

4. マグネトロンスパッタ装置を用いた低温成膜技術

装置技術科 ○菅原智明、田谷嘉浩

工業材料開発科 下野 功

室蘭工業大学 福田 永

北海道職業能力開発大学校 吉野正樹、西野元一

1.はじめに

電子デバイス用薄膜を作製する場合、基板の加熱は、薄膜成長過程で生じる欠陥等を減少させることから、一般的に薄膜の特性向上に効果がある。しかし、最近では基板や下地層の劣化が問題となることがあり、基板温度を低く抑えた室温下(低温)での成膜が求められている。

マグネトロンスパッタ法(磁場によって高密度のプラズマを発生させ、薄膜を作製する方法)は、他の成膜方法の分子線エピタキシャル法、化学気相成長法、レーザーアブレーション法と比較し、大面積に成膜可能という特徴があり、現在では透明電極、弾性表面波フィルタ、絶縁保護膜の作製に利用されている。また、高エネルギー粒子が基板へ衝突しながら薄膜成長するため、低温基板にも結晶性の優れた薄膜が作製できると言われている。しかしながら、成膜プロセスの複雑さや薄膜評価の技術的困難さのため、詳細なデータは少ない。本研究では、低温成膜技術の開発を目的に、硫化亜鉛薄膜を作製し、特にアルゴンガス圧力の効果について検討した。

2.実験方法

2.1 薄膜の作製

マグネトロンスパッタ装置の概略を図1に示す。ターゲットには純度 99.99 %の硫化亜鉛 (ZnS) 焼結体を用い、高周波電力を 25W 一定、ターゲット-基板間距離を 35~85 mm とし、アルゴン (Ar) ガス圧力を 1~16 mTorr まで変化させ、非加熱の石英ガラス基板へ 90~220 min スパッタ成膜した。

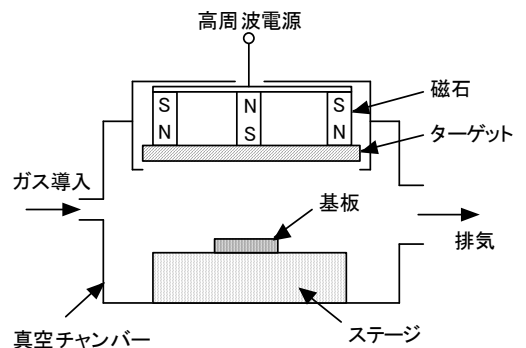


図1 マグネトロンスパッタ装置の概略図

2.2 薄膜の分析と評価

膜厚は、基板表面の一部をカバーガラスで覆って成膜した後、カバーガラスを取り除いて段差を形成し、表面形状測定器で測定した。試料の組成分析にはエネルギー分散型X線分光(EDS)分析装置を用いた。薄膜の結晶性および配向性は、X線回折(XRD)測定により評価した。試料の表面観察および断面観察には、電界放射走査型電子顕微鏡(FE-SEM)を用いた。

表1 スパッタ条件、成膜速度および組成

3.実験結果

3.1 成膜速度と組成

表1に成膜速度と組成を示す。成膜速度は、Arガス圧力が高いほど、またはターゲット-基板間距離が長いほど、低くなる傾向が見られた。EDS分析の結果、ZnS薄膜の組成は、Znが50.5~52.6 at%、Sが47.4~49.5 at%とほぼ1:1であることが分かった。

Arガス圧力 (mTorr)	1	2	4	8	16				
ターゲット-基板間距離 (mm)	50				35	60	85		
高周波電力 (W)	25								
スパッタ時間 (min)	100				90	100	220		
成膜速度 (nm/min)	10.9	9.5	10.0	8.8	6.6	10.6	4.9	2.7	
膜厚 (nm)	1089	947	996	876	661	950	489	584	
組成 (at%)	Zn	50.5	51.2	50.7	50.6	51.3	52.6	51.2	51.1
	S	49.5	48.8	49.3	49.4	48.7	47.4	48.8	48.9

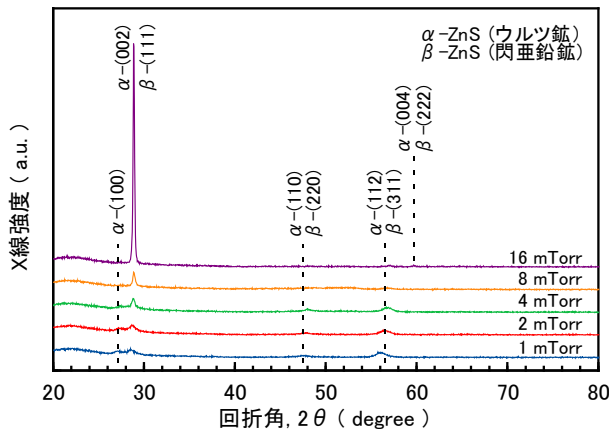


図2 X線回折結果

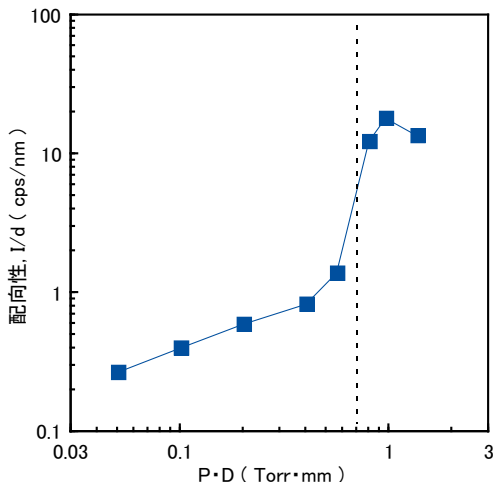
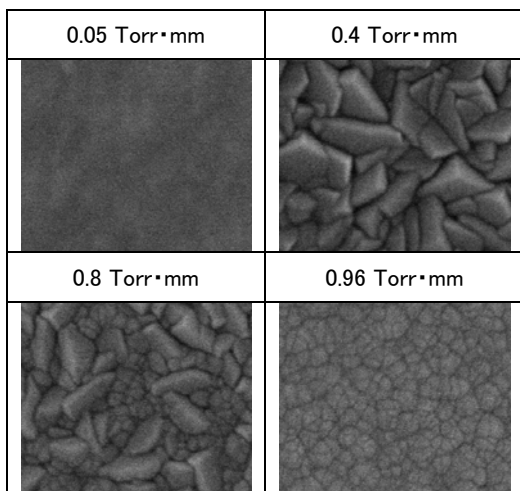


図3 (111) 配向の P·D 依存性



100 nm

図4 薄膜表面の FE-SEM 観察結果

特に P·D を 0.8 Torr·mm 以上とし、スパッタ粒子のエネルギーを表面マイグレーションエネルギーまで低くしたとき、柱状構造の結晶性薄膜が形成することを明らかにした。今後は発光特性や電気伝導性など、薄膜の機能面に注目し、不純物添加(ドーピング)技術の向上を図る予定である。

3.2 薄膜の構造

ターゲット-基板間距離を 50 mm とし、種々の Ar ガス圧力で作製した試料の X 線回折結果を図 2 に示す。Ar ガス圧力が 1 mTorr と低いとき、回折強度は弱いが、Ar ガス圧力が高くなるにしたがってウルツ鉱 (002) あるいは閃亜鉛鉱 (111) ピークが見られるようになり、16 mTorr では回折強度は急激に強くなった。薄膜の構造については、閃亜鉛鉱構造が 1020°C 以下で安定なこと、基板温度 100°C で作製した ZnS 薄膜が閃亜鉛鉱構造という報告があることから、本実験の試料は主に閃亜鉛鉱構造であると考えられる。また、Ar ガス圧力を 16 mTorr 一定として、

ターゲット-基板間距離を 35~85 mm まで変化させたとき、ターゲット-基板間距離 50 mm 以上で閃亜鉛鉱 (111) ピークが強くなることも分かった。

Motohiro らは、ターゲットから 10 eV のエネルギーのスパッタ粒子が放出されると仮定し、平均自由行程 (λ) とターゲット-基板間距離 (D) をパラメータとして、基板に到達するスパッタ粒子のエネルギーをモンテカルロシミュレーションによって調べた。実際の成膜では λ をパラメータとすることは難しいため、本実験においては、 λ と反比例関係にある Ar ガス圧力 (P) をパラメータとし、P と D の積 (P·D) について検討した。図 3 に (111) 配向の P·D 依存性を示す。その結果、P·D が大きくなるとともに (111) 配向は徐々に強くなり、0.8 Torr·mm 以上で急激に増加した。このときの D/ λ の値は、Motohiro らのシミュレーション結果によると、ターゲットから放出されたスパッタ粒子が気体原子に衝突してエネルギーを失い、熱平衡化する領域であることが分かった。

図 4 に、試料表面の FE-SEM 観察結果を示す。P·D が 0.05 Torr·mm と小さいとき、SEM 像はコントラストが低く、表面の凹凸は小さいと考えられる。P·D=0.4 Torr·mm では結晶粒が明確に認められ、0.8 Torr·mm では大きな結晶粒の間に微細な結晶粒が観察される。さらに P·D が増えると、大きな結晶粒は消え、微細な結晶粒で埋め尽くされるようになる。また、試料の断面観察の結果から、0.8 Torr·mm 以上のとき、柱状構造となることが分かった。

4.まとめ

マグネトロンスパッタ装置を用いた低温成膜において、Ar ガス圧力を変化させることにより、薄膜の配向性を制御できることが分