

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 18 日現在

機関番号：13903

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25820007

研究課題名(和文)結晶粒構造に起因する界面強度局所変動の定量評価

研究課題名(英文)Evaluation for distribution of interface strength induced by grain structure

研究代表者

宍戸 信之 (SHISHIDO, Nobuyuki)

名古屋工業大学・工学(系)研究科(研究院)・研究員

研究者番号：00570235

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：半導体デバイスのような微小な積層構造物の機械的信頼性を確保するため、微小な領域での積層界面強度を局所的に直接評価し、その強度を左右する因子の特定を試みた。半導体配線構造でよく用いられるCu/SiN界面構造において単結晶銅試料では均一な界面強度であったが多結晶銅では強度が大きくばらついたことから、銅の複雑に分布する結晶粒構造が局所強度変動の一因であることを見出した。また、強度と密接に関わる銅の塑性変形についても、その場結晶方位観察をおこなうことで、界面剥離時に結晶粒構造に応じた局所的な変形が生じていることを確認した。

研究成果の概要(英文)：Copper interconnect systems of semiconductor devices has a risk of mechanical fracture along with the trend of further integration and miniaturization, because of many weak interfaces stacked to compose multilayered copper/dielectric systems. In order to improve mechanical reliability of the semiconductor products, those interface strengths were evaluated. In the case of polycrystalline copper structure, the evaluated strength of copper/SiN interface distributed with larger scatter than single crystalline copper structure. This result suggests that the microstructure of copper plays an important role on local interface strength. In addition, in-situ crystal orientation observation during the fracture test was performed. The obtained result demonstrated that the interface fracture accompanied the local plastic deformation of copper near the Cu/SiN interface depending on the microstructure.

研究分野：材料力学

キーワード：界面強度 微視組織 塑性変形

1. 研究開始当初の背景

半導体デバイスの更なる高性能化・高機能化を実現する内部構造の微細化・高密度化は、その機械的信頼性を著しく低下させ、製造プロセスでの機械的な破壊が深刻な問題となっている。なかでも配線金属/保護層界面の付着強度は弱いとされ、四点曲げ法(例えば文献1)やインデンテーション法(文献2)などで定量評価されるものの、得られた強度情報に基づく設計であっても予期せず界面での剥離を起点とするデバイスの破壊が生じた例もある。このように設計と現実とで乖離が生じる背景には、製造プロセスおよび形状に対して配線材料の物性が敏感であるために、デバイス内部の界面強度が局所的に変動している可能性があると考えられる。前述の四点曲げ法はミリメートルサイズのマクロな試験片を扱うために、空間的に均質化された強度を得るのみであり、同一界面上での局所的な強度変動の検出は不可能である。また、インデンテーション法はマイクロメートルサイズの領域で界面を剥離させるが、目的とする界面だけでなくその薄膜自身も同時に破壊するため、得られたデータから界面強度のみの情報を抽出することは困難である。以上のような既存の評価法では、微小な構造体の局所的な界面強度を定量的に評価できていたとは言い難い。

そこで研究代表者らは、走査電子顕微鏡(SEM)内で剥離試験を行うことにより、サブミクロンスケールの局所界面強度の定量評価可能なシステムを構築し、配線構造体に適用した。当初は配線形状に依存したプロセスパラメータの変動等による強度変化を危惧していたが、ここでは予想に反して配線上の位置の影響は見られなかった。一方、試験片個々の界面強度は大きくばらつき、最弱部では平均値の半分以下という予想を超えた脆弱箇所が存在が明らかになった。これは従前のマクロスケール評価では検出困難な、局所的な強度変化の存在を定量的に示す機械工学上重要な実験事実である。また、局所強度が配線上で位置に依らず不規則に変化していたことから、配線銅の結晶粒分布が強度に直接的に関与していることが推察できる。

以上のように、同一界面においても局所強度変動が確認されたが、この直接的な因果関係は明らかでない。一方、ここで得られた界面強度は界面き裂の進展に要する前エネルギーに相当し、これには界面を構成する材料間の結合エネルギーと材料の塑性変形による散逸エネルギーとが含まれると考えられる。特に後者のエネルギーは、いまだ謎の多いナノスケール特有の塑性変形挙動と密接に関連する。微小構造体の変形挙動については、その評価分析を実現する装置と手法の開発を皮切りに、この10年ほどで精力的に研究が行われてきた。微細化された構造体では、転位の運動が明確に局所化・離散化されることで、比較的マクロな塑性変形挙動であって

も統計的に揺らぎ(例えば文献3)さらには転位の振舞が粒界や自由表面の存在に極度に敏感になる(例えば文献4)。バルク材とは異なる、このように複雑で不安定な塑性変形挙動を正しく把握することは、前述のエネルギー散逸を含むような界面強度の定量評価には不可欠である。

2. 研究の目的

本研究では、金属結晶粒構造と付着強度の相関性について実験計測による評価を行い、局所強度変動の鍵となる諸量を探索する。特に、界面強度に関わる界面結合エネルギーと塑性散逸エネルギーとを実験的な手法で分離・定量化し、配線構造に内在する界面強度の統計的な分布を明らかにする。本研究で用いる評価手法は、現時点で配線強度の脆弱箇所にサブミクロンスケールで直接アクセスできる可能性をもった唯一の方法論である。これを用いることで結晶粒および粒界の組合せによって生じる脆弱部の定量的強度情報を抽出することが可能となり、半導体デバイスの破壊リスクを定量化する設計手法に結びつけることが期待できる。また、界面の機械的強度のウィークポイントの存在を明確にし、十分な空間分解能を有する強度マッピングが可能となれば、広義のマイクロシステム開発分野の発展に大きく寄与できるものと考えられる。

3. 研究の方法

(1) 評価試料

チョクラルスキー法により得られた銅単結晶バルク材(純度 6N)から切出した部材(10mm × 10mm × 0.5mm)を基板として、プラズマ化学気相蒸着法によって SiN 層、続いて SiO₂ 層を成膜することで、LSI 配線を模擬した積層構造体を作製した。以後、これを単結晶構造体と呼ぶ。また、多結晶粒銅からなる積層構造体には一般的なダマシン配線試料を用いた。同じく、これを多結晶構造体と呼ぶ。界面強度評価試験には図1(a)に示すように、これら構造体の SiN 層および SiO₂ 層の一部を残して集束イオンビーム(FIB)で取り除くことで矩形の試験片を作製した。

(2) 実験装置

サブミクロンサイズの試験片の作製や観察を行うため、電子線後方散乱回折(EBSD)像用カメラを含む FIB-SEM 複合ビーム装置(JIB-4600F 日本電子社製)にナノインデント(PI87 HYSITRON 社製)を装荷したシステムを用いる。同じく FIB 加工により先鋭化

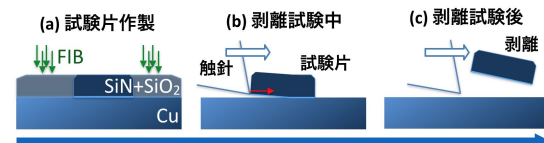


図1 試験片作製および剥離試験の模式図

したダイヤモンド触針で作製した試験片側面の Cu/SiN 界面近傍を押して試験片を剥離させる。界面剥離試験時の様子を図 1 (b) (c) に示す。

また、界面剥離時の変形を評価するため、剥離試験中に EBSD(電子線後方散乱回折)像を取得可能な試験法も構築した(図 2)。得られた EBSD 像の解析によって結晶方位分布が得られるため、剥離試験時の銅結晶方位変化からその変形の推移を検討する。

(3)界面強度評価

本研究では神谷らと同じく(文献 5)、有限要素解析によってエネルギー解放率 G を閾値とした弾性き裂進展シミュレーションをおこない、前述の剥離試験と連携させることでその界面強度 G_c を算出した。ここで、試験片形状や触針の接点などは SEM 観察により決定し、個々の解析モデルに反映させた。

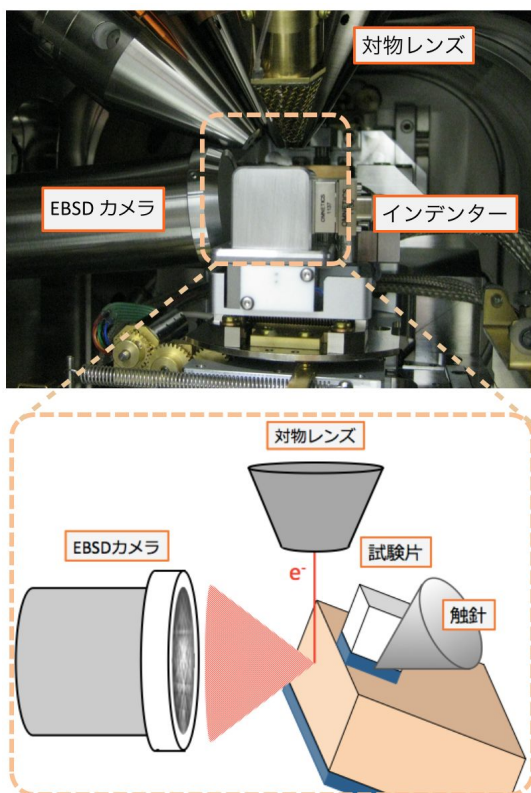


図 2 EBSD 観察可能な剥離試験

4. 研究成果

(1)銅微視組織と局所界面強度の相関

単結晶構造体および多結晶構造体でそれぞれ $1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$ サイズの試験片を作製、剥離試験を行いその界面強度を評価した結果を表 1 にまとめた。このとき、多結晶銅配線の平均結晶粒径は $1.1\mu\text{m}$ であり、試験片は常に複数個の結晶粒で構成されている。この多結晶構造体の局所強度における相対標準偏差が、均質な界面を有する単結晶構造体に比して大きいことから、銅の微視組織に応じて界面強度が局所的に変動していると考えられる。

また当初、微小材料の離散的な転位運動に

起因する塑性変形挙動の揺らぎによって、界面強度の評価値も揺らぐことが予想されたが、単結晶構造体の相対標準偏差は 10%以下であり、1 ミクロンスケール程度であれば本界面強度評価に与える影響は軽微なものであると判断できる。

表 1 Cu/SiN 界面強度と Cu 微視組織の相関

銅の組織	Cu/SiN界面強度 G_c (J/m ²)	相対標準偏差 (%)
単結晶銅	2.4±0.2	8
多結晶銅	4.8±1.6	33

(2)界面強度の異方性

単結晶構造体の試験片に対して異なる荷重方向で剥離させ、界面強度評価をおこなった。試験片と荷重方向の関係を図 3 に、得られた結果を表 2 に示す。このとき、界面で接合している銅結晶面方位は(110)である。同一界面構造であっても、異なる荷重方向では異なる界面強度が得られたことから、銅結晶の異方性による塑性変形の難易で、き裂進展抵抗が変わったと推察される。

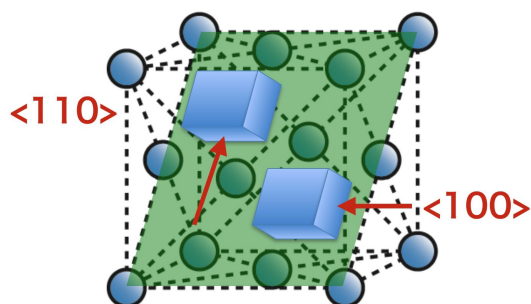


図 3 異なる荷重方向の剥離試験模式図

表 2 異なる荷重方向の界面強度評価結果

Cu/SiN接合面方位	荷重方向	Cu/SiN界面強度 G_c (J/m ²)
(110)	<110>	2.0±0.2
(110)	<100>	2.4±0.2

(3)局所変形と界面強度

メッキ銅配線は細幅の場合、バンパー構造と呼ばれる集合組織となる。そこで微視組織が比較的単純な繰返し構造を示すバンパー構造において、単一粒界近傍ならびに単一結晶粒の局所変形を観察することを目的として、600nm 幅配線上に 400nm 角の試験片を作製し、図 2 の試験法を用いて剥離試験時の結晶方位情報を取得した。単一結晶粒試験片の剥離試験前後における結晶方位分布の一例を図 4 に示す。ここで、KAM(Kernel average misorientation)値とは任意の評価点とその近傍との結晶方位差を表す量であり、局所的な結晶方位差は、局所的な塑性変形との相関性が知られている(例えば文献 6)。剥離前

後で KAM 値が界面近傍のみで上昇していることから、界面近傍の銅が局所的な塑性変形を伴いながら界面き裂が進展したと考えられる。これは一般的な知見と相違ない結果であり、本手法が微小構造体の界面剥離時における局所変形取得に成功した証左と言える。

一方で、粒界を含む試験片の場合、界面近傍においても明確な KAM 値の上昇は見られなかった。この原因としては、粒界近傍で応力が集中し(文献7)、容易にき裂が進展した、粒界が転位運動を阻害するために局所的に降伏応力が上昇して大規模な塑性変形を伴うことなくき裂が進展した、等が考えられる。また、得られた界面強度も粒界を含まない系と比して低く、Kamiya らの報告(文献8)とも合致する。ただし、本研究で対象とした LSI ダマシン配線試料の場合、配線銅の微視組織がバンブー構造であっても全く同一の結晶粒構造が現れることは稀で、実験事実の再現性を検証するために十分な標本数を確保することは困難であった。今後、再現性の確認や統計的に十分な標本数の確保には双結晶材や粗大粒試料を対象とすることが望ましい。

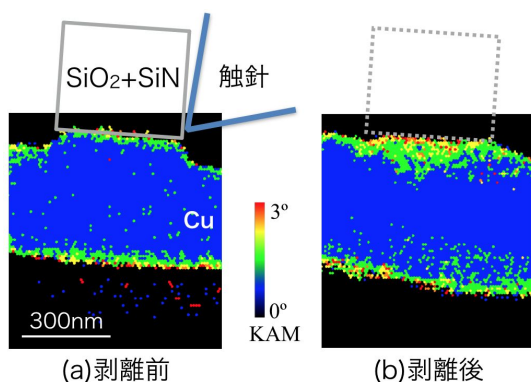


図4 剥離試験前後の銅結晶方位差

<引用文献>

- (1) M. W. Lane et al., Journal of Applied Physics 93 (2003) 1417.
- (2) K. B. Yeap et al., Journal of Applied Physics 101 (2007) 123531.
- (3) M. D. Uchic et al., Science 305 (2004) 986.
- (4) J. R. Greer et al., Progress in Materials Science 56 (2011) 654.
- (5) S. Kamiya et al., Application of Fracture Mechanics in Electronic Packaging 222 (1997) 169.
- (6) J. F. Nye, Acta Metallurgica 1 (1953) 153.
- (7) 釜谷昌幸 他、INSS journal 13 (2006) 128.
- (8) S.Kamiya et al., Surface & Coatings Technology 215-25 (2013) 280.

5. 主な発表論文等

[学会発表](計6件)

越智亮太、宍戸信之、佐藤尚、小岩康三、神谷庄司、西田政弘、大宮正毅、鈴木貴志、中村友二、野久尾毅、鈴木俊明、結晶粒界がもたらす銅/保護層界面の局所強度変動、日本機械学会東海支部第64期総会、愛知 春日井、2015年3月13日~14日

宍戸信之、ナノインデントを用いた半導体配線の機械的信頼性評価、第15回ナノインデントーション研究会、東京 品川、2014年12月4日

陳傳形、宍戸信之、小岩康三、神谷庄司、大宮正毅、佐藤尚、西田政弘、鈴木貴志、中村友二、鈴木俊明、野久尾毅、異なる結晶方位における Cu/SiN 界面の分離に要するエネルギーの力学的評価、日本機械学会 2014 年度年次大会、東京 北千住、2014年9月7日~10日

Nobuyuki Shishido, Chuantong Chen, Shoji Kamiya, Kozo Koiwa, Masaki Omiya, Hisashi Sato, Masahiro Nishida, Tomoji Nakamura, Toshiaki Suzuki, Takeshi Nokuo, Toshiaki Suzuki, "Grain structure effect on the stochastic distribution of local adhesion strength at metal/dielectric layer interface in copper wiring systems", International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego, CA, April 28-May 2, 2014

Chuantong Chen, Kozo Koiwa, Nobuyuki Shishido, Shoji Kamiya, Masaki Omiya, Hisashi Sato, Masahiro Nishida, Takashi Suzuki, Tomoji Nakamura, Takeshi Nokuo, Toshiaki Suzuki, "The effect of plastic anisotropy on evaluation Cu/SiN interface strength with different copper crystal orientation", Materials for Advanced Metallization 2014 (MAM2014), Chemnitz, Germany, March 2-5, 2014.

花井誠、宍戸信之、神谷庄司、佐藤尚、小岩康三、西田政弘、大宮正毅、鈴木貴志、中村友二、野久尾毅、鈴木俊明、LSI 配線中の Cu/SiN 界面付着強度に対する銅粒界局所変形の影響、日本機械学会東海支部第63期総会、名古屋、2014年3月18日。

6. 研究組織

(1)研究代表者

宍戸 信之 (SHISHIDO, Nobuyuki)
名古屋工業大学・大学院工学研究科・研究員

研究者番号：00570235