金属蒸着膜の力学的性質*

高見沢計一**・馬場 茂**・金原 繁**

(昭和55年12月17日 受理)

Mechanical Properties of Evaporated Metal Films

Keiichi TAKAMISAWA, Shigeru BABA and Akira KINBARA

(Department of Applied Physics, Faculty of Engineering, University of Tokyo)

(Received December 17, 1980)

1. はじめに

薄膜の力学的性質については、これまで多くの実験がなされてきた。特に内部応力や付着力は、実用上の必要性もあって、多くの実験データがある。しかし応力の発生の原因や付着機構の解明は、充分になされているとは、言い難い。また基本的な力学的性質である弾性率や内部摩擦の研究は、少ない。

我々は、基板を片持ち梁とし、振動リード法の原理に基づく内部応力、ヤング率、内部摩擦の測定装置を製作した。ここでは、銀および銅蒸着膜の内部応力、ヤング率の測定を行ない、装置の動作を確かめまた他の実験データとの比較を行なった。

2. 測定法

i) 内部応力

基板を片持ち梁とする。蒸着膜の内部応力と基板のたわみとの関係は、Stoneyの式¹⁾

$$S = \frac{E_s d_s^3}{3(1-\nu_s) l^2} \delta \quad (1)$$

で与えられる。ここで S は、単位幅当りの曲げの力(内部応力: $\sigma = S/d_f$)で、 δ は片持ち梁の自由端の変位である。 E がヤング率、 ν がポアソン比、 d が厚さを示す。添字 s は基板を、 f は蒸着膜を示す。 l は基板の長さである。

Fig. 1は、測定装置のブロック図である。 δ は基板と電極Eとの間の静電容量の変化として検出している。電極Eは、マイクロメータにより上下に移動できるように

なっている。このマイクロメータにより測定のために、変位 δ と出力電圧との関係を較正している。なお実験には、ショットガラスを基板として用いているのであらかじめ基板の裏面に銀を電極として蒸着しておく。

ii) ヤング率

蒸着膜のヤング率は、基板に試料を蒸着する前の共振周波数 f と蒸着後の周波数 f' より次式を用いて求める¹⁾。

$$E_f = \frac{1}{3} \left(\frac{2\Delta f}{f} \frac{d_s}{d_f} + \frac{\rho_f}{\rho_s} \right) E_s \quad (2)$$

ただし、 $\Delta f = f' - f$ 、また $d_f \ll d_s$ であるものとする。

ρ は、密度であるが蒸着膜についてもバルク値を用いた。振動は、電極間に交流電圧を印加し、静電的に励起している。励起電圧は、シンセサイザーの出力を1/1000に分周して作っている。電極Eは、励起と変位の検出の双方を兼ねてゐる。

iii) 内部摩擦^{2), 3)}

梁の自由振動の減衰時間 τ より Q 値を求める。 Q は τ と次の関係にある。

Fig. 1 Block diagram of the apparatus for measuring mechanical properties of thin films.

*昭和55年11月13日 第21回真空に関する連合講演会で講演(13p-2)

**東京大学工学部物理工学科

Fig. 2 Thickness dependence of the internal stress of Ag film on schott glass: deposition rate $0.3\text{\AA}/\text{s}$, pressure $2.4 \times 10^{-4}\text{Pa}$ during deposition (background pressure $8.7 \times 10^{-5}\text{Pa}$).

$$Q^{-1} = \frac{1}{\pi f \tau} \quad (3)$$

ここで f は、共振周波数である。

3. 実験結果

Fig. 2, Fig. 3 は、それぞれ銀と銅の膜厚変化と変位 δ の関係を示したものである。

銀と銅は、純度 99.99% のものをモリブデン線のバスケットの抵抗加熱により蒸着した。基板は、原さ $50 \sim 60\mu\text{m}$ のショットガラスを用いている。真空系は、ディフュージョンポンプにより排気している。真空度は、 $8 \times 10^{-5}\text{Pa}$ である。

たわみ δ は、

$$\delta = \delta_I + \delta_T + \delta_P$$

の三つの項からなっていると考えられる。ここで δ_T は熱によるパイメタル効果の項であり、 δ_P は、蒸着原子の基板との衝突による運動量転移による項である^{4,5)}。残りの変位が蒸着膜に固有の内部応力によるものである。

i) パイメタル効果

基板裏面の電極と蒸着膜自身の熱膨張を考える。

$$\delta_T = \frac{3(1-\nu_s)l^2}{E_s d_s^3} \left\{ \frac{E_e d_e}{1-\nu_e} (\alpha_e - \alpha_s) (T_s - T_0) - \frac{E_f d_f}{1-\nu_f} (\alpha_f - \alpha_s) (T_s - \langle T_s \rangle) \right\}$$

第一項裏面がの電極の効果で、第二項が被測定蒸着膜による部分である。 α は、熱膨張係数で添字 e は、裏面の電極であることを示す。 T_s は蒸着膜厚が d_f の時の基板温度で T_0 は、蒸着開始時の基板温度である。

また $\langle T_s \rangle$ は、

Fig. 3 Thickness dependence of the internal stress of Cu film on schott glass: deposition rate $1.3\text{\AA}/\text{s}$, pressure $1.2 \times 10^{-4}\text{Pa}$ during deposition.

Fig. 4 Resonance curves of substrate before and after the deposition of Cu: a) before deposition, b) after deposition.

$$\langle T_s \rangle = \frac{1}{d_f} \int_0^{d_f} T_s(z) dz$$

で、蒸着開始から膜厚が d_f になるまでの平均基板温度である。温度上昇は、 $2 \sim 5^\circ\text{C}$ 程度であると考えられる⁶⁾。この程度の温度上昇であればパイメタル効果によるたわみは、膜厚が $1000\text{\AA}$ ぐらいでも $7 \sim 10\mu\text{m}$ 程度で曲線全体の形に与える影響は、小さい。

ii) 蒸着原子の運動量転移の効果

蒸着原子が基板に衝突することで、基板は、圧縮応力が働いたことに相当するたわみを生じる。原子は、蒸発源温度 T のマックスウエル分布をしているものと考えたと δ_P は、次のように与えられる。

$$\delta_P = -\frac{3}{2} \frac{(1-\nu_s)l^4 \rho_f d_f}{E_s d_s^3} \left(\frac{kT}{2\pi m} \right)^{1/2}$$

ここで d_f は、蒸着速度である。しかし、このたわみは、銀について概算してみると $200\text{\AA}$ 以下、銅についても $1000\text{\AA}$ 以下の小さな変位をもたらすだけなので無視してよい。

実験結果は、銀の場合も銅の場合も初め引張り応力が現われて、それが膜厚が大きくなってくると圧縮応力に変化している。Abermann^{7),8),9)}らの結果でも条件がやや異なるものの $200\sim 1000\text{\AA}$ の膜厚の所で圧縮応力を示している。そしてさらに膜厚が増加すると再び引張り応力を示すようになるというパターンをとっている。また彼らの結果によれば、初期の、膜厚にして $10\text{\AA}$ 以下ぐらいの範囲のところでは、非常に小さい値ではあるけれども、圧縮応力を示している。この点は、今回の我々の結果では、はっきりしたことは、いえない。しかし内部応力の膜厚に対する依存性の全体的なパターンは、Abermannらの結果と一致している。

Fig. 3 の銅の蒸着前後での共振周波数の変化の様子を Fig. 4 に示す。(b)は、銅を $870\text{\AA}$ 蒸着した時の共振曲線である。(a)、(b)の共振周波数の差から(2)式によりヤング率を求めると $E_{Cu} = 11.8 \times 10^{10} \text{Nm}^{-2}$ となる。銅のバルクでのヤング率が $12.3 \sim 12.9 \times 10^{10} \text{Nm}^{-2}$ であるから、やや低い値となっている。

4. おわりに

今回製作した薄膜の内部応力、ヤング率等の力学的性

質を *in situ* で測定するための装置は、基板のたわみによる $1\text{ }\mu\text{m}$ 程度の変位を検出できる感度と安定度を持っていることがわかった。銀や銅のような内部応力の小さな物質に対しても今回の実験で示されたようなデータが得られることから、他の様々な物質に対しても広く適用できるであろう。また振動リード法によるヤング率の測定も高精度で共振周波数を決定することで充分実用になることがわかった。

〔文 献〕

- 1) 金原 粲, 藤原英夫: 薄膜(裳華房, 昭和54年) p. 105
- 2) G. P. Weiss and D. O. Smith: Rev. Sci. Instrum. **34** (1963) 522
- 3) K. Uozumi, H. Honda and A. Kinbara: J. Appl. Phys., **49** (1) (1978) 249
- 4) K. Kinosita, Thin Solid Films **12** (1972) 17
- 5) R. Abermann, R. Kramer and J. Mäser: Thin Solid Films **52** (1978) 215
- 6) R. Abermann, H. P. Martinz and R. Kramer: Thin Solid Films **70** (1980) 127
- 7) R. Abermann and R. Koch: Thin Solid Films **62** (1979) 195
- 8) R. Abermann and R. Koch: Thin Solid Films **66** (1980) 217
- 9) R. Koch and R. Abermann: Proc. 8th Intern. Vac. Congr. **1** (1980) 34