

2010.1.26 固体熱物性クラブ

# 薄膜熱物性

計測標準研究部門 物性統計科

熱物性標準研究室

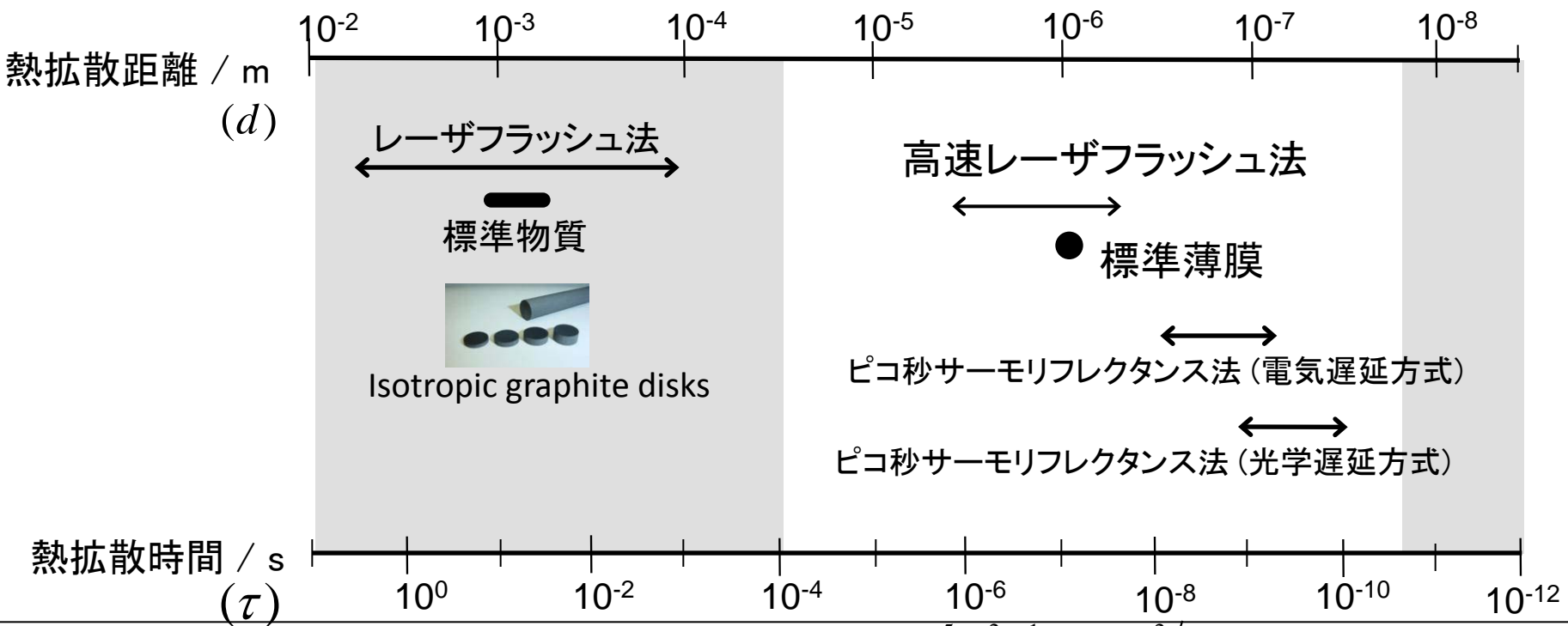
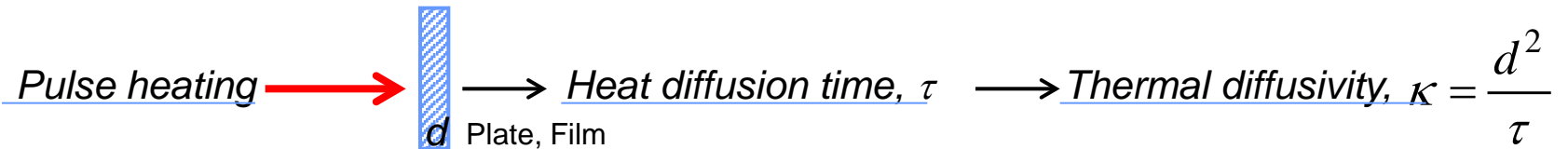
竹歳尚之 八木貴志



H20多層薄膜の界面熱抵抗計測技術標準化に関する調査  
H21多層薄膜の有効熱拡散率測定方法に関する標準化事業

# 薄膜熱物性標準の概要

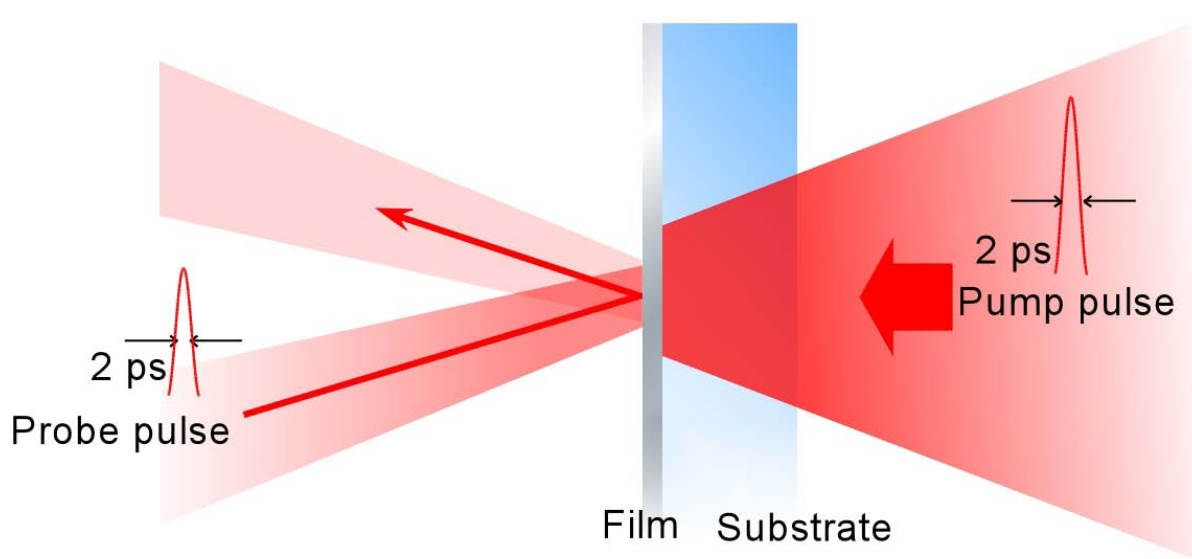
- 標準により実用測定器の信頼性を担保し、信頼できる薄膜熱物性データを供給できる国内の仕組みを作る。
- 合わせて、計測技術自体の普及を行う。



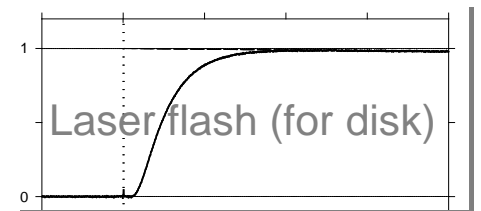
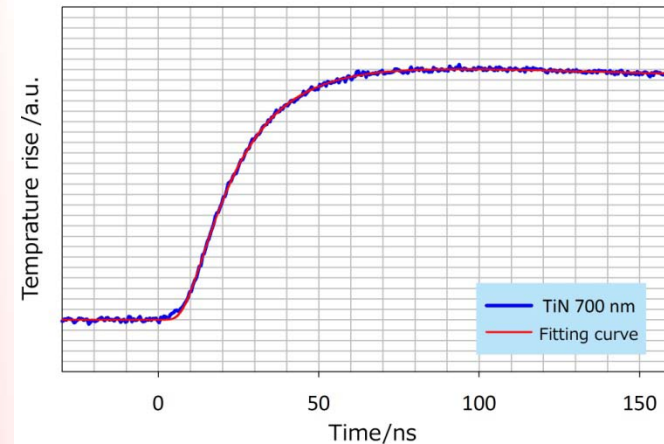
(Thermal diffusivity,  $\kappa = 1 \times 10^{-5} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ ,  $\tau = d^2 / \kappa$ )

# 測定技術 パルス加熱サーモリフレクタンス法 (Rear Heating Front Detection)

温度測定的时间分解能 = 测温用のレーザーパルス幅 → ピコ秒、ナノ秒



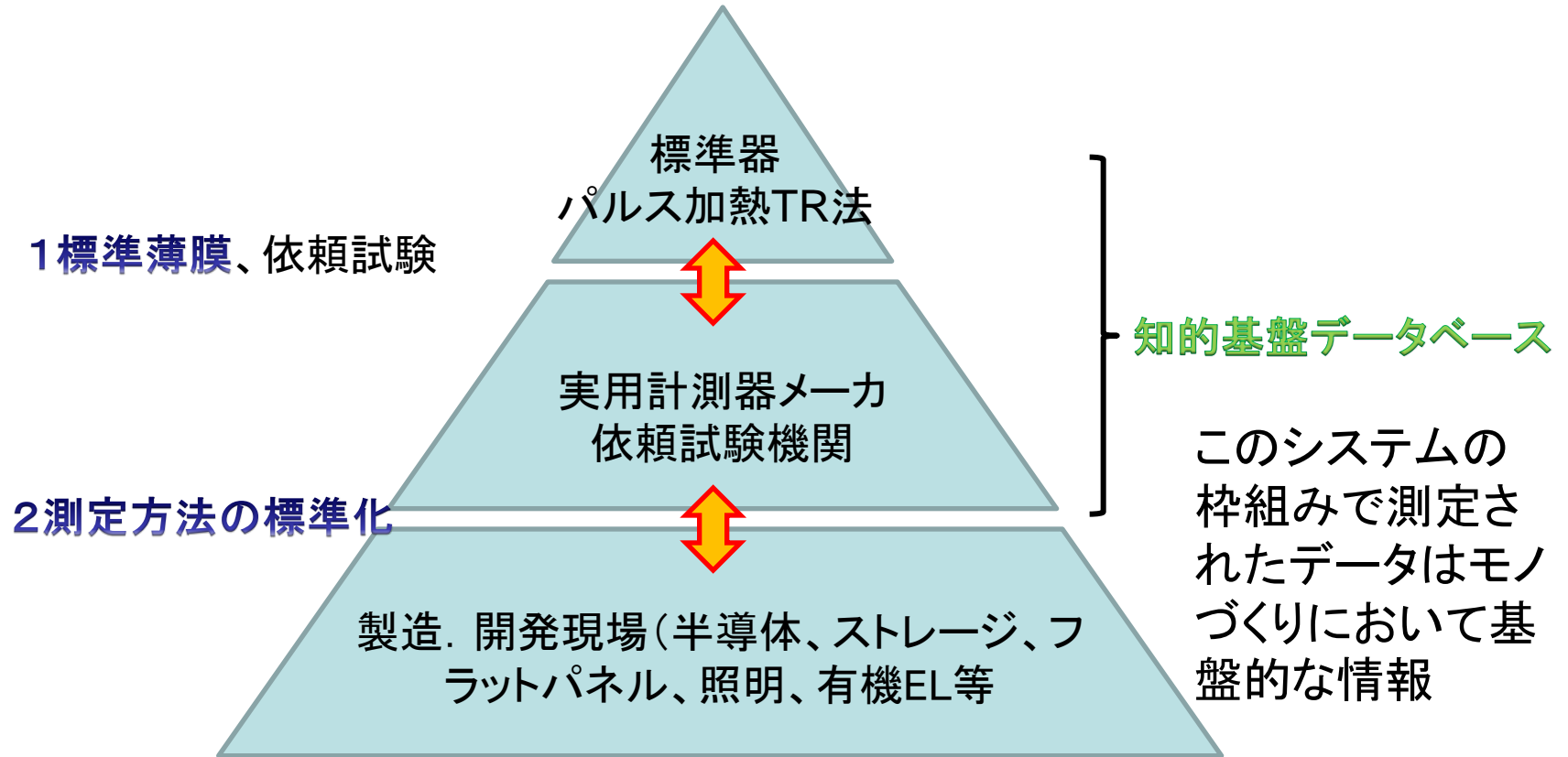
1兆分の1秒の世界



バルク材料に対するレーザーフラッシュ法と同一の幾何学的配置

# 計測システム体系

SITレーサブル、国際整合性



# 主な報告

- ・ 標準薄膜(熱拡散時間)を頒布開始しました
- ・ 薄膜熱物性の測定手法に関する規格整備についてご紹介

# 熱拡散時間標準薄膜を開発

- ・2009年度より厚さ700nmの窒化チタン(TiN)薄膜の頒布を開始。
- ・厚み方向の熱拡散時間が値付けされている。
- ・パルス加熱法のユーザは直接装置の性能を検証可能。その他測定装置ユーザでも、膜厚測定により熱拡散率を算出して評価に利用できる。

<TiN薄膜/合成石英ガラス基板>

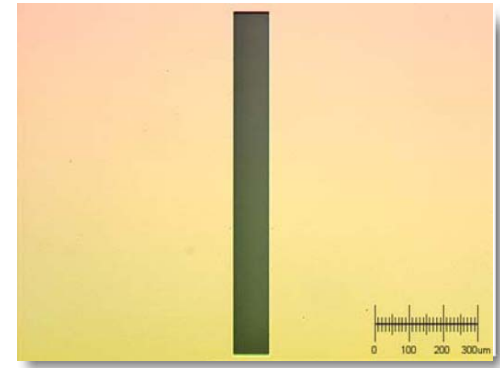
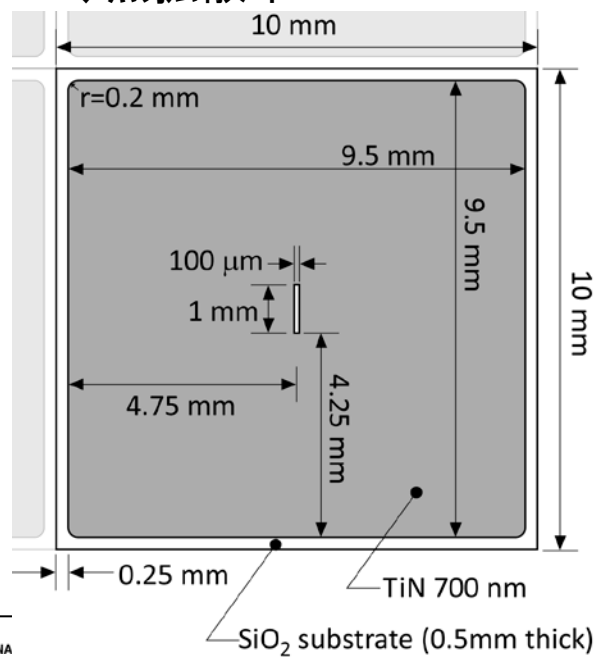
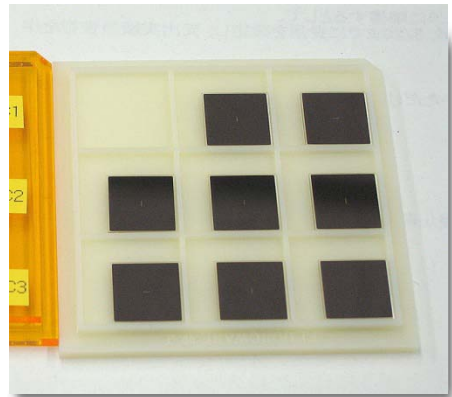
熱拡散時間(校正値): 139.7 ns ± 6.9 ns (k = 2) at 298 K

大きさ: 10(-0.1) × 10(-0.1) × 0.525(±0.020) mm<sup>3</sup>

以下参考値: 厚さ680 nm、熱拡散率  $3.3 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$

中心には段差計で膜厚を測るためのパターンが刻まれています。

標準薄膜の外観

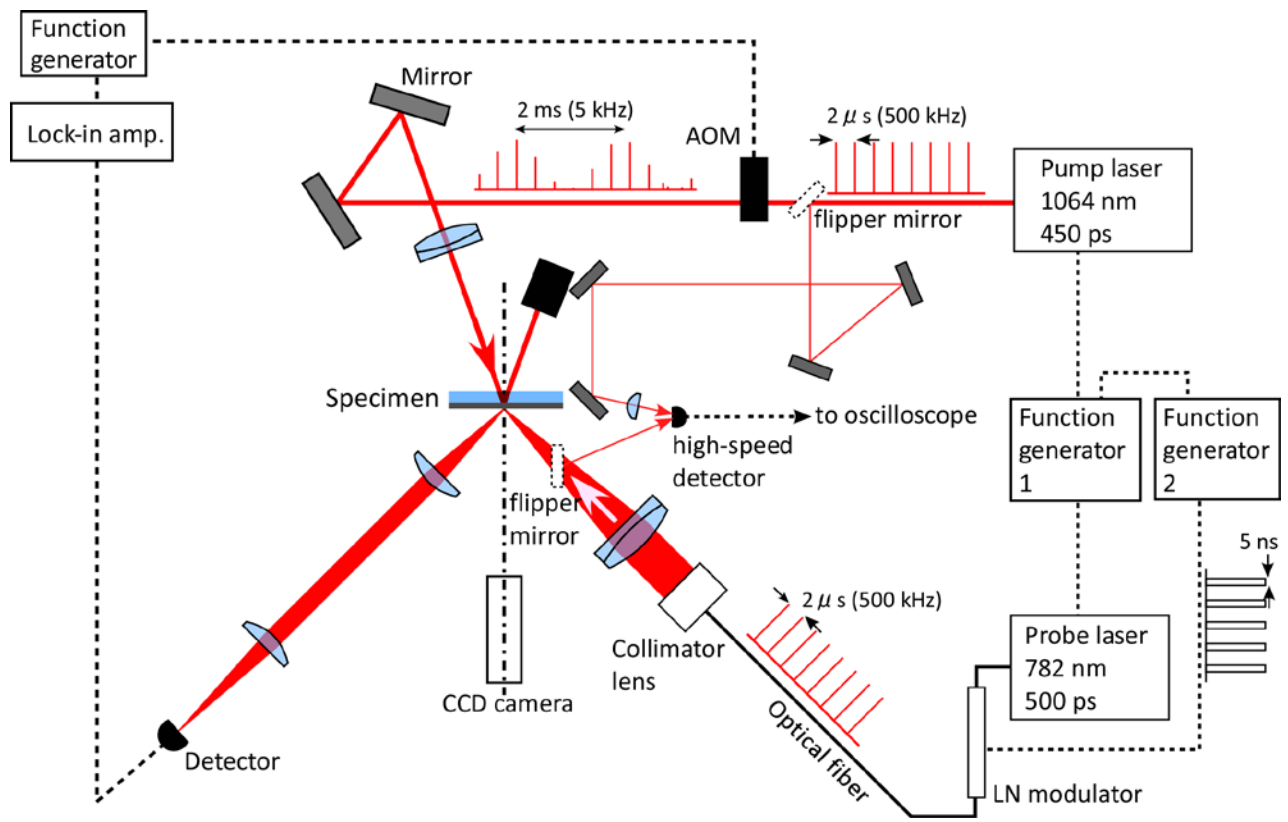


頒布価格は約5万円@個

# 標準薄膜の校正用装置

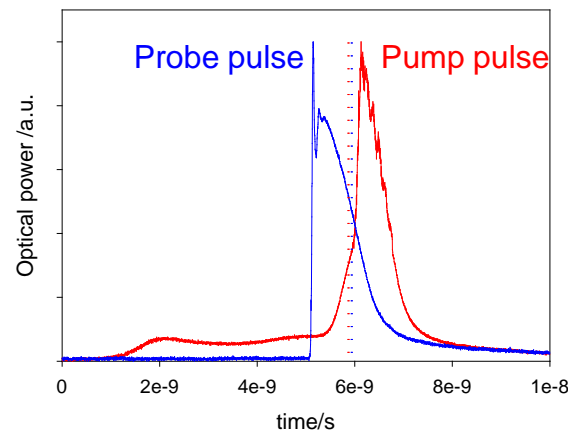
高速レーザフラッシュ法

校正範囲(熱拡散時間) : 40 ns - 1000 ns



Pump beam:  
 1064 nm, 500 ps, 50 mW  
 300 μm beam spot

Probe beam:  
 782 nm, 500 ps, 0.2 mW,  
 100 μm beam spot



# 標準薄膜の作製

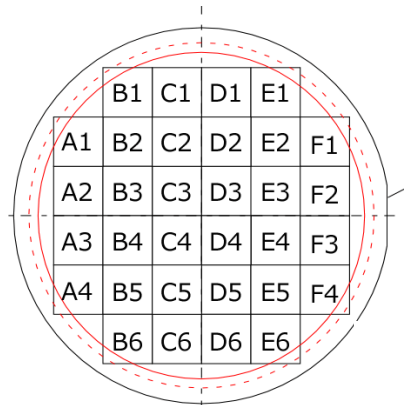
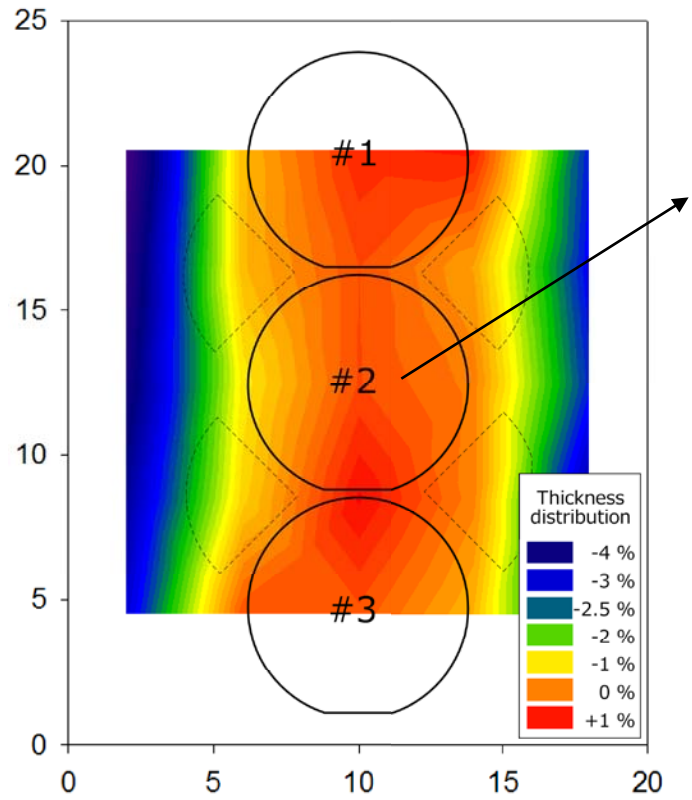
反応性マグネトロンスパッタリング法

Target : pure Ti (380 x 125 mm)

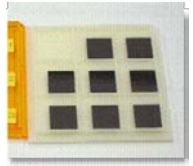
Substrate: Synthetic quartz wafer (ShinEtsu, 76.2mmφ x 0.525mmt)

Sputtering gas: N<sub>2</sub> (6N) plasma, 0.4 Pa

Temperature: 523 K



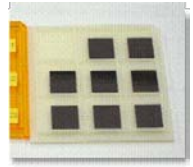
ウェハあたり32個のサンプル計64個を作製



10個のサンプルを抜き出し評価し、  
高速レーザフラッシュ法により不確かさを値付け

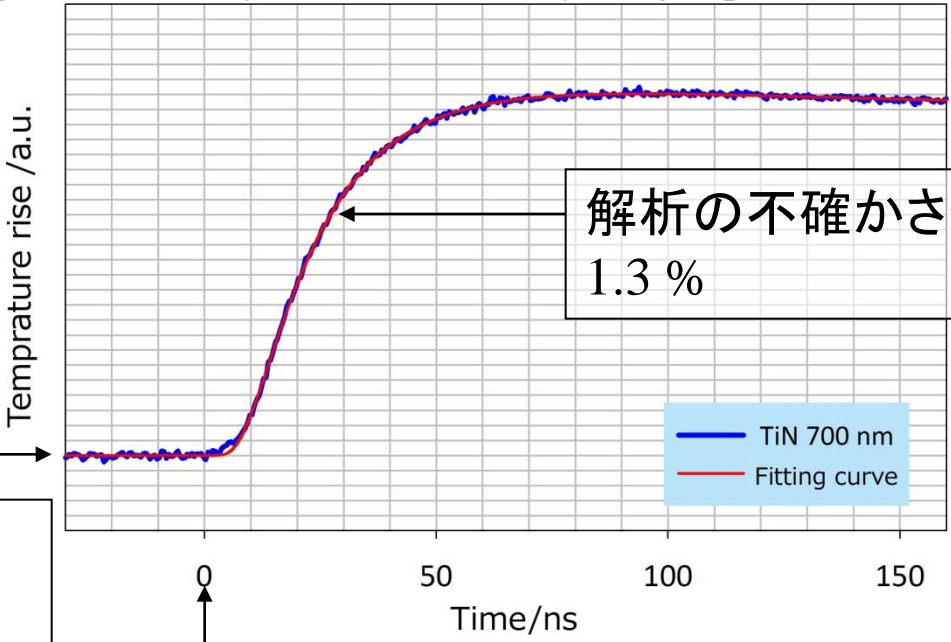


# 標準薄膜の不確かさ



## 不確かさの主要項目

Temperature history curve obtained by “High speed laser flash”



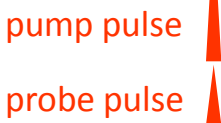
測定の繰返し再現性:  
0.44 %

解析の不確かさ:  
1.3 %

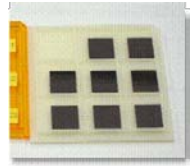
温度の不確かさ:  
1.1 %

時間の不確かさ:  
0.27 %

10サンプルのバラツキ:  
1.4 %



# 標準薄膜の不確かさ



NMIJ推奨の分散分析手法を採用

1. サンプルの均質性
2. 測定の繰返し再現性
3. 測定の不確かさ

- $\sigma_\gamma$ , 均質性の分散
- $\sigma_e$ , 繰返し測定の分散
- $u_m$ , 測定の不確かさ
- $m$ , サンプルのサンプリング数 (=10)
- $n$ , 測定の繰返し回数 (=1)

$$u^2(\tau) = \frac{m+1}{m} \sigma_\gamma^2 + \frac{1}{mn} \sigma_e^2 + u_m^2 \quad (1)$$

standard deviation of  $\tau$  for sampled 10 films  $s^2 = \sigma_\gamma^2 + \sigma_e^2 \quad (2)$

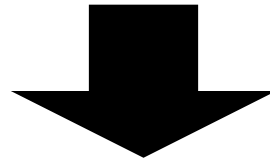
$$u^2(\tau) = \frac{m+1}{m} s^2 + \frac{1-mn-n}{mn} \sigma_e^2 + u_m^2 \quad (3)$$

Factors	Value	
$s$	2.0 ns	1.4 %
$\sigma_\varepsilon$	0.62 ns	0.44 %
$u_m$	2.8 ns	2.0 %
$\bar{U}(\tau) = 2u(\tau)$	6.9 ns	4.9 %

**標準薄膜の熱拡散時間 139.7 ns ± 6.9 ns**  
**(厚さ 680 nm)**  
**(換算熱拡散率  $3.3 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ )**

## 2. 薄膜熱物性計測の測定規格の整備

- ・ 薄膜熱物性値のニーズの高まり
  - 大容量記録媒体 (HDD, OD など)、半導体デバイス
- ・ 計測技術の進展
  - ピコ秒、ナノ秒サーモリフレクタンス法、ナノ秒実用器、熱物性顕微鏡の開発



安心して、信頼できる薄膜熱物性データを得るために・・・

- どんな装置を使えば良いの？
- サンプルはどのように用意したらいいの？
- 測定の手順がよくわからない？

# 過去の薄膜熱伝導率計測の標準化

- 1997-2002 シリコン基板上のSiO<sub>2</sub>薄膜

NISTのFeldmannらの主催で、Si基板上のSiO<sub>2</sub>薄膜の熱伝導率のラウンドロビンテストを実施。しかしながら、標準規格として確立するに至らず、3ω法を推奨測定法として提案するにとどまっている。

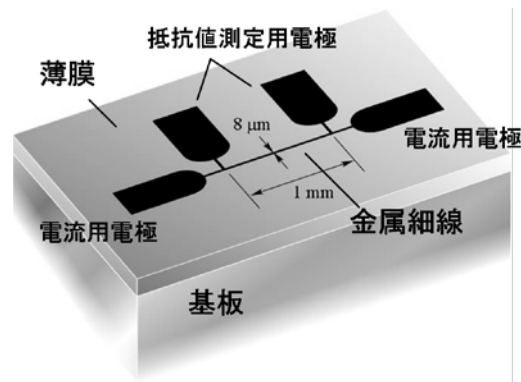
TECHNOLOGY TRENDS ASSESSMENT ISO/TTA 4

First edition 2002-11-15

Measurement of thermal conductivity of thin films on silicon substrates

Mesurage de la conductivité thermique des films minces sur substrat de silicium

ISO/TTA4:2002(E) Measurement of thermal conductivity of thin films on silicon substrates



3ω法原理図

# 測定規格に対する需要

- 2009年11月に、NEDO調査事業の一環として米国の主要な研究者を訪問し、計測ニーズ・測定規格ニーズをアンケート

エレクトロニクス関連企業などから、年間100件程度の測定依頼があり、評価を実施している。

標準物質等は情報が欲しい

顧客企業から複雑な多層膜についての有効的な熱伝導率(拡散率)の評価依頼や相談は多い。実際に評価結果を出すことも

パルス加熱法で測定している。薄膜の表面を加熱する。(米国ではFF法がほとんど)

多層膜の熱物性評価は重要だが、まずは単層膜について測定手法の信頼性をしっかり証明しなければならない。

日本での薄膜熱物性測定手法の規格整備について、全ての研究者が賛同

# 産総研の規格整備に向けた活動

## 1. 測定装置について

- ・ RF方式の測定手法を想定。
- ・ 2010年度にJIS原案化予定。

## 2. 界面熱抵抗について

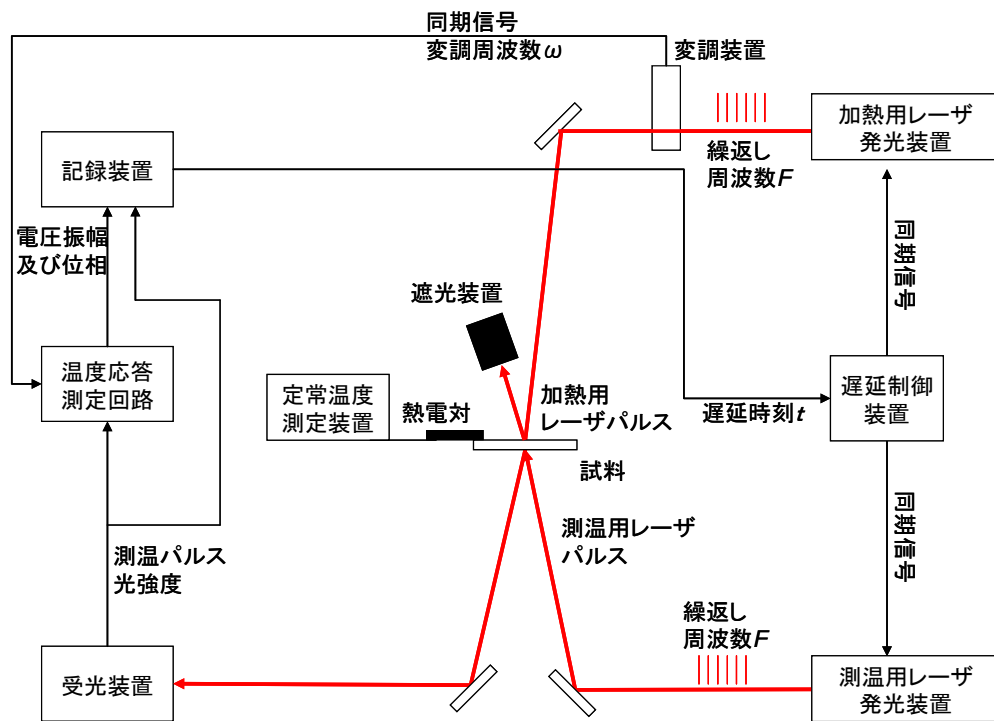
- ・ 2層膜、3層膜の熱拡散率測定手法。
- ・ 薄膜と薄膜の界面熱抵抗の測定手法
- ・ 2010年度にJIS原案化予定

## 3. 複雑な構成の薄膜における有効的な熱物性値の評価法について

- ・ 多層構造をひとつの構造と捉え、全体を現す有効的な熱伝導率の評価方法を検討

# 標準化活動の一例

## ● 測定装置の構成例

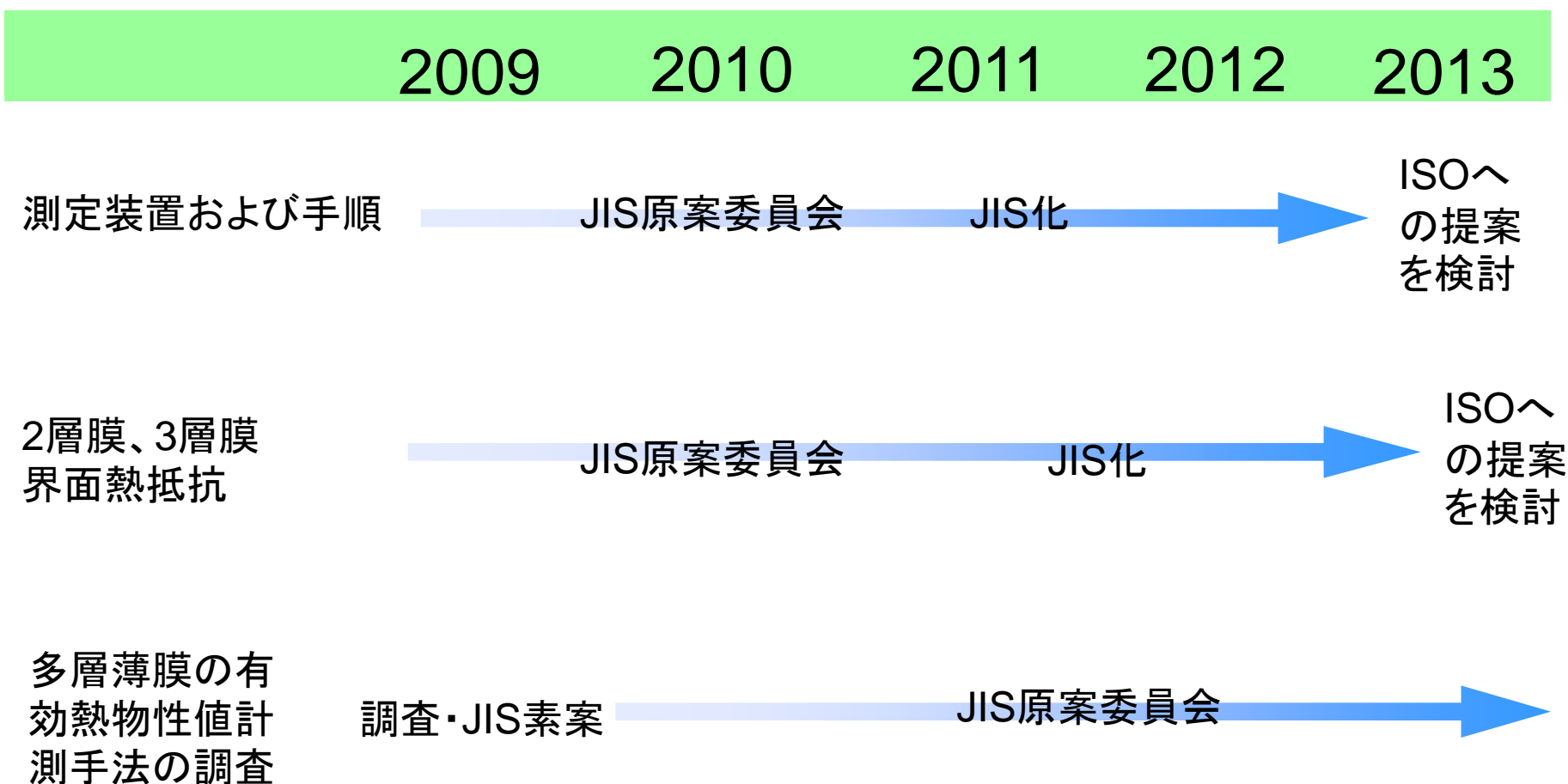


2005～2006年度NEDO事業にて測定装置や単層薄膜の解析手法の調査を行い規格素案を作成

- ・サンプルの準備の仕方
- ・レーザー仕様
- ・ディテクタや検出装置等
- ・各種解析手法などを規定。

2010年度にJIS原案化を目指す。

# 測定規格標準化のタイムテーブル





# まとめ

- ・ 新しく頒布を開始した標準薄膜をご紹介
- ・ パルス加熱サーモリフレクタンス法を用いた測定手順を標準化し、JIS規格とするための活動を継続して行っています。

標準薄膜・薄膜熱物性の評価・規格整備の活動などにご興味をお持ちいただいた場合には、お気軽に固体熱物性クラブ窓口までご連絡ください。



(独)産業技術総合研究所 計量標準総合センター(NMIJ)  
NMIJ計測クラブ事務局  
〒305-8563 茨城県つくば市梅園1-1-1 中央第3  
TEL:029-861-4975 FAX:029-861-4190  
E-Mail [nmijclub@m.aist.go.jp](mailto:nmijclub@m.aist.go.jp)