

特集

薄膜の熱応力測定と制御

山寺秀哉

Measurement and Control of Thermal Stress in Thin Films

Hideya Yamadera

要 旨

近年、センサデバイスの小型・高感度化に伴って、センサをマイクロマシーニング技術によって薄型化・表面型化する動きが盛んである。ところが、これらのセンサでは、センサデバイスを構成している薄膜の熱応力が無視できなくなり、センサ特性に影響を及ぼす。そこで、センサを構成している薄膜の熱応力の影響を正しく評価するために、種々の基板材料・薄膜材料に適用可能で高分解能の応力を測定できる薄膜熱応力評価装置を設計・試作し、SiN膜、SiAlN膜の熱応力を評価す

ることにより、薄膜の熱応力測定とその制御法について検討した。その結果、SiN膜の機械物性値（熱応力、ヤング率、熱膨張係数）は、作製法によって異なる値を持つことがわかった。この原因は、膜組成の違いによると考えられる。さらに、反応性スパッタリング法によって作製したSiAlN膜では、膜組成の制御によって熱応力・熱膨張係数を制御できることが確認され、 $\text{Si}_{0.58}\text{Al}_{0.42}\text{N}$ 膜では、Si(100)の熱膨張係数と一致することがわかった。

Abstract

In recent years, with the advancement of smaller and more sensitive sensor devices, active developments of thin or surface type of sensors have been taken place using micromachining technology. In such type of sensors, thermal stress in the sensor films influences the properties of the sensors. In order to exactly estimate the influence of the thermal stress in the thin films on the sensor properties, we have designed and developed a thermal stress evaluation system which is applicable to various thin films on various substrates and capable of measuring thermal stress with a high resolution. We investigated the measurement and

control methods on the thermal stress by evaluating the thermal stress in SiN films and SiAlN films. As a result, the mechanical properties such as thermal stress, Young's modulus and thermal expansion in the SiN films were found different according to the preparation method of the films. It is considered that these differences were caused by the differences of the film composition. Moreover, it was found that the values of thermal stress and thermal expansion in the SiAlN films were controlled by the film composition. The value of thermal expansion in the $\text{Si}_{0.58}\text{Al}_{0.42}\text{N}$ film corresponded to that in Si(100).

キーワード

薄膜，センサ，熱応力，ヤング率，熱膨張係数，組成，シリコン，窒化珪素，スパッタリング，CVD

1. はじめに

近年，センサデバイスの小型・高感度化に伴って，センサをマイクロマシーニング技術によって薄型化・表面型化する動きが盛んである。ところが，これらの薄型化・表面型化されたセンサでは，センサデバイスを構成している薄膜の熱応力が無視できなくなり，センサ特性に様々な影響を及ぼす。1つは，センサ形成工程での薄膜形成や熱処理による熱応力の影響で，もう1つは，センサ完成後の温度環境による熱応力の影響である。具体的には，前者は，センサ形成での歩留まりやロット間ばらつき，後者は，センサの温度特性や温度ドリフト等に悪影響を及ぼす。

したがって，これらの薄膜の熱応力によるセンサ特性の変化を見積もるためには，まず，これらの熱応力値を正確に把握することが必要である。さらに，これらの熱応力値を考慮したセンサの設計をするとともに，制御された熱応力値を有する薄膜を使用してセンサデバイスを形成しなければならない。そのためには，センサを構成する薄膜の機械物性値・熱物性値である熱応力を正確に測定し制御する必要が生じてきている。

そこで，本論文では，2章で熱応力の測定方法，3章で熱応力の測定例としてのSiN膜，4章で熱応力の制御例としてのSiAlN膜を紹介することにより，薄膜の熱応力の測定と制御について検討した結果を述べる。

2. 熱応力の測定方法

2.1 薄膜熱応力評価装置の設計と試作

薄膜の熱応力を測定するためには，内部応力の温度に対する変化を測定しなければならない。この測定法としては，従来から，X線回折を用いて薄膜の結晶格子の歪から応力を測定する方法と薄膜が形成された基板の反りから応力を測定する方法が提案されている¹⁾。前者は，結晶質の薄膜でしか測定できないので，シリコンセンサで使用されるSiN膜，SiO₂膜や磁気センサで使用されるアモルファス合金膜のような非晶質の膜では測定不可能である。

そこで，本論文では，センサデバイスで用いら

れる種々の薄膜材料に適応でき，様々な温度に対して非接触で高感度な応力測定が可能なレーザにより光学的に基板の反り（曲率半径）を測定する方式を用いた。薄膜熱応力評価装置の設計の仕様をTable 1に示す。設計にあたっては，適応できる基板・薄膜の範囲が広く，かつ低応力の測定が可能になるように考慮した。

Table 1の仕様に基づいて試作した薄膜熱応力評価装置をFig. 1に，構成図をFig. 2に示す。装置は，

- (1) レーザー，スキャナー，レンズ等の光学部分
- (2) 試料支持台を兼ねたヒーター部分
- (3) 位置センサ等の信号検出部分
- (4) パソコン等のデータ処理部分

Table 1 Specifications of thin film thermal stress evaluation system.

Principle of measurement	Bending measurement of thin film on substrate by laser
Stress range	$\pm 1 \sim 1000\text{MPa}$ at substrate thickness : 0.5mm, Film thickness : $1\mu\text{m}$
Temperature range	20 ~ 500 in air
Substrate	Mirror polish substrate ($R_a < 10\text{nm}$) ex. Silicon wafer, glass
Substrate size	Circle shape : 4" ϕ , 3" ϕ , 2" ϕ Strip shape : 20 ~ 50mm $\times$ 2 ~ 5mm $\square$
Film	Continuous film except transparent film on transparent substrate

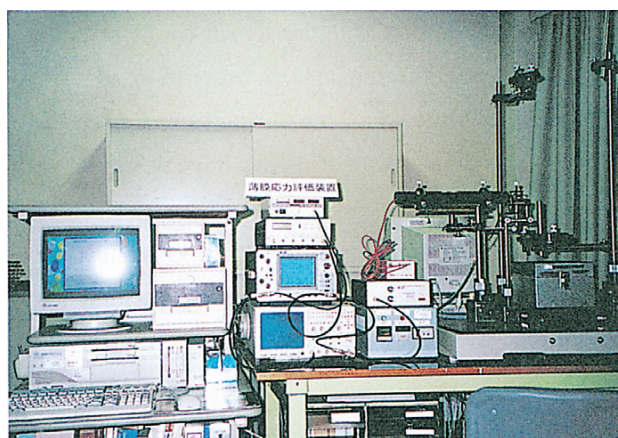


Fig. 1 Thin film thermal stress evaluation system.

に分けられる。(1)(2)(3)の部品は、すべて除振台の上に設置されていて、測定の際の外部からの振動の影響を排除している。また、(1)(3)の部品は、マグネットスタンド・クランプ・ロッドを介して除振台の上に設置され、(2)は、光学系と試料との微調整のために傾斜ステージ上に設置されていて、試料を一定温度に保持するために、レーザー光の入出射のスリットを除いては、断熱材で熱遮断されている。位置センサで検出された信号は、デジタルオシロスコープからGP-IB (General Purpose Interface Bus) を介してパソコンで計算され、数秒で任意の温度の内部応力を測定できるようになっている。

2.2 薄膜の内部応力・熱応力の測定原理

Fig. 3に、本装置を使用したときの内部応力の測定原理図を示す。まず、オブティカルフラットな基板を置いて、レーザー光が位置センサ上に点に収束するように光学系を調整する (Fig. 2(a))。次に、曲率半径：Rで反っている基板を置く (Fig. 2(b)) と、Fig. 2の光学系での位置センサの変位量：Dは、レンズの焦点距離：Lと基板上でのレーザーの走査長：Wから、

$$D = 2LW/R \quad (1)$$

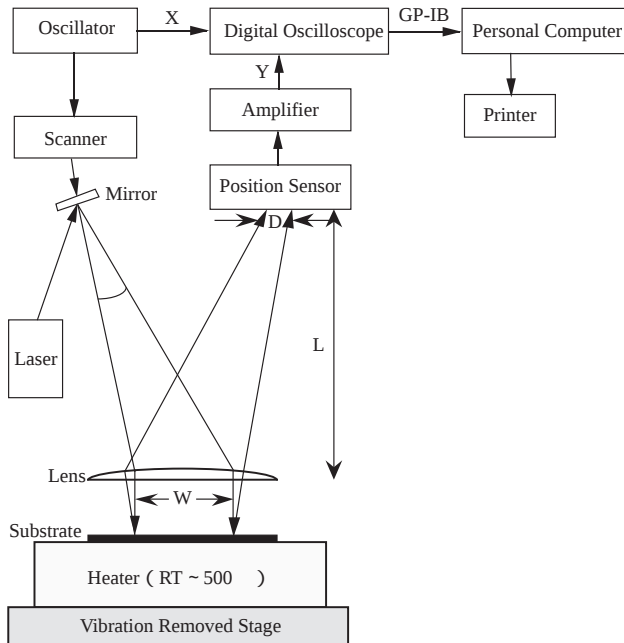


Fig. 2 Schematic diagram of thin film thermal stress evaluation system.

で表される²⁾。一方、薄膜の内部応力： σ は、Stoneyの式³⁾から、式(2)で表される。

$$\sigma = \frac{E_s t_s^2}{6(1 - \nu_s) R t_f}, \quad \sigma = \frac{E_s t_s^2}{3(1 - \nu_s) R t_f} \quad (2)$$

(円形基板の場合) (短冊基板の場合)

E_s : 基板のヤング率

ν_s : 基板のポアソン比

t_s : 基板の厚さ

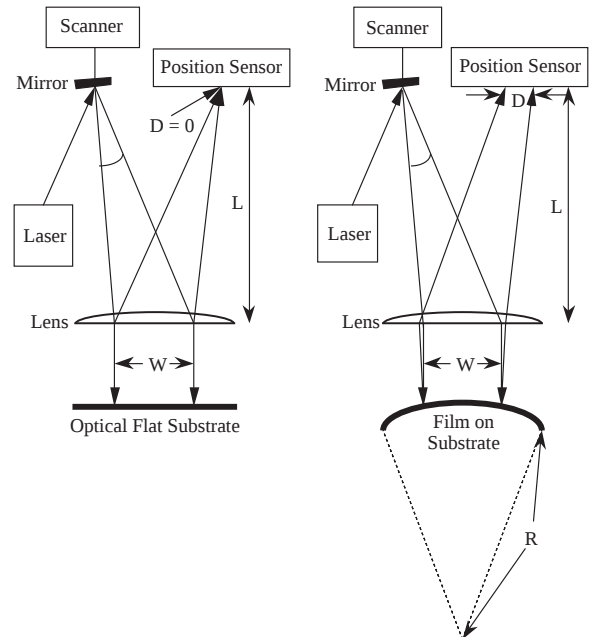
t_f : 薄膜の厚さ

基板のヤング率： E_s 、基板のポアソン比： ν_s 、基板の厚さ： t_s 、薄膜の厚さ： t_f 、は既知の定数であるので、基板の反りの曲率半径：Rに対応した位置センサの変位量：Dを測定すれば、式(1)(2)より、内部応力： σ が算出できる。式(1)(2)からわかるように、高感度に内部応力を測定するためには、L、Wを大きくすればよいが、Wは基板サイズによって決定されるので、本装置では市販品よりもLを長くして (L = 1m)、高分解能の応力測定が可能になっている。

次に、温度 T_1 に対する温度 T_2 での内部応力変化： $\Delta\sigma$ の値は、

$$\Delta\sigma = (\sigma(T_1) - \sigma(T_2)) \times (T_1 - T_2) \quad (3)$$

であるので、異なる温度での内部応力を式(2)か



(a) in case of optical flat substrate (b) in case of film on substrate

Fig. 3 Principle of bending measurement of substrate.

ら求めれば、式(3)から温度による内部応力変化を測定できる。一般に、実用上の値として式(3)の $\Delta\sigma$ を熱応力として定義する場合もあるが、本論文では、式(4)に示す薄膜材料の熱物性値である温度変化に対する内部応力変化： σ_T を、熱応力と定義した。

$$\sigma_T = \frac{\Delta\sigma}{\Delta T} = \frac{E_F(\alpha_F - \alpha_S)}{1 - \nu_F} \quad (4)$$

E_F ：薄膜のヤング率

ν_F ：薄膜のポアソン比

α_F ：薄膜の熱膨張係数

α_S ：基板の熱膨張係数

したがって、熱応力を求めるためには、式(3)から温度による内部応力の依存性を測定し、式(4)から熱応力： σ_T を算出すればよい。また、式(4)から、薄膜のヤング率： E_F 、薄膜のポアソン比： ν_F 、基板の熱膨張係数： α_S が既知ならば、本測定によって薄膜の熱膨張係数： α_F を算出することができる。

3．熱応力の測定例

本章では、2章の熱応力の測定法に基づいた薄膜の熱応力の測定例として、SiN膜の例を採り上げる。

Fig. 4に、スパッタリング法によりSi(100)上に形成したSiN膜の温度に対する内部応力の関係を示す。測定は2章の手順に従って実施し、28℃

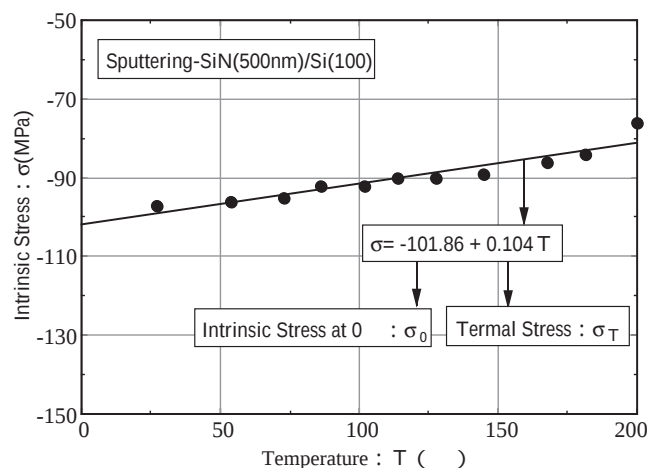


Fig. 4 Intrinsic stress dependence on temperature in SiN film by sputtering.

ら200℃の温度範囲で11点の内部応力を測定した。内部応力は温度上昇とともに引張応力側に上昇し、温度に対して線形的に近似できることがわかる。Fig. 4の特性を、直線近似して求めた温度： T と内部応力： σ の関係は、

$$\sigma = -101.86 + 0.104T \quad (5)$$

で表される。式(5)の第1項は温度0℃での内部応力： σ_0 、第2項は熱応力： σ_T に対応する。

また、バルジ法⁴⁾により測定されたSiN膜のヤング率： E_F 、ポアソン比： ν_F 、および28～200℃での平均のSi(100)の熱膨張係数： α_S ⁵⁾は、

$$E_F = 267 \text{ GPa}, \nu_F = 0.25, \alpha_S = 3.2 \times 10^{-6}$$

であるので、式(4)(5)よりSiN膜の28～200℃での平均の熱膨張係数は、

$$\alpha_F = 2.9 \times 10^{-6}$$

と算出できる。

次に、LPCVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) 法とプラズマCVD法により形成したSiN膜も同様の方法で熱応力： σ_T 、ヤング率： E_F を測定し、膜の熱膨張係数： α_F を算出した。これらの結果をまとめて、Table 2に示す。

Table 2の結果から、同じSi(100)上に形成されたSiN膜でも、作製法により機械物性値が異なることがわかる。この原因を明らかにするために、各種SiN膜の膜組成をXPS (X線光電子分光法) とSIMS (2次イオン質量分析法) により分析した。分析結果を、Table 3に示す。Table 3から、同じ

Table 2 Mechanical property constants of SiN films.

Preparation method	Thermal stress : σ_T (MPa/°C)	Young's modulus : E_F (GPa)	Thermal expansion : α_F ($\times 10^{-6}$)
Sputtering	0.104	267	2.9
LPCVD	0.252	300	2.5
Plasma CVD	0.115	240	2.8

Table 3 Composition of SiN films.

Preparation method	Film composition (at.%)			
	Si	N	O	H
Sputtering	49	50	1	0
LPCVD	39	53	0	8
Plasma CVD	44	42	1	13

SiN膜でも、作製法によりSiとNの組成比やOやHの不純物含有量が異なる。この組成の違いにより、SiN膜の熱物性値である熱応力： σ_T 、膜の熱膨張係数： α_F が異なったものと考えられる。

したがって、薄膜の熱応力測定では、デバイスで実際に使用する膜を実際のプロセス条件で形成して測定しなければ、正確な熱応力値は求まらない。

4. 熱応力の制御

本章では、薄膜の熱応力の制御例としてSiAlN膜を採り上げる。

SiAlN膜は、Fig. 5に示す手順で、反応性2元スパッタリング法により各種組成の膜を形成した。組成は、SiとAlのスパッタ電力の調整によって制御した。また、実際のプロセスを想定して450の熱処理を実施し、熱応力測定は熱処理前後に同一試料で実施した。測定条件は、3章のSiN膜と同様である。

Fig. 6に、熱処理前後のSiAlN膜の組成比：Al/Si + Alと熱応力： σ_T の関係を示す。膜組成は、XPS（X線光電子分光法）により求めた。次に、SiAlN膜のヤング率： E_F をバルジ法により測定し、式(4)からSiAlN膜の熱膨張係数： α_F を算出し

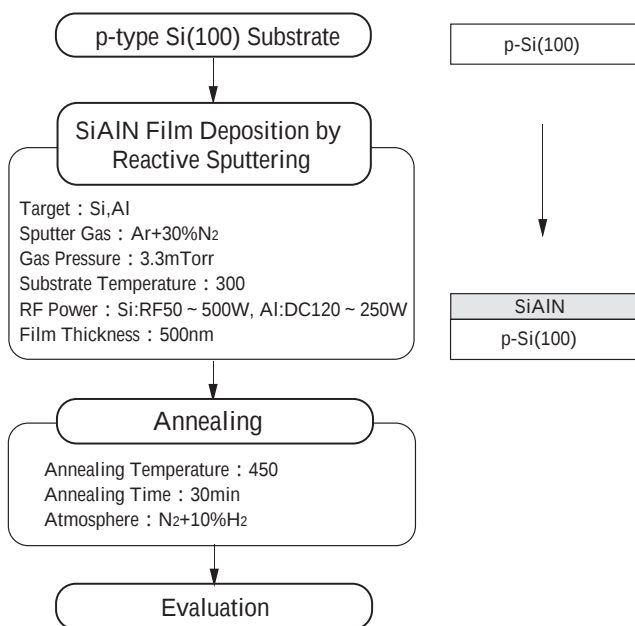


Fig. 5 Preparation method of SiAlN films.

た。これらの結果と膜組成との関係を、Fig. 7, Fig. 8に示す。なお、バルジ法による測定では、熱処理後に試料が破壊したために、熱処理前のデータのみを示した。Fig. 6, Fig. 7, Fig. 8から、以下のことがわかる。

(1) 熱処理前後に拘わらず、SiAlN膜の熱応力は、膜のAl濃度の増加に伴って引張応力から圧縮応力に変化し、熱応力が0となる点が存在する。また、この変化は、膜組成に対して直線的である。

(2) SiAlN膜の熱応力は、熱処理により引張応力側にシフトする。これにより、熱応力が0となる

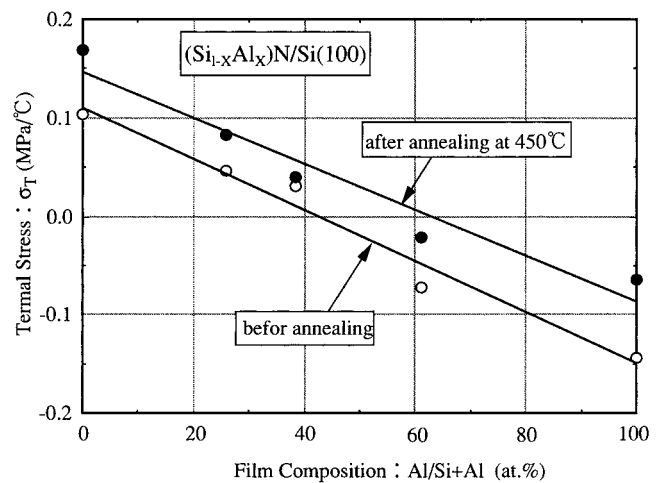


Fig. 6 Thermal stress dependence on film composition in SiAlN films.

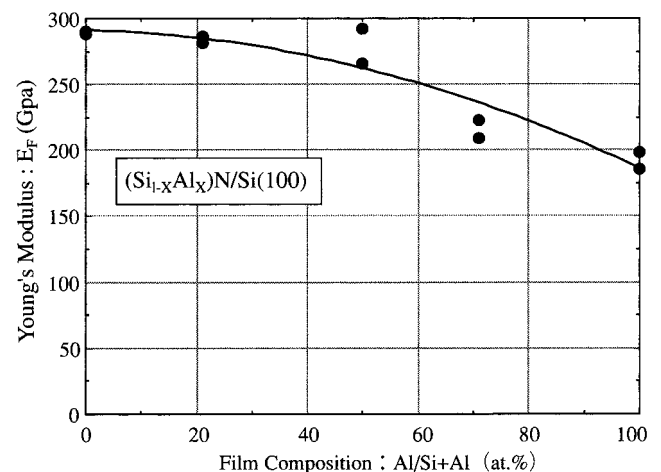


Fig. 7 Young's modulus dependence on film composition in SiAlN films.

膜組成は， $\text{Al/Si} + \text{Al} = 0.42$ から $\text{Al/Si} + \text{Al} = 0.63$ に変化する。

(3) SiAlN 膜のヤング率は，膜の Al 濃度の増加に伴って低下する。

(4) SiAlN 膜の熱膨張係数は，膜の Al 濃度の増加に伴って上昇する。また，膜組成が $\text{Al/Si} + \text{Al} = 0.42$ のときに， $\text{Si}(100)$ の熱膨張係数と一致する。

上記の結果から， SiAlN 膜の機械物性値・熱物性値は，組成に対して連続的に変化し，組成を制御してやれば機械物性値・熱物性値を制御できることがわかった。また，熱処理前では，膜組成が $\text{Si}_{0.58}\text{Al}_{0.42}\text{N}$ のときに $\text{Si}(100)$ の熱膨張係数と一致した。熱処理後に熱応力が引張応力側にシフトするのは，膜中の O 濃度が増加したためであることが，XPSによる組成分析からわかっている。

以上のことから，薄膜の熱物性値を制御するには，膜組成を制御することが有効であることが確認された。しかし，熱応力を制御するためには，3章の結果と同様に，実際のプロセス条件で形成した膜で組成を制御しなければ，正確な熱応力の制御はできない。

5. まとめ

センサを構成する薄膜の熱応力の影響を正しく評価するために，薄膜熱応力評価装置を試作し， SiN 膜， SiAlN 膜を評価することにより，薄膜の熱応力とその制御法について検討した。その結果

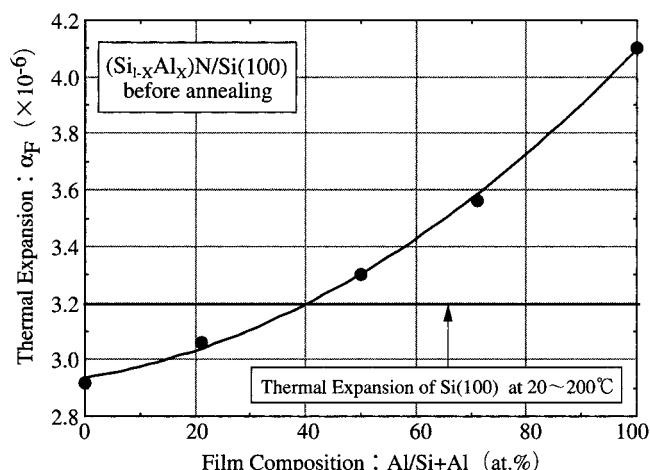


Fig. 8 Thermal expansion dependence on film composition in SiAlN films.

をまとめると，以下の通りである。

(1) 種々の基板材料・薄膜材料に適応可能で低応力を測定できる薄膜熱応力評価装置を設計・試作した。

(2) 各種作製法の SiN 膜の熱応力を評価し，異なる機械物性値を持つことがわかった。この原因は膜組成の違いによると考えられる。

(3) 各種組成の SiAlN 膜を作製し，組成の制御によって膜の熱応力・ヤング率・熱膨張係数を制御できることが確認された。また， $\text{Si}_{0.58}\text{Al}_{0.42}\text{N}$ 膜では， $\text{Si}(100)$ の熱膨張係数と一致した。

参考文献

- 1) 日本学術振興会131委員会編：薄膜ハンドブック，(1983)，333，オーム社
- 2) Flinn, P. A., Gardner, D. S. and Nix, W. D. : IEEE Trans. Electron Devices, ED-34(1987), 689
- 3) Hoffman, D. W. : Physics of Thin Films, 3(1966), 211, New York Academic
- 4) Tabata, O., Kawabata, K., Sugiyama, S. and Igarashi, I. : Sens. and Actuators, 20(1989), 135
- 5) Burkhardt, P. and Marvel, R. F. : J. Electrochem. Soc., 116(1969), 864

著者紹介



山寺秀哉 Hideya Yamadera

生年：1957年。

所属：機能デバイス研究室。

分野：センサ用薄膜材料・プロセスの研究。磁気センサデバイスの研究。

学会等：応用物理学会，日本応用磁気学会，電気学会会員。