した。その際の圧子の押し込み深さはおよそ 20 nm 程度であり、Al 膜厚の約 1/10 程度である。Table1 に硬度測定結果を示す。

Table.1 Effect of low energy Ar ion irradiation on Al film hardness

Sample	Hardness (GPa)
No treatment	3.7
Ar ion treatment	4.8

ここで、硬度 H とは荷重 F と圧痕の投影面積 A を用いて数式(1)のように定義される。

$$H = \frac{F}{A} \quad \text{---- (1)}$$

Ar イオン照射の結果、硬度は 3.7 GPa から 4.8 GPa に増加することがわかった。Ar イオンの加速電圧 50V による Ar イオンの飛程は約 0.7 nm 程度であることから、Al 膜表面近傍は Ar イオンプラズマ照射の影響をさらに強く受けていると考えられる。

Al 材への高エネルギー Ar イオン注入により転位ループおよび転位線が多数観察され、硬度が増加していることが報告されている⁷⁾。よって、Al 薄膜に対して低エネルギー Ar プラズマ照射を行った場合にも転位等が生じ、それが硬度の増加に寄与したことも考えられる。

3.2.2 3点曲げによる面内方向機械特性の改善評価

Al 薄膜の面内方向ヤング率に及ぼす Ar イオン照射効果をさらに詳しく評価するために、表面の影響が大きい3点曲げを行った⁸⁾。Fig.7 に3点曲げ装置の概要を示す。

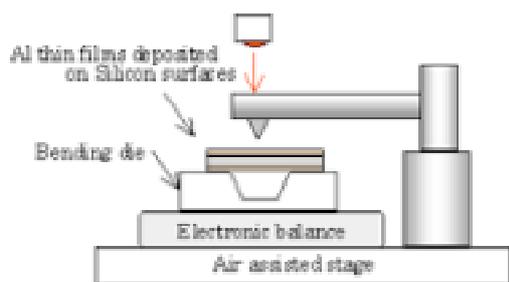


Fig.7 Schematic configuration of micro three point bending equipment.

シリコン基板(100),厚さ120mmを用意した。3点曲げ評価試料作成のためにダイサーによりシリコン基板を20×5mmの短冊状にカットした。切り出したシリコンの両面にAl薄膜をイオンビームスパッタリング法により4時間成膜した。得られたAl膜厚はおよそ1150nmであった。

Al膜付きシリコンとシリコン基板の荷重-変位曲線をFig.8に示す。

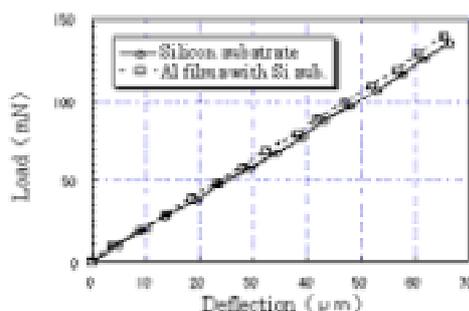


Fig.8 Load/deflection curves for Si substrate and Al films deposited on Si substrate.

各処理サンプルの3点曲げ実験に対する変位-荷重曲線の勾配をTable2に示す。

Table.2 Effect of low energy Ar ion irradiation on three point bending tests

Samples	Slope (mN/mm)
Silicon Substrate	2.124
Al films deposited on Si Sub.	2.223
Ar ion treatment Al films deposited on Si Sub.	2.247

Ar プラズマ照射サンプルは、未処理サンプルに比べて

変位-荷重曲線の勾配は増加し、面内方向の機械特性が向上していることがわかった。このことは、上記ナノインデントーションにおける硬度増加の結果と一致する傾向を示した。

4. 結 言

金属薄膜に対する低エネルギー Ar イオンプラズマ照射の影響について調べた。得られた結果を以下に示す。

(1) スパッタ薄膜成膜後、その薄膜表面に加速電圧 50 V、電流密度 0.1 mA/cm² の低エネルギー Ar イオンを 30 min 間照射することにより硬度の増加および面内方向の機械特性が増加することがわかった。

(2) 低エネルギー Ar イオン照射の効果を AFM・X 線回折および断面 TEM 観察により調査した。その結果、Al 膜表面の平滑性に与える影響は少ないが、その結晶性を変化させることがわかった。また、断面 TEM 観察の結果から、Ar イオン照射効果による Al 膜内部の微細構造への大きな違いは確認できなかったことから、その効果は表面近傍に限られたものと考えられる。

以上のことから、スパッタ薄膜への低エネルギー Ar プラズマ照射により、機械特性が向上することを示した。このことから、マイクロマシン等への応用が期待できる。また、条件を選定することによりさらなる機械特性の向上ならびに薄膜材料に応じた条件を選定することにより他の金属種においても応用できる可能性がある。

謝 辞

この研究は、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の補助により行われた。ここで、感謝の意を表す。また、X 線回折において有益なご助言を頂きました表面技術 G の三尾 淳氏に感謝いたします。

参考文献

- 1) 小林春洋：スパッタ薄膜，日刊工業新聞社 (1993)。
- 2) 高木俊宣：電子・イオン工学，電気学会 (1999)。
- 3) 権田俊一：電気学会誌，102-8, 679-680 (1982)。
- 4) 三宅正二郎，大田直樹，渡部修一，山本尚之：トライボロジスト，43-9, 804-811 (1998)。
- 5) 山田公：イオンビームによる薄膜設計，共立出版 (1991)。
- 6) 三宅潔，大橋健也，大橋鉄也，高橋宏昌，伊藤修，峰村哲郎：応用物理，64-6, 574-578 (1995)。
- 7) 北田正弘，鴨下源一：日本金属学会誌，37, 1284-1292 (1973)。
- 8) 橋本清司，坂根政男，大南正瑛，吉田敏弘：材料，43-489, 703-709 (1994)。

(原稿受付 平成 13 年 8 月 1 日)