

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 20 日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2013

課題番号：24656139

研究課題名(和文) マイクロビームセンサを用いた薄膜の面方向熱伝導率の測定法

研究課題名(英文) Measurement of In-plane Thermal Conductivity of Thin Films Using a Micro-beam Sensor

研究代表者

高松 洋 (Takamatsu, Hiroshi)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：20179550

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、電子デバイスに用いられる薄膜の面方向熱伝導率を比較的簡便に測定する方法の開発を目的としたものである。この方法では、マイクロビームセンサと名付けた長さ約10ミクロン、厚さ約40nmの白金製の梁型薄帯センサを真空中で加熱して温度上昇を測定した後、センサ上面に試料薄膜を蒸着して再度加熱後の温度上昇を測定する。そして、センサの温度上昇の差から試料薄膜の面方向熱伝導率を算出する。本研究では、厚さ20nmの金蒸着膜を試料とした測定を行い、その熱伝導率がバルクの値の30%程度であること、そして、その熱伝導率が140℃での熱処理により7%増大することを明らかにして、本測定が可能であることを示した。

研究成果の概要(英文)：The objective of the present study was to develop a new method for measuring in-plane thermal conductivity of thin films that are commonly used in the electronic devices. In the proposed method, the temperature of an electrically heated micro-beam-type sensor, a 10 micron long free-standing platinum sensor 40 nm in thickness, is measured in a vacuum chamber. The in-plane thermal conductivity is evaluated from the difference in the temperature rise of the sensor between before and after deposition of a sample film on the top of the sensor. The present study demonstrated the feasibility of the method by measuring a 20 nm thick gold film fabricated by PVD as a sample. The measured thermal conductivity was approximately 30% of the literature value of bulk gold and increased by 7% after annealing at 140℃ for 2 hr.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・熱工学

キーワード：熱物性 測定法 薄膜 面方向熱伝導率 センサ MEMS 電子デバイス

1. 研究開始当初の背景

エレクトロニクスデバイスや記録媒体は多層の薄膜構造を有している。これらデバイスの小型化、高集積化に伴う局所的な温度上昇を制御するには、発熱と熱放散を正確に予測した最適な熱設計が必要である。そのためには基板のみならず薄膜の熱伝導率のデータが必要である。薄膜は、その厚さが薄くなるほど結晶粒の大きさが体積(厚さ)に対して無視できなくなり、表面や結晶界面の影響が顕著に表れるようになるため、バルク材料とは電気的、熱的特性が異なることが知られている。したがって、熱伝導率は膜厚や成膜方法に依存するだけでなく、膜厚方向と面方向でも異なる場合がある。

膜厚方向の熱輸送性質の測定には、主としてサーモフレクタンズ法や³法が用いられる。これに対して、面方向の熱輸送性質測定にはMEMS構造のヒータ・センサを用いた方法が考案されている。これらの方法では、測定試料薄膜を有する薄膜構造にヒータや温度センサを形成する。したがって、サンプルの作製が複雑であるに加え、その構造、寸法を精確に知った上で三次元熱伝導解析を行う必要がある。上述のとおり、薄膜の熱伝導率は成膜条件や厚さに依存するため、実機と同じ条件で作製された薄膜を手軽に測定できる方法の開発が望まれる。

2. 研究の目的

本研究は、薄膜の面方向熱伝導率を測定する新しい方法を提案し実証することを目的とする。この方法では、シリコン基板に設けた溝の上に薄膜が架橋した梁型構造のセンサを用いる。本研究の方法が従来の方法と全く異なるのは、センサに所望の薄膜を蒸着して測定する点である。しかも、定常状態で、極めて直接的な方法で熱伝導率が求められる。したがって、予め作製しておいたセンサに成膜するだけで熱伝導率の測定が可能のため、特殊なノウハウを有する研究機関でテーラードでしか行えなかった薄膜の熱伝導率測定が、オンサイトで行えるようになると期待される。

3. 研究の方法

本研究では図1に示すマイクロビームセンサを用いる。これは、架橋構造になっている長さ10 μm程度のビーム型の白金薄帯である。このセンサを真空中で通電加熱すると温度

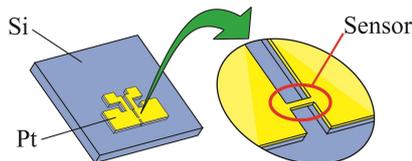


図1 マイクロビームセンサ

が上昇するが、熱容量の大きいシリコン基板に接している部分は初期温度に保たれ、センサ内に定常温度分布が形成される。センサ内の温度分布は面方向の定常熱伝導方程式によって求めることができ、得られた結果から無次元の温度上昇

$$\Theta = \frac{T - T_i}{(\dot{q}_v L^2 / \lambda)} \quad (1)$$

が決定できる。ここに、 T はセンサの平均温度、 T_i は発熱していない時のセンサの温度、 \dot{q}_v は発熱密度、 L はセンサ長さ、 λ はセンサの熱伝導率である。したがって、センサの温度上昇から λ を決定することができる。なお、一樣断面のセンサでは一次元熱伝導方程式より $\Theta = 1/12 = 0.0833$ となる。

実際に、センサを真空中で加熱してその電気抵抗 R を測定すると、センサの発熱量 Q に対して線形の関係

$$R = R_i + \varepsilon_R Q \quad (2)$$

が得られる。ここに、 R_i は加熱していない場合、すなわちセンサ基板の温度における電気抵抗である。この R_i を異なる基板温度に対して求めると以下の温度と抵抗の関係が得られる。

$$R = R_0(1 + \beta T) \quad (3)$$

ここに、 R_0 は 0°C における電気抵抗、 β は温度係数である。式(1)、(2)および(3)から熱伝導率は以下の式で求められる。

$$\lambda = \frac{R_0 \beta L}{\varepsilon_R W D} \Theta \quad (4)$$

ここに、 W はセンサ幅、 D はセンサ厚さである。

電気的・熱的特性を求めたセンサに薄膜試料を蒸着した後、通電加熱を行うと、温度上昇は新たに形成された薄膜の熱コンダクタンスに依存してセンサのみの場合より低下する。薄膜が形成された二層のセンサの有効熱伝導率 λ_{eff} を上記の手順で求めると、次式より薄膜の熱伝導率 λ_f の算出ができる。

$$\lambda_{eff} = \frac{D_s \lambda_s + D_f \lambda_f}{D_s + D_f} \quad (5)$$

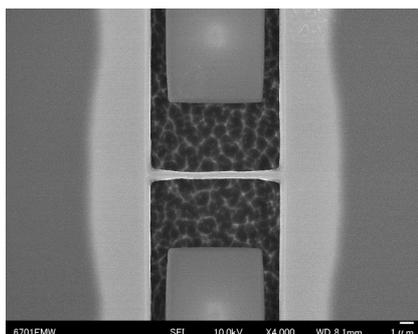
ここに、添字 s と f はそれぞれセンサと薄膜を表す。

センサは、シリコン基板上に作製した白金薄膜パターンをリフトオフした後に溝部を形成して作製した。その後、 220°C で30時間のアニール(熱処理)を行った。図2(a)にセンサのSEM観察写真、表1にSEM、触針式表面形状測定器および共焦点レーザー顕微鏡を用いて計測したセンサ寸法を示す。センサの両端には架橋構造を作製する際に生じたアンダーエッチングのため、白金薄膜が基板から突出したオーバーハングが形成された。この部分を考慮した二次元定常熱伝導数値解によると $\Theta = 0.119$ であった。

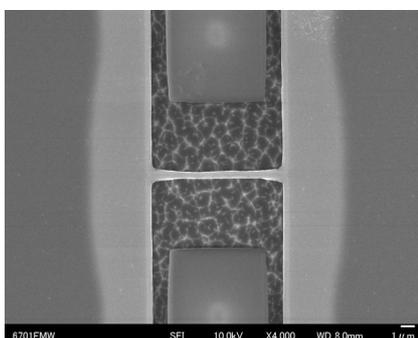
実験は真空中に保ったクライオスタット内で

表 1 センサの諸元

| Length L (μm) | Width W (μm) | Thickness D (nm) | Overhang (μm) | Trench Depth (μm) |
|---------------------------------|--------------------------------|-----------------------|-------------------------------|--------------------------------------|
| 9.2 | 0.58 | 40 | 3.9 | 6.9 |



(a) センサ



(b) 金薄膜蒸着後のセンサ

図 2 センサの SEM 写真

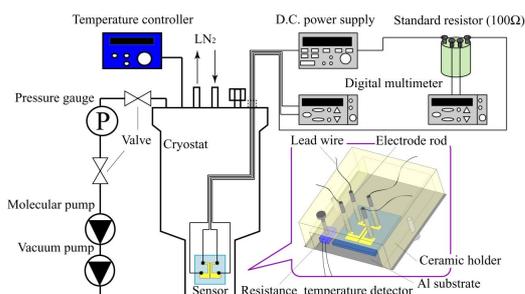


図 3 実験装置

行った(図 3). センサ基板の温度をセンサ近傍に取り付けた測温抵抗体で測定するとともに温度コントローラによって所望の温度に保った. そして, 直流電源によりセンサを加熱し, 四端子法で測定した電圧降下と電流の測定値より抵抗を算出した. なお, センサ部分での電圧降下は, 電気伝導解析で得られたセンサ根元と電極ロッド間の電圧降下を測定値から差し引いて求めた.

センサの寸法 R_0 , β および λ_s を求めた後, 金薄膜を PVD によりセンサ上面に厚さ 20 nm 蒸着して測定を行った(図 2(b)).

4. 研究成果

図 4 にセンサのみの場合および金薄膜を蒸着した後のセンサの電気抵抗と加熱量の関係を基板温度 20°C の場合について示す. いずれの場合も電気抵抗は式(2)に示すように加熱量 Q とともに直線的に増加した. 近似式を $Q = 0$ に外挿して得られた値と温度の関係を図 5 に示す. 20°C での白金センサの導電率は $4.1 \times 10^6 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ でありバルクの値の約 40%, 温度係数もバルクの 40%程度であった. 金薄膜を蒸着すると電気抵抗は約 65%低下した.

図 6 に白金センサ, 金蒸着後のセンサ, および金薄膜の熱伝導率を温度に対して示す. 金薄膜を蒸着した状態の有効熱伝導率はセンサのみの場合に比べて 70%程度増加した. したがって, 式(5)から求めた金薄膜のみの熱伝導率は白金センサの約 3 倍になった. なお, 白金センサの熱伝導率はバルクの約 50%であった.

図 7 は金薄膜の熱伝導率の測定値を既往の測定値と比較したものである. Kato らの測定値はサーモフレクタンス法を用いて厚さ 100 nm の金薄膜の膜厚方向の熱伝導率を測定した結果, Cao らの測定値は, 厚さ 20 nm 程度の金薄膜センサの面方向熱伝導率を本研究のセンサ熱伝導率測定と同様な方法で測定した結果である. なお, Cao らの試料は 140°C , 2 時間のアニール処理を行ったもので

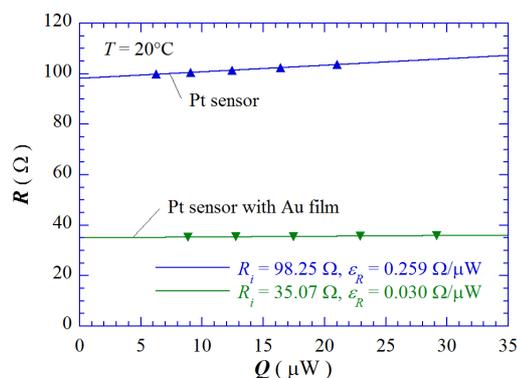


図 4 電気抵抗と加熱量の関係

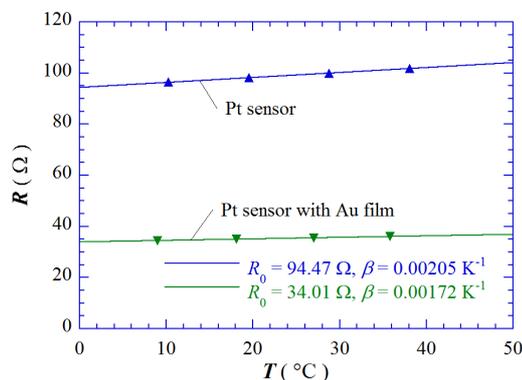


図 5 電気抵抗と温度の関係

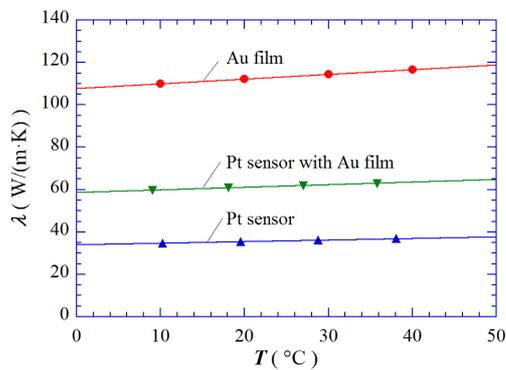


図 6 熱伝導率の測定結果

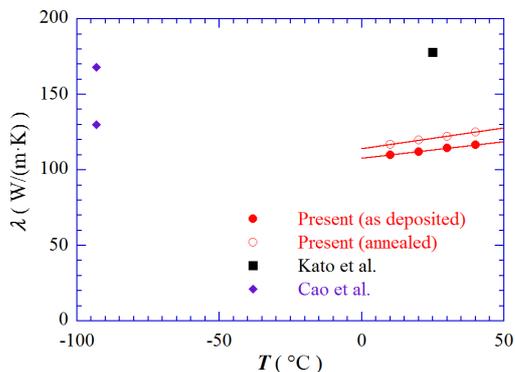


図 7 金薄膜の熱伝導率の測定結果と既往のデータの比較

ある。実験結果には、蒸着しただけの状態に加え、Cao らと同じ条件でアニールした後の状態の結果も示している。本実験では、アニール処理により熱伝導率が約 7%大きくなった。しかし、それでも熱伝導率はバルクの 40%程度であった。また、バルクの熱伝導率は温度の低下とともに大きくなるのに対し、薄膜の測定結果は逆であった。また、Kato らの測定値より 32%小さく、温度範囲が 100 K 以上異なるものの、Cao らの結果より 10~30%程度小さかった。Kato らの試料は、膜厚が本研究の約 5 倍であり、かつ膜厚方向の測定値であることが差の一因であると考えられ

る。一方、Cao らの測定では、電極内の電圧降下の影響を無視していることが本測定結果との差の一因と考えられる。

Cao ら自身の二つの測定値には、同様のプロセスで作製したものを試料としたにもかかわらず 30%程度の差がある。これは、成膜条件のわずかな差で熱伝導率が大きく異なる可能性があることを示しており、バルク状態とは異なり薄膜の熱伝導率のデータベース化が困難なことを示唆している。したがって、薄膜の場合には、成膜条件ごとに熱伝導率をその場で測定することが望まれる。本研究の方法では、これまでに行われてきた薄膜の測定とは異なり、センサに試料を蒸着すれば容易に熱伝導率が測定できる。したがって、ベンチサイドで手軽に測定できる新しい方法の開発につながると期待される。

5. 主な発表論文等

[学会発表](計 2 件)

西村和洋, 福永鷹信, 藏田耕作, 高松洋, マイクロビームセンサを用いた薄膜の面方向熱伝導率測定, 第 51 回日本伝熱シンポジウム, 2014 年 5 月 22 日, 浜松。

別府充心, 福永鷹信, 藏田耕作, 高松洋, マイクロビームセンサを用いた薄膜の面方向熱伝導率の測定法, 日本機械学会熱工学コンファレンス 2012, 2012 年 11 月 17 日, 熊本。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

高松 洋 (TAKAMATSU, Hiroshi)
九州大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号: 20179550

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

福永 鷹信 (FUKUNAGA, Takanobu)
九州大学・大学院工学研究院・技術職員
研究者番号: 60591196