

# 薄膜物性の新しい測定方法

薄膜の密度を決めるには、その薄膜の質量と体積を測定する必要がある。質量は天秤を用いて測定できるが、薄膜の体積の測定は一般に困難である。当研究部門では、これまで圧力浮遊法による固体試料の超精密密度差測定技術の開発を行ってきた。今回紹介する方法は、薄膜の体積を測定する代わりに、薄膜を基板上に作製する前後の密度差を圧力浮遊法によって測定するものである。薄膜作製の前後の質量差と密度差の測定によって薄膜の密度を直接決めることができる(図1)。薄膜の密度が決まれば、それを作製した基板の表面積から、薄膜の膜厚も求められる。

二つの固体間の密度差を精密に測定する方法として、圧力浮遊法がある(図2)。固体試料をその密度と等しい密度の液体中に浸す。ここで液体の密度は液体自身にかかる重力により下にいくほど静水圧を受け重くなり、上下にごく僅かな密度勾配ができていますので、液体中の固体試料はちょうど液体の密度と釣り合う高さで浮遊静止する。この浮遊した高さ(静水圧)の違いから、固体試料間の密度差を精密に測定することができる。これが圧力浮遊法である。図3に当研究部門で開発した圧力浮遊装置を示す。実際の測定では、試料が浮遊した高さを測るとともに、液体に圧力を加えて液体を圧縮するこ

とにより液体の密度を制御している。測定は、液体の熱膨張による密度変化を防ぐため、室温近傍で $\pm 60 \mu\text{K}$ の精度で温度制御を行っており、シリコン単結晶での相対密度差測定では不確かさ $4 \times 10^{-8}$ を達成した。

今回の測定では、シリコン基板の上にスパッタリングにより作製したモリブデン薄膜について、密度と膜厚の測定を行った。薄膜を作製する前の基板と薄膜付き基板との密度差を圧力浮遊装置によって測定し、質量差の測定は加重交換装置付きの電子天秤を用いて精密測定した。質量差の測定には空気浮力補正も含めてその不確かさは $\pm 5 \mu\text{g}$ である。今回提案する方法で測定したモリブデン薄膜の密度は相対不確かさ3.8%であった。この結果と薄膜の面積とから、約10ナノメートルのモリブデン薄膜について4.0%の不確かさで膜厚を決めることができた。モリブデン薄膜の密度はシリコン基板の密度より数倍大きいですが、基板の密度により近い密度の薄膜について測定を行えば、膜厚の密度測定の不確かさをより小さくすることができる。

この方法は質量測定と密度測定というきわめて信頼性の高い計測によって、薄膜の密度と膜厚を求めることができるので、バルクと薄膜の物性の違いを定量的に評価する方法として注目されている。

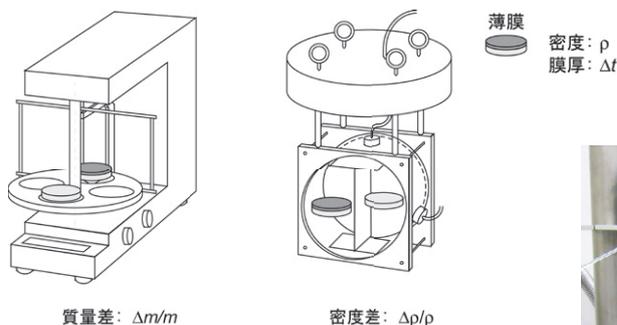


図1 密度差と質量差測定による薄膜の密度と膜厚の測定

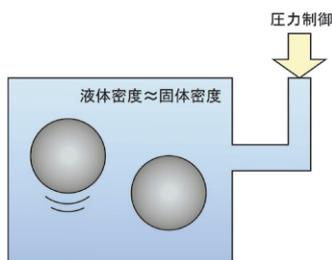


図2 圧力浮遊法による固体密度差の測定原理



図3 圧力浮遊装置  
固体試料が入った圧力浮遊セルを真空断熱恒温槽から取り出した状態



わせた あつし  
早稲田 篤  
wasedaatsushi@aist.go.jp  
計測標準研究部門

### 関連情報

- 共同研究者: 藤井賢一, 竹歳尚之(計測標準研究部門)。
- 特願 2003-406632「薄膜の膜厚及び密度の測定方法並びに測定装置」(早稲田, 藤井)。