

琉球大学学術リポジトリ

Ni蒸着膜における内部応力の入射角依存性

メタデータ	言語: 出版者: 琉球大学教育学部 公開日: 2007-10-25 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 新里, 祐宏 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/20.500.12000/2123

Ni 蒸着膜における内部応力の入射角依存性

新 里 祐 宏

Effects of Oblique-Incidence on Internal Stress in Evaporated Ni Films

Sukehiro SHINZATO*

(Received July 31, 1987)

Summary

The internal stress in vapour-deposited Ni films has been studied as a function of the incidence angle of the evaprant. The main findings are as follows:

1. The internal stress had a constant value for thickness between 0.1 and 0.6 μ m.
2. The total stress decreased with increasing the incidence angle and the decreasing rate of the total stress had the maximum value at the incidence angle of 45°.
3. The stress anisotropy increased with the increase of the incidence angle.
4. The total stress tended to decrease with increasing the deposition rate for all incidence angles.

1. 緒 言

真空中で形成された薄膜に内部応力が存在することは古くから知られている。この内部応力は膜の付着力に大きな影響を与えるためこれまでに多くの研究がなされてきた。¹⁾

一方、蒸着原子が基板に斜め方向から入ってくる場合、自己陰影効果²⁾によって電気的性質^{3),4)}、磁氣的性質、^{3),5)}光学的性質^{3),5)}に異方性を生ずることが報告されている。また、機械的性質の1つである内部応力に生ずる異方性についての報告^{6),7),8)}もあるが、それらは鉄やシリコン酸化物の蒸着膜に関するものでNi膜に関する報告はない。

そこで、本研究はNi蒸着膜の内部応力への入射角の効果を調べるためになされた。

2. 実験方法

2. 1 試料の作成

(1) 基板の準備

基板には厚さ0.14~0.17mmの角形カバーガラス(18×18)の平面度の良いものだけを用いた。蒸着した基板はその都度硝酸で溶かして何回も再利用した。まず、薄膜のついている基板を約30分硝酸液の中につけた後(うち5分は超音波洗浄)、十分に水洗いして、蒸留水の中で超音波洗浄を10分×2回行い、十分に乾燥させてからアセトンの中で超音波洗浄を10分×2回行った。膜厚測定に用いる厚さ1mmのスライドガラス(38×26)もセットする前にアセトンの中で超音波洗浄を10分×2回行った。

この洗浄されたスライドガラスの上にカバーガラスを載せて蒸着を行い、カバーガラスでマスクされ膜がつかない部分とマスクされずに膜が付いた部分の段差を多重千歩計で測定し膜厚とした。

(2) 蒸着条件

蒸着材料は純度99.9%のNiを用いた。蒸発源にはW線(ϕ 0.8)をNiの量により3本または4

* Tech. Educ., Coll. of Educ., Univ. of the Ryukyus

本綆ったものをコイル状に巻いたフィラメントを、十分に洗淨した後空焼きして使用した。

蒸着中の真空度は $3 \sim 6 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 、蒸着速度は $7 \sim 130 \text{ \AA/sec}$ であった。蒸着中の基板の温度はフィラメントに最も近い基板で $90 \sim 120^\circ\text{C}$ であった。

(3) 入射角と入身方向の定義と基板ホルダ

図1には入射角 (θ) と入身方向 (x) とそれに直角方向 (y) が定義されている。基板の1つの角を図のようにカットして、カットされた部分の長い辺に対して直角方向を x 方向、その x 方向に直角な方向を y 方向としている。

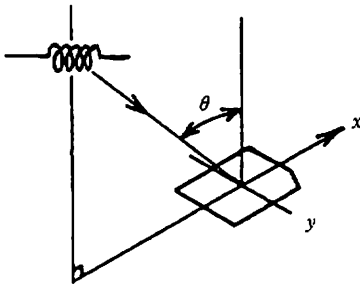


図1 入射角 (θ) と基板上の方向

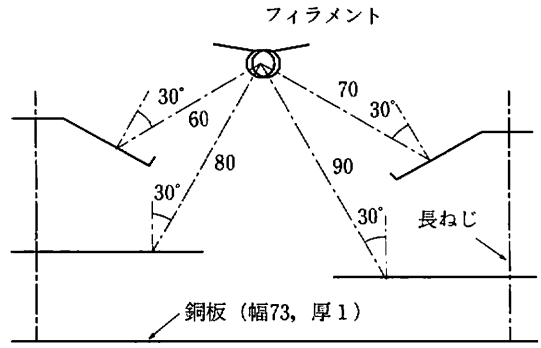


図2 基板ホルダ (30°)

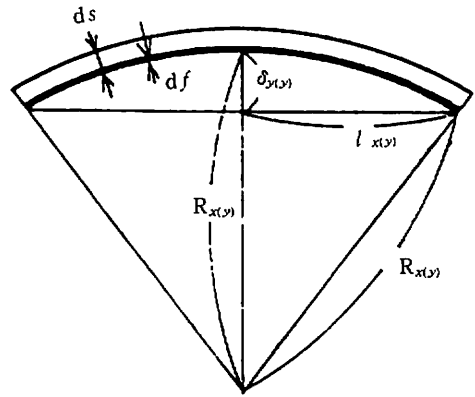


図3 基板のたわみ

また、入身角は $0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ に決め、基板からフィラメントまでの距離が 60, 70, 80, 90mm になるような基板ホルダを各入射角ごとに製作し、1回の蒸着で4通りの膜厚の試料が得られるようにした。図2に 30° の場合のホルダを示す。

2.2 内部応力の測定法

内部応力をもった膜が十分に薄い基板上に付着されると、基板は測定可能な程度にたわむので、内部応力の測定にはこのたわみを利用する方法⁹⁾が広く使われている。この場合一般に Stony の式¹⁰⁾が用いられるが、ここでは内部応力に異方性があるので Finegan と Hoffman による改良式⁷⁾を用いた。

基板の x 方向と y 方向の内部応力をそれぞれ σ_x, σ_y として別々に求める。

図3は膜の付着によって基板がたわんだ状態を示しているが、各記号は、

- E_s : 基板のヤング率 ($7.13 \times 10^{10} \text{Pa}$)¹¹⁾
- ν : 基板のポアソン比 (0.22)¹¹⁾
- d_s : 基板の厚さ
- $\delta_{x(y)}$: x (y) 方向の基板中央部のたわみ量
- d_f : 蒸着膜の厚さ
- $l_{x(y)}$: x (y) 方向の基板中央部までの距離
- $R_{x(y)}$: x (y) 方向の曲率半径

を示す。たわみ量から内部応力を求めるときは、

$$\sigma_x = \frac{E_s \cdot d_s^2}{3(1-\nu^2)d_f} \left(\frac{\delta_x}{l_x^2} + \nu \frac{\delta_y}{l_y^2} \right) \quad \text{--- (1)}$$

$$\sigma_y = \frac{E_s \cdot d_s^2}{3(1-\nu^2)d_f} \left(\frac{\delta_y}{l_y^2} + \nu \frac{\delta_x}{l_x^2} \right) \quad \text{--- (2)}$$

の式から計算される。また、

$$\delta_{x(y)} = l_{x(y)} / 2R_{x(y)}$$

から、曲率半径から内部応力を求めるときは

$$\sigma_x = \frac{E_s \cdot d_s^2}{6(1-\nu^2)d_f} \left(\frac{1}{R_x} + \nu \frac{1}{R_y} \right) \quad \text{--- (3)}$$

$$\sigma_y = \frac{E_s \cdot d_s^2}{6(1-\nu^2)d_f} \left(\frac{1}{R_y} + \nu \frac{1}{R_x} \right) \quad \text{--- (4)}$$

の式を用いばよい。蒸着前の基板が完全な平

面ではなくいくらかの初期たわみを持っていることが多く、しかも、たわみ曲線が1つの曲率をもっているとはかぎらないため、(1)と(3)、(2)と(4)の計算結果に大きな差が生ずることがある。ここでは両者の差が±10%以内のものを内部応力のデータとして採用した。

たわみの測定には触針式の粗さ計を用いた。針圧の影響を除去するため蒸着前後のたわみ量の差を、内部応力によって生じたたわみ量とした。蒸着前後のたわみ曲線の例を図4に示す。

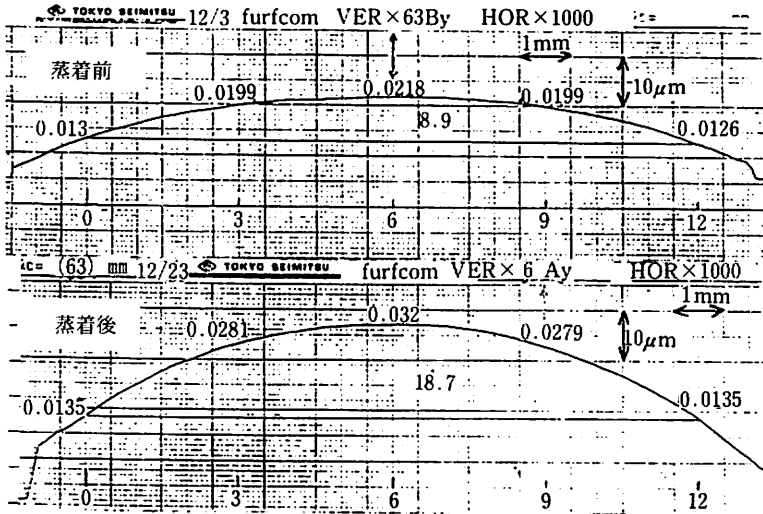


図4 蒸着前と蒸着後のたわみ曲線

3. 結果及び考察

内部応力は、薄膜と基板の熱膨張の差に起因する熱応力と薄膜の形成過程に関係している真応力との和であるが、本研究における蒸着中の基板温度の上昇は90~120°Cで、全試料の平均の熱応力は10⁷(Pa)のオーダーなので測定された内部応力は真応力と考える。

図5に入射角 $\theta = 60^\circ$ のときの膜厚と全応力(内部応力×膜厚)の関係を示す。膜厚と共に全応力も直線的に増加しており、内部応力が膜厚に対して一定であることを示している。 $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ$ の場合も同様の結果が得られた。

一方 x 方向の内部応力と y 方向の内部応力に差 ($\sigma_y > \sigma_x$) があることがわかる。すなわち

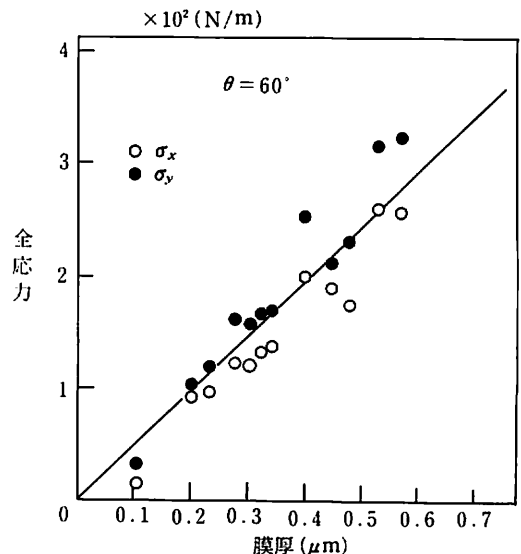


図5 膜厚と全応力の関係

異方性が存在することを示している。同様の傾向が30°, 45°の場合にも見られた。

図6は、図5にその1例が示されている膜厚と全応力の関係図から、膜厚をパラメータとして入射角と全応力の関係に変換したものである。いずれの膜厚においても入射角と共に全応力は減少している。内部応力の発生に最大に与するのは、薄膜が島状構造から連続膜に変えるときに生ずる結晶粒界である。入射角の増大に伴って自己陰影効果も増し、島の密度が減少してポーラスな膜が形成されるためである。

一方、入射角が45°の附近で全応力の減少率が最大になることは興味深い。この現象を解明するため、電子顕微鏡を使って膜の微細構造を観察する予定である。

図7は入射角と内部応力の異方性の関係を示している。入射角と共に異方性は増大する。ここで異方性は

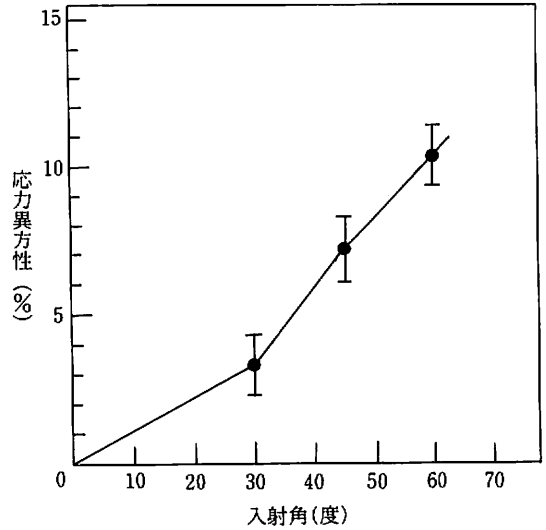


図7 入射角と内部応力の異方性の関係

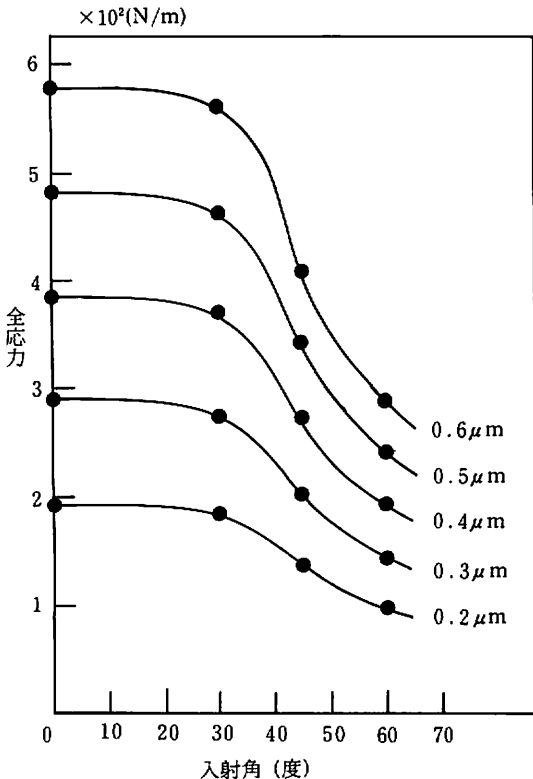


図6 入射角と全応力の関係

$$\frac{\sigma_x - \sigma_y}{\sigma_x} (\%)$$

で定義されている。

図8は膜厚をパラメータとして蒸着速度と全応力の関係を示している。測定値が少ないため厳密にそれらの関係を知ることはできないが、蒸着速度が増すと全応力は減少する傾向にあると考えられる。他の入射角についても同様の結果が得られている。

以上の結果をもとに、斜めから蒸発原子が入射する場合の膜形成過程と内部応力の関係を示すモデルを提示したい。斜めから蒸発原子が入射すると自己陰影効果によってx方向への連続膜が形成される度合が減少し、その結果内部応力に異方性が発生する。入射角の増加に伴い影が伸びx方向の島の数が減少するため段階で、島の原子や島そのものが動きやすい状態になるときに次の蒸発原子が到達するので島の少ない膜となるので、その分結晶粒界が減少して内部応力は小さくなる。これは Finegan と Hoffman の考え⁶⁾を裏付けるものである。

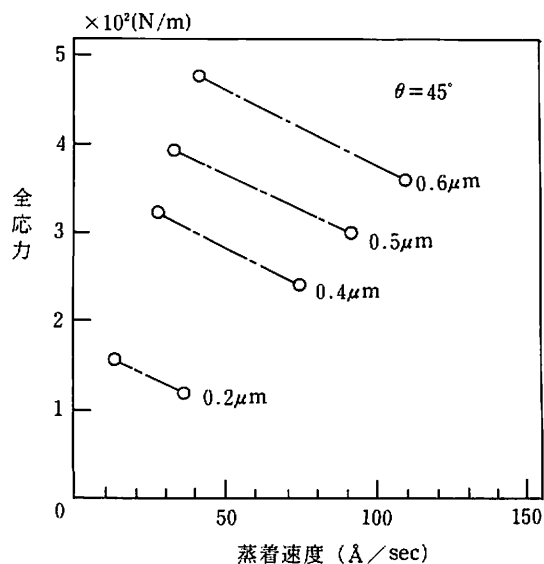


図8 蒸着速度と全応力の関係

4. 結 び

Ni 蒸着膜の内部応力の膜厚依存性と入射角依存性について実験し、以下の結果を得た。

- 1) いずれの入射角 ($0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$) においても全応力は膜厚と共に直線的に増加し、内部応力は膜厚に対して一定である。
- 2) 全応力は入射角が大きくなるにつれて減少し、 45° 附近でその減少率が最大となる。
- 3) 異方性は入射角と共に増大する。

4) 蒸着速度が増すと全応力は減少する傾向にある。

謝 辞

本研究を進めるにあたって、実験を進めてくれた、当時琉大技術科学生岡俊晴氏および片平喜代三氏に感謝します。

参考文献

- 1) 例えば R.W.hoffman, F.J.Anders and E.C.Critten-der: J.Appl.Phys., 24(1953)231
- 2) D.O.Smith, M.S.Cohen and G.P.Weiss: J.Appl. Phys., 31(1960)1755
- 3) D.O.Smith, M.S.Cohen and G.P.Weiss: J.Appl.Phys., 31(1960)293s
- 4) K.Kuwahara and H.Hirota: Japan J.Appl.Phys., 13(1974)1093
- 5) M.S.Cohen: J.Appl.Phys., 32(1961)87s
- 6) J.D.Finegan and R.W.Hoffman: J.Appl.Phys., 30(1959)597
- 7) J.D.Finegan and R.W.Hoffman: 8th Nath.Symp. on Vacuum Technology Trans., Pergamon Press, New York, (1961)935
- 8) J.Priest, H.L.Casmell and Y.Budo: J.Appl.Phys., 34(1963)347
- 9) D.S.Canpbell: Mechanical Property of Thin Films, Handbook of Thin Film Technology, chap.12, McGRAW
- 10) G.G.Stoney: Proc.Roy.Soc., A82(1909)172
- 11) 東京天文台編：理科年表（昭和57年度版）