

平成 29 年 6 月 13 日現在

機関番号：13903

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2016

課題番号：15K17936

研究課題名(和文) FCC結晶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) Qualitative evaluation for the diversity of interface strength due to fcc crystalline structure

研究代表者

宍戸 信之(Nobuyuki, Shishido)

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)：本研究は、半導体配線のようなマイクロ・ナノスケール構造体の界面破壊現象について、その局所強度を支配する主因子の抽出し、配線構造に内在する界面強度の統計的な分布挙動を明らかにすることを狙った。配線金属単結晶材料ならびに単結晶からなる界面構造体の試験評価によって、界面強度がその結晶方位に強く依存することを明らかにし、多結晶金属配線構造における強度変動を予測可能にする知見を得た。

研究成果の概要(英文)：In this research, the diversity of fracture strength for the metal/insulator interface in semiconductor interconnects was investigated. Single crystalline copper and the interface structure consists of single crystalline copper and insulation layers were subjected to microscale mechanical test under scanning electron microscopy in order to evaluate the plasticity of single crystal copper and Cu/SiN interface strength quantitatively. Considering the obtained results, the surface energy of Cu/SiN interface strongly depends on the crystal plane orientation of Cu crystal facing to SiN layer. In addition, the diversity of resistance for Cu/SiN interface fracture is magnified by both the anisotropy of plasticity due to copper crystallinity and above-mentioned the diversity of Cu/SiN surface energy.

研究分野：材料力学、材料強度学

キーワード：信頼性 界面強度 電子デバイス ナノテク

1. 研究開始当初の背景

インフラや医療分野への利用が期待される高品位のエレクトロニクス製品はその信頼性の定量化が普及の鍵となる。特に微細化・高密度化されたデバイスにおいては、従前の機械的信頼性設計手法では予測不能な破壊事例を生じるケースもあり、高信頼設計にはそのメカニズムの把握が必須となる。

なかでも半導体デバイスの配線金属/保護層界面の付着強度は低いとされ、通常、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。このような微細構造では材料物性が製造プロセスおよび形状に対して敏感であり、それに応じて局所的に変動している可能性がある一方で、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、局所的な差異を検出することは不可能である。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。

これまでに研究代表者らは走査型電子顕微鏡(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てきた。同じCu/SiN界面であってもその強度が試験片個々で大きくばらつき、また、配線金属の結晶粒状態が強度に関与していることを示唆する結果を得た(文献3ならびに文献4)が、その強度変動の直接的な因果関係は明らかにはなっていない。

上記の局所評価法で得られた界面強度値は界面でのき裂の進展に要する全ての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を物理的に断ち切るためのエネルギーと材料の塑性変形により散逸される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、いまだ謎の多いマイクロ・ナノスケール特有の塑性変形挙動と密接に関連する。微小材料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、精力的に研究が行われてきている。結晶性を有する金属材料の塑性変形は転位と呼ばれる結晶欠陥が結晶構造に応じた滑り運動をすることで説明され、微小な構造体では、この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5)、さらに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6)とされる。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

本研究は、半導体配線のようなマイクロ・

ナノスケール構造体の界面破壊現象について、その局所強度を支配する主因子の抽出し、配線構造に内在する界面強度の統計的な分布挙動を明らかにする。特に、微小な結晶性材料の局所的な塑性変形を正しく把握し、界面剥離時の系全体の変形ならびに各種エネルギーを適切に評価することを目指す。

3. 研究の方法

(1) 微小単結晶材のねじり試験による塑性特性評価

電子デバイス配線に利用される銅、アルミ、金などはいずれもFCC結晶構造と呼ばれる原子配列構造を示す。本研究では、FCC結晶構造の滑りによる変形応答を明らかにするために単一の滑り系に主たるせん断応力が生じるよう設計された半円弧形状の銅単結晶試験片を作製し、塑性変形挙動とその構造寸法との相関性を調査した。

チョクラルスキー法により得られた単結晶銅バルク材から切り出した厚さ0.5mmの薄板(純度99.9999%)の表面上に、集束イオンビーム加工装置(FIB)を用いて半円弧状の試験片を作製した。試験片の台形断面(図1 橙色)を基準とし、一辺が0.3μmから1.5μmまでの相似形状の試験片全3種類を作製した。走査型電子顕微鏡(JIB-4600F, JEOL, Ltd.)内でナノインデント(PI87, Hysitron Inc.)を用いて試験片の自由端に圧縮荷重を加え試験片根本部分をねじり変形させることで結晶の滑りを生じさせ、その荷重応答を評価した。

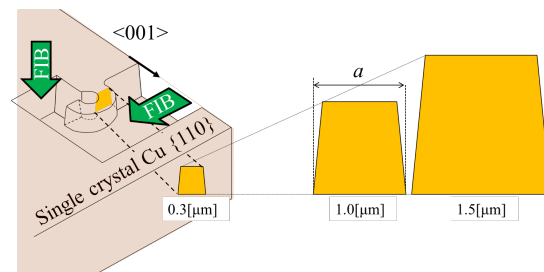


図1 微小ねじり試験片構造

(2) 銅単結晶材-異種材界面を有する微小構造体を用いた界面強度評価

結晶方位の異なる銅単結晶-保護膜界面構造体を対象として、その界面強度を評価することで、その異方性に起因する強度変動について系統的に評価した。

ねじり試験と同様の銅単結晶材を基板として、プラズマ化学気相蒸着法によりSiN層、続いてSiO₂層を成膜することで、半導体配線を模擬した積層構造体を作製した。界面強度評価試験にはSiN層およびSiO₂層の一部を残してFIB加工で取り除くことで矩形の試験片を作製した。同じくFIB加工により先鋭化したダイヤモンド触針で作製した試験片側面のCu/SiN界面近傍を押すことで、界面でのせん断剥離を生じさせた。アモルファス状の

SiN 膜と接合する銅の結晶面方位は(100), (110), (111)の3方位、剥離荷重方向はそれぞれの滑り方向に沿うものとそれに直行するものの2方位、全6条件で試験評価を行った。また、結晶塑性を考慮した有限要素解析により界面き裂進展時の各種エネルギーを算出し、界面強度ならびに強度への塑性変形の寄与について材料異方性の観点から検討した。

4. 研究成果

(1) 微小銅単結晶材の結晶塑性特性評価

ねじり試験前後のSEM画像を図2(a), (b)に、試験より得られた変位荷重曲線を図3(c)に示す。試験後の試料観察においてその表面に明瞭な滑りの痕跡が観察されたため、塑性変形が単純な滑りによってのみ生じたとみなせる。図2(c)の降伏点から主すべり系での分解せん断応力を算出した結果を図3に示す。ねじり変形において、試験片寸法の減少に伴い初期降伏応力の増加が確認された。透過電子顕微鏡観察から見積もられる供試材の初期転位密度から、転位のすべり運動に端を発する材料の降伏現象が、転位密度から予測される転位源間隔程度の空間スケールにおける応力分布の影響を受け、それが塑性変形挙動における形状寸法の効果として現れたと推察できる。これは、半導体デバイスの極微細配線のような材料内部の転位源間隔と同程度の形状寸法からなる構造体においては、その塑性挙動が局所的な材料欠陥の状態に敏感になる、という従前からの予想を裏付ける結果である。また、結晶塑性を考慮した有限要素解析と計測された荷重変位曲線とを組み合わせることで、供試材の結晶塑性特性曲線を得た(雑誌論文①)。

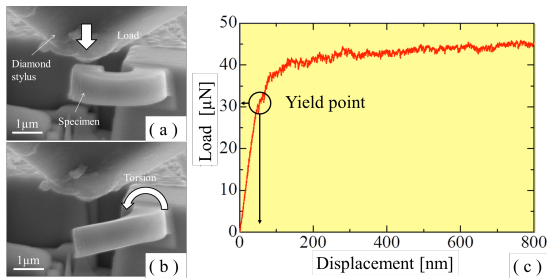


図2 微小ねじり試験結果

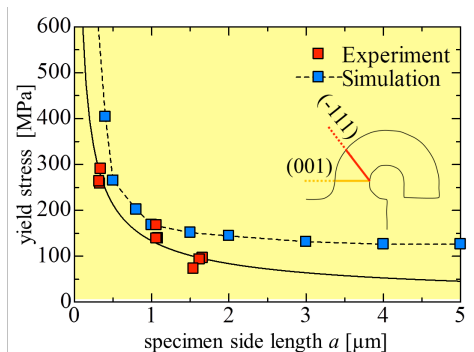


図3 初期降伏応力の寸法依存性

(2) 単結晶界面強度の異方性

単結晶銅-保護膜界面構造体の剥離荷重のもとに、結晶塑性を考慮した有限要素解析によって各試験片における界面強度を算出した。得られた結果を図4に示す。ここで、 G_c は単位面積当りの界面剥離に要する全エネルギーであり、き裂進展の抵抗値とみなせる。 G_i はそこから塑性変形により散逸したエネルギーの寄与を除いたものである。保護膜と接合した銅の結晶面方位が同一であれば G_i は荷重方向に依存せず、各結合面方位でそれぞれほぼ一定値を示したことから、本評価法によって求められた G_i は界面での材料の原子配列のみ強く依存すると考えられる。また、Cu/SiN 界面の G_i は図5のように銅単体の表面エネルギーの面方位依存性(例えば文献7)ともよい相関を示すため、 G_i は純粋に界面の結合を切断するために要したエネルギー、つまり界面の表面エネルギーであると解釈できる。

また、荷重方向が異なる場合に異なる G_c を示したことから、微細な銅の結晶塑性に起因する強い異方性が塑性散逸の異方性を、ひいてはき裂進展抵抗の異方性を生じさせたと理解できる。上記 G_i の本質的な変動挙動と塑性異方性の相乗効果によって同じ銅単結晶-保護層界面であっても結晶方位の違いで $1.5\text{J/m}^2 \sim 2.5\text{J/m}^2$ という大きな界面強度変動が生じたと解釈できる。

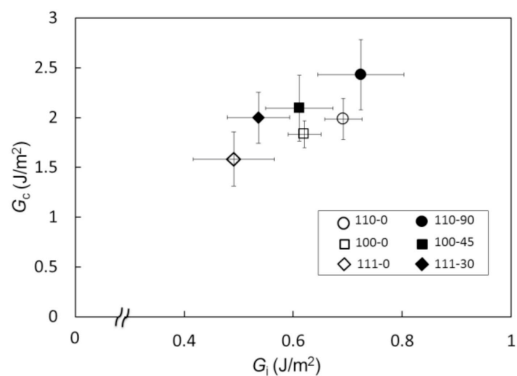


図4 銅-保護層界面のき裂進展抵抗と G_i

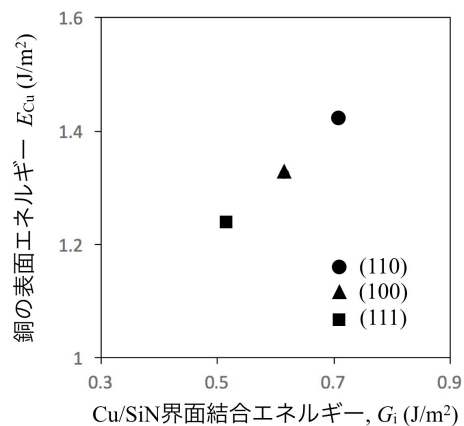


図5 銅-保護層界面 G_i と銅表面エネルギー

(3) 配線保護層界面強度の局所変動因子

上記2つの成果より、半導体デバイス配線の界面強度変動に関する以下の知見を得た。

1) 銅とSiNアモルファス層からなる界面の表面エネルギーは結晶材料の接合面方位に依存して変動する。また、材料単体の表面エネルギーとも単純な相関関係を示すため、任意の面方位における界面エネルギーを予測可能であり、実際が多結晶配線構造における本質的な界面エネルギーの変動も定量予測可能となる。

2) 微小な銅材は結晶塑性による塑性異方性が明瞭に現れるため、き裂進展抵抗も異方性を示す。1)の界面エネルギーの変動との相乗効果で見かけのき裂進展抵抗はさらに大きく変動することも定量予測可能である。

3) 微小な銅材はその転位密度と構造寸法に依存して降伏応力が変動し、微細化は高降伏応力、つまり脆化につながる。また、非常に微細な系では、材料寸法の低下による降伏応力の増加だけでなく、界面き裂進展時に伴う塑性変形の寄与自体が小さくなるために、1)に示す界面エネルギーの面方位に依存する変動が強度変動において支配的な因子となると考えられる。

以上の知見は銅配線に限らず、同じFCC結晶構造を有するAl, Auなどの配線金属でも同様に扱えると考えられる。また、このような界面強度の局所変動因子を定量的に、また系統的に評価した事例はない。材料の微視組織制御が、平均的な構造強度のみならず、局所的な強度変動にも大きく寄与できる可能性を示しており、デバイス信頼性の向上のみならず、半導体デバイスの破壊リスクを定量化する信頼性設計手法への寄与も期待できる。

<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) S. Kamiya et al., Surface & Coatings Technology 215-25 (2013) 280.
- (4) N. Shishido et al., Microelectronic Engineering 120 (2014) 71-77.
- (5) M. D. Uchic et al., Science 305 (2004) 986.
- (6) J. R. Greer et al., Progress in Materials Science 56 (2011) 654.
- (7) V. B. Shenoy, Physical Review B 71 (2005) 094104.

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計1件)

- ① K. Koiwa, N. Shishido, C. Chen, M. Omiya, S. Kamiya, H. Sato, M. Nishida, T. Suzuki, T. Nakamura, T. Suzuki, T. Nokuo, Investigation of continuous deformation behavior around initial yield point of single crystal copper by using

micro scale torsion test, Scripta Materialia, Vol.111, 2016, 94-97

DOI: 10.1016/j.scriptamat.2015.08.022

[学会発表] (計5件)

- ① S. Kamiya, M. Omiya, N. Shishido, T. Nakamura, Possible strategy toward a design scheme to avoid catastrophic failure in interconnect structures under chip package interaction, 14th International conference on reliability and stress-related phenomena in nano electronics (IRSP2016), May 30 - June 1 (2016) Bad Schandau, Germany.

- ② Takayuki Yokoyama, Nobuyuki Shishido, Kozo Koiwa, Shoji Kamiya, Hisashi Sato, Masaki Omiya, Takeshi Nokuo, Toshiaki Suzuki, "Microscale torsion test to investigate initial yielding phenomenon of a single crystal copper", Microscopy and Microanalysis, Vol.21, Supplement S3, pp.2113-2114, 2-6 August 2015. (Reviewed)

- ③ 横山孝幸, 宍戸信之, 小岩康三, 神谷庄司, 佐藤尚, 微小な単結晶銅ねじり試験における初期降伏の寸法効果, 日本機械学会第7回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 29pm2-F-1, 2015年10月28-30日, 新潟

- ④ 横山孝幸, 宍戸信之, 小岩康三, 神谷庄司, 佐藤尚, 大宮正毅, 中村友二, 鈴木貴志, 野久尾毅, 鈴木俊明, 応力勾配下の転位挙動観察を目的とした単結晶銅ねじり試験の試み, 日本機械学会2015年度年次大会, 2015年9月13-16日, 北海道

- ⑤ S. Kamiya, C. Chen, N. Shishido, M. Omiya, K. Koiwa, H. Sato, M. Nishida, T. Suzuki, T. Nakamura, T. Nokuo, T. Suzuki, Evaluation of adhesion energy and its correlation to apparent strength for Cu/SiN interface in copper damascene interconnect structures, 2015 IEEE International Interconnect Technology Conference and 2015 IEEE Materials for Advanced Metallization Conference, pp.151-154, 18-21 May 2015. (Reviewed)

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