

低誘電率絶縁膜の評価法の開発

松生秀正*1、松田喜樹*2、加藤正樹*3

Development of the Evaluation Method for Low Dielectric Constant Insulator Thin Films

Hidemasa MATSUO, Yoshiki MATSUDA and Masaki KATO

Industrial Technology Division, AITEC*1 *2 Research and Development Division, AITEC*3

ナノ中空シリカ粒子を利用した低誘電率絶縁膜の電氣的、防食性、物性的評価方法について検討した。電氣的評価では、容積 20mm³ までの防食膜の誘電率が測定できることがわかった。防食性評価では防食膜の膜厚の違いにより電気化学インピーダンス測定の結果に差が出るということがわかった。物性的評価では、SEMと表面粗さ測定により、防食膜のプラスト処理（前処理）の方法とナノ中空粒子を添加した場合について表面の状態に違いがあることを確認した。

1. はじめに

IT分野では、信号の高周波化などのため、高周波回路基板が必要であり、その実現のためには安価でしかも低誘電率の回路基板絶縁材料の開発が不可欠である。一方、アルミニウム用防食膜については、環境上の問題から環境低負荷かつ低コストの製造プロセスを実現するため、防食膜の薄膜化及び防食性能向上が求められている。

研究グループのメンバー（大学・企業）ではナノ中空シリカ粒子を利用したハイブリッド薄膜（低誘電率薄膜）を開発中であるが、これらの薄膜は評価方法が難しく、特にナノオーダーの中空粒子を含む薄膜であるため、電氣的、機械的、物性的性能、防食性などの評価方法が確立していないのが実状である。

そこで、低誘電率薄膜の実現と防食膜の特性向上に寄与することを目的として、これらのハイブリッド薄膜の評価方法を開発した。

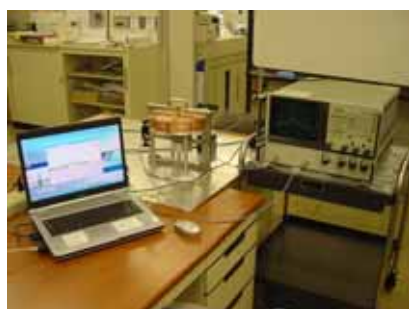


図1 誘電率測定システム

2. 実験方法

2.1 誘電率測定

本装置は空洞共振器法と呼ばれる方法を利用して誘電率を測定するものであり、装置はベクトルネットワークアナライザ（図1右）、測定用治具すなわち空洞共振器（図1中央）、誘電率計算用パソコン（図1左）より構成されている。

測定試料は、3×3×30mmの棒状のアルミナにナノ中空粒子含有の防食膜をスプレー塗布し、防食膜を塗布する前のアルミナと塗布後のアルミナの共振周波数、Q値を測定して、その結果から防食膜だけの誘電率を求めた。誘電率を測定する際、膜の容積が必要となるため、防食膜の膜厚から容積を求め、その値をもとに誘電率を算出した。

2.2 防食性能評価

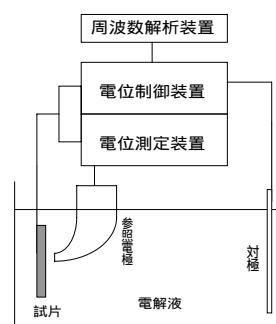


図2 電気化学インピーダンス測定装置

電気化学インピーダンス測定の概要を図2に示す。試料は基板（アルミ板 A1100）に前処理として球状合成ジルコンまたはアルミナ粒子でプラスト処理をし、防食膜をスプレー塗布したものをを用いた。

電極は作用電極に試片をつなぎ、対極にはステンレス板を用いた。参照電極は対極と接続し2極法にて行った。試料は電解液中に入れ、自然電位状態に保持した。電解液は5%NaCl溶液とし、空気を送り込んで溶存酸素濃度を飽和させた。そして周波数20kHzから0.1Hzまで変えて振幅10mVの交流を重畳して測定を行った。

2.3 薄膜微構造評価

膜表面の観察には、電子顕微鏡（日立ハイテク製 S-3000NA）を使用した。膜の表面粗さは、表面粗さ計（ランク・テラー・ホブソン社製 フォーム・タリサーフ）を用いて評価した。

3. 実験結果及び考察

3.1 誘電率測定

防食膜を測定周波数1GHzで測定した結果、容積20mm³以上の場合に誘電率3.16の値が測定できた。それ以下の容積の場合は測定不可となった。従って、防食膜の誘電率測定では20mm³の値が限界と思われるが、さらに基板の形状を変えるなどして影響を調べる予定である。

3.2 防食性能評価

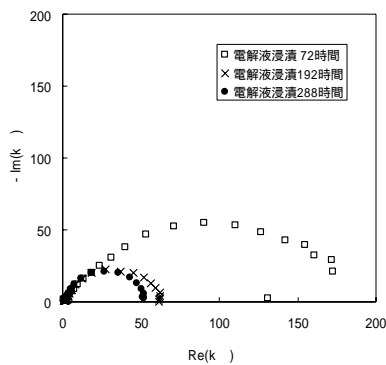


図3 インピーダンス測定結果(ジルコン前処理、膜厚10μm)

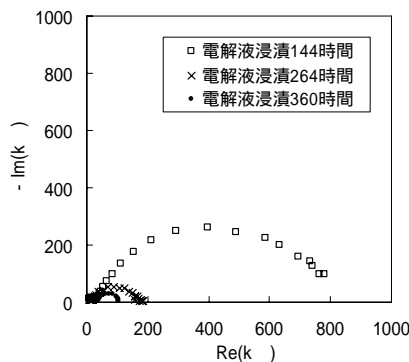


図4 インピーダンス測定結果(ジルコン前処理、膜厚30μm)

得られたインピーダンス測定結果を図3、図4に示す。前処理にジルコンを用いたものは、浸漬時間を長くすると腐食が進行してインピーダンスが小さくなる傾向となった。また、膜厚を10μmから30μmにすることによりインピーダンスが大きくなり、防食性能と比例することが確認された。

3.3 薄膜微構造評価

異なるプラスト処理材(球状合成ジルコン、アルミナ)の防食膜のSEM像を図5、図6に、表面粗さの結果を表1(サンプル1,2)に示す。球状合成ジルコンの場合は、1~20μm程度のくぼみが形成されているものの表面は比較的滑らかであるが、アルミナの場合は尖鋭で深くくぼみが形成されており、プラスト処理材により表面状態が違ってくることが確認できた。また、表1(サンプル3,4)から、中空シリカを添加した防食膜の場合、表面の状態が悪くなっていることがわかった。ナノ中空シリカ粒子の凝集が原因だと思われる。表面状態の改善のためには、中空粒子の分散状態を改善することが必要である。

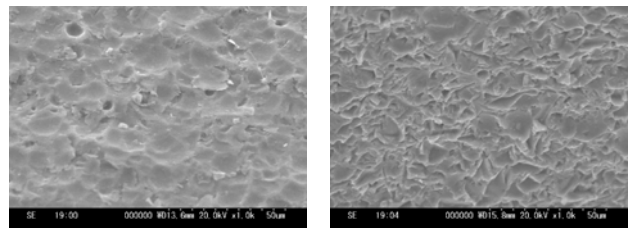


図5 ジルコンプラスト基板 図6 アルミナプラスト基板

表1 防食膜の表面粗さ測定結果

サンプル	膜厚 μm	備考	算術平均粗さ Ra(μm)	最大高さ Ry(μm)	十点平均粗さ RzDIN(μm)
1	-	ジルコンプラスト	0.702	6.088	4.910
2	-	アルミナプラスト	0.691	5.492	4.915
3	5.3	中空粒子なし	0.144	2.582	1.319
4	14.9	中空粒子添加	0.281	3.722	2.376

4. 結び

本研究では、ナノ中空粒子含有の低誘電率絶縁膜の誘電率測定、防食性能評価、薄膜微構造評価の三点について検討した結果、とくに防食性能の評価方法について概ね有効性が確認できたものと思われる。ただし、データ数がまだ少ないため、すべてのサンプルで適用できるとは言い難く、今後データ数を増やし、さらに信頼できる評価法を検討していく予定である。

謝辞

本研究は、地域新生コンソーシアム「ナノ中空粒子を用いた超低誘電率絶縁膜および防食膜の研究開発」の一環として行われた。ご助言をいただいた名古屋工業大学セラミックス基盤工学研究センター藤正督先生、グランデックス株式会社藤本恭一様に感謝いたします。