

DC スパッタ装置の特性と銀薄膜の堆積

大向雅人* 石田啓一** 堤保雄*

Characteristics of DC Sputtering Apparatus and Deposition of Ag Thin Films

Masato OHMUKAI, Keiichi ISHIDA and Yasuo TSUTSUMI

ABSTRACT

Sputtering is one of a widely used method for forming inorganic thin films. The advantage of this method is the possibility of forming films of high-melting-point materials. It is reported here the examined characteristics of a DC sputtering apparatus built in our laboratory. Among many kinds of sputtering systems, the DC sputtering apparatus is a simple and low-cost one. In addition, our system consists of a unique vacuum chamber with a see-through glass cylinder sandwiched by two stainless steel flanges; the whole inner setup can be well observed from the outside of the vacuum chamber. The discharge voltage was determined to be 1.6 or 0.2 kV under the pressure of argon in the chamber being 10 or 20 Pa, respectively. Using this apparatus, we deposited Ag films on glass substrates under the pressure of 20 Pa in the vacuum chamber. The target current conditions were 100, 150 and 200 mA where deposition time was 15, 30, 45 and 60 min. The thickness of the film was determined from the transmittance experiment of laser light at 633nm with the help of absorption coefficient at the wavelength. The thickness was strictly proportional to the deposition time. The deposition rate was dependent on the target current.

KEY WORDS: DC sputtering, characterization, Ag film, thin film deposition

1. はじめに

一般に薄膜は多方面で重要な役割を果たしている。特に半導体デバイスの分野においては、薄膜はなくてはならないものである。半導体薄膜は電子デバイスの能動素子として用いられており、その重要性は論を待たない。絶縁体の薄膜はコンデンサの絶縁体として重要であるばかりか、半導体デバイスの MOS-FET (MOS 型電界効果トランジスタ) の重要な要素となっている。また金属薄膜は電極として用いる導電材料であり、半導体デバイスに欠かせない。

金属薄膜の材料としては金、銀、銅、アルミニウムなどがよく知られている。アルミニウムは値段が安く、魅力的な材料ではあるが、抵抗率が $27.5 \text{ n}\Omega \cdot \text{m}$ で若

干大きいという欠点がある。反対に、銀は値段が少し高めであるが、抵抗率があらゆる物質の中で最も小さい値である $16.2 \text{ n}\Omega \cdot \text{m}$ であることから、導電材料としては最適な物質であるといえる。

また銀は導電性を持つというだけでなく、抗菌性を持つことでよく知られている。プラスチック材料の表面に銀イオンのプラズマイオン注入法で加工 (Pika Power 加工) することにより、耐水性抗菌持続性試験 (ISO 22196) をクリアしている^{1,2)}。従って銀を物質表面に堆積させることは、単に電極としてだけではなく、抗菌性能が必要となる材料の表面を改質する分野においても非常に興味深い技術である。

薄膜を作る一般的な方法としては電解メッキや無電解メッキが古くから行われてきた。これはマイクロオーダーの比較的厚い膜を作るのには適しているが、ナ

*電気情報工学科、**明石高専卒業生

ノメーター級の非常に薄い薄膜を形成するためには、とても制御が難しいという難点がある。またこれらの方法は溶液を使用するため不純物による汚染も問題となり、決して高度な技術であるとは言えない。

これに対して気相で成長させる方法は、高純度での薄膜の作製に適している。気相成長の技術の中で最もシンプルかつ低コストの方法として、真空蒸着法が広く知られている³⁾。この方法は材料を熱で溶解させ自然に蒸発する現象を利用したものであり、高純度金属の成膜に向いているが、成膜速度を制御したり膜厚を制御したりすることは容易ではない。

真空蒸着法と異なり、スパッタ方式と呼ばれる方法においては、放電によって生成された不活性ガスイオンが固体の原料であるターゲットに衝突することにより、原料の元素がはじき出され、それが基板に堆積していく。従って真空蒸着に比べ成膜速度が非常に遅く、膜厚の制御がやりやすい利点がある。

スパッタ方式の中には、DCスパッタ（直流スパッタ）、RFスパッタ（交流スパッタ）、マグネトロンスパッタ、反応性スパッタなどが知られている。その中で特にDCスパッタの装置は、構造が最もシンプルで低価格であるという大きな利点を有している。

本論文では、当研究室で組み立てたDCスパッタ装置の特性を調べた結果を報告するとともに、本装置を用いて銀薄膜を成膜し、その際の成長速度の特性について述べる。

2. 装置概要とその性能

真空排気部分は徳田製作所（現在は芝浦エレテック株式会社）のEH-3Aで、ロータリーポンプと空冷の油拡散ポンプからなっている。これに直径 270mm で長さ 280mm のガラスの円筒を、ステンレス製の円形フランジ 2 枚で挟んだ構造をした特注の真空容器を接続した。そのため、内部が良く見える利点があると同時に、装置の価格も低く抑えることができた。

真空容器内が 1 気圧の状態からロータリーポンプを作動させ始めて 1 時間で 0.7 Pa まで気圧が下がり、2 時間で圧力が 0.4 Pa まで到達した。このことは、真空容器内を 5Pa から 20Pa に保つために十分な排気性能であることが分かる。真空容器の中の不純物である空気を取り除くために、油拡散ポンプを用いて 10^{-3} Pa 程度まで排気し、それからアルゴンを注入して、排気するという手順を数回繰り返した。これは真空容器内の吸蔵ガスを取り除くとともに、容器内にアルゴンのみで置換するためである。

真空容器内の圧力は排気側のバルブとアルゴンガス

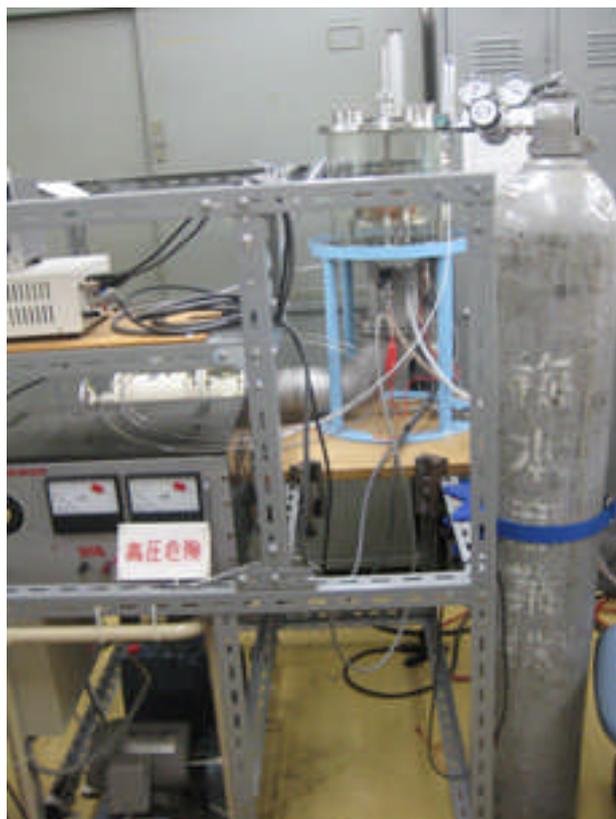


図 1 DC スパッタ装置（右：アルゴンガスボンベ、中央上：真空容器、左中央：高圧電源、左下：真空ポンプ）

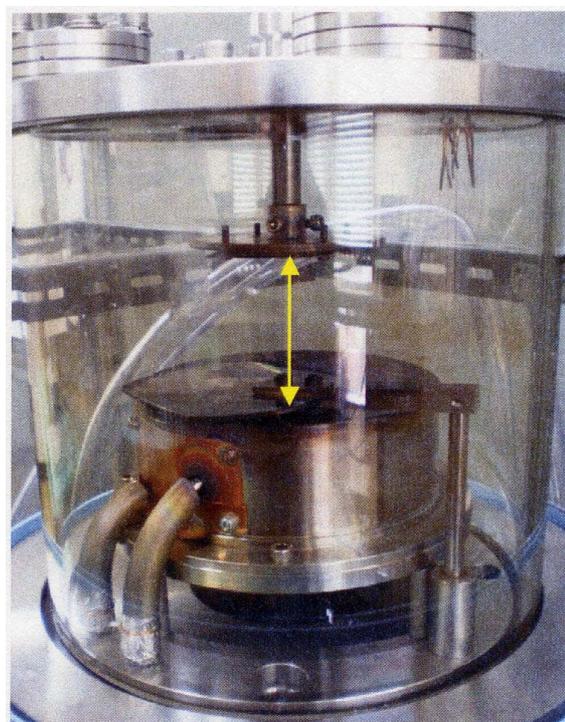


図 2 真空容器内の様子。黄色の矢印はターゲット（下側）と基板（上側）を示し、間隔は 40 mm に設定した状態である。

を導入するバルブの調節でコントロールした。具体的には排気側のバルブを 1/2 回転開けた状態で、アルゴンガスの導入バルブの開ける度合を変えた。導入バルブを 5/4、7/4、13/6 回転、開けることにより、それぞれ 5、10、20 Pa の圧力となった。これらの圧力のときに放電開始電圧はそれぞれ 2 kV 以上、1.6、0.2 kV であった。この装置ではターゲットに印加する電圧は最大 2 kV であるため 5 Pa の圧力では放電をさせることができない。

3. 銀薄膜の成膜条件

銀薄膜を堆積させるガラス基板は 10mm×40mm に切り出し、アセトンに浸して 10 分間超音波洗浄を 2 回行い、その後エタノールで 10 分間超音波洗浄し乾燥させた。

この基板を銀ターゲット（直径 70 mm）から 80 mm 離し、ターゲットに対して平行になるように設置した。堆積の際は真空容器内の圧力は 20 Pa とし、15 分ごとに基板の位置をずらすことにより、成膜時間を 15 分、30 分、45 分、1 時間の 4 種類となるようにした。またターゲット電流は 100、150、200 mA の 3 種類について同様の実験を行った。

4. 膜厚の測定

膜厚の測定にはランベールの法則を利用して、光学的に測定を行った。直接的な膜厚測定法として触針型表面粗さ計を用いる方法があるが、これは段差を測定することにより膜厚を調べる方法であるため、膜の端の部分しか測定することができない。それに対し光の透過率による測定は膜の中央部分を測定することもできると同時に、非接触で測定することができるので、膜の表面を痛める心配も皆無であり、優れている。

用いた光源は He-Ne レーザー ($\lambda=633\text{nm}$) でチョッパーを通して薄膜に照射し、透過した光の強度をシリコンフォトダイオードで検出した。その際ロックインアンプで増幅した。薄膜の堆積した部分の透過強度と薄膜が堆積していないガラス基板のみの部分との比をとった。吸収係数は $4\pi\kappa/\lambda$ と表され、 κ (消失係数) は 633nm において 3.99^{d} である。

5. 銀薄膜の膜厚と成長速度

堆積時間によって、またターゲット電流によって堆積した試料の光の透過率が異なっていた。3 種類のターゲット電流 100、150、200 mA における、銀薄膜の膜厚と堆積時間との関係を図 3 に示す。1 時間以内の堆積時間においては膜厚と堆積時間はかなり厳密に比例関係

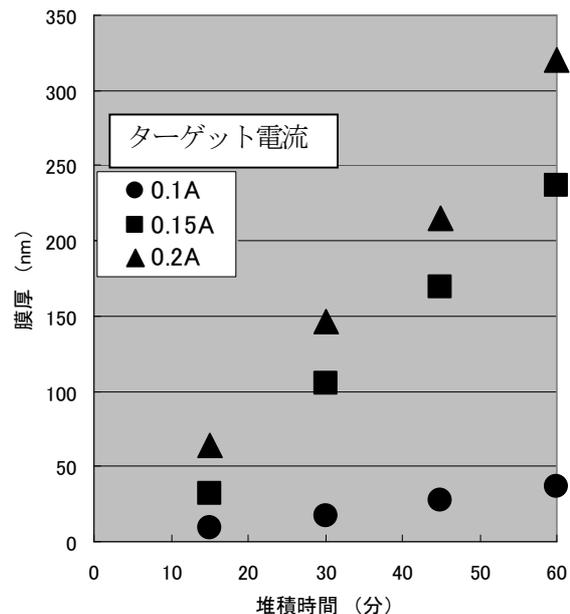


図3 3種類のターゲット電流による膜厚の堆積時間依存性。3 つとも比例関係が厳密に成り立っている。

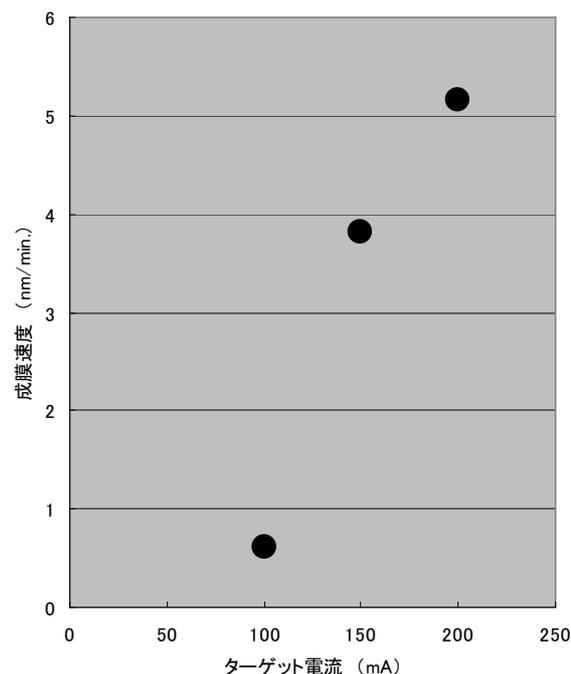


図4 ターゲット電流に対する成膜速度の変化（図 3 における直線の傾きから算出）

にあることが分かる。

ターゲットにかかる電圧が直流であるためプラズマ内に生成されたアルゴンイオンはターゲットに向かって効率よく加速され、膜が成長している基板側がスパ

ッタされる、いわゆる逆スパッタと呼ばれる現象が起こりにくいと考えられる。そのため図 3 に示すように膜厚が堆積時間に対して厳密に比例しているものと考えられる。

図 3 の直線の傾きから膜の成長速度を求めることができる。3 種類のターゲット電流についての成長速度を求めたものを図 4 に示す。成長速度はいずれも 10 nm/min 以下の値を持つことがわかる。この範囲では膜厚を制御しやすい成長速度であるといえる。また図 4 から 70 mA 程度を閾値として成膜速度が急峻に立ち上がっていることが分かった。

6. おわりに

本論文では、シースルー型の DC スパッタリング成膜装置を組み立て、その特性を調べた結果、真空容器内

の圧力が 5 Pa では放電開始電圧が 2 kV 以上となるが、また 10、20 Pa においてはそれぞれ 1.6、0.2 kV となることが明らかとなった。真空容器内の圧力を 20 Pa でターゲット電流を 100、150、200 mA としたときの成長速度はそれぞれ 0.611、3.81、5.16 nm/min となり、膜厚は堆積時間に比例することが分かった。

参考文献

- 1) 特許第 4324639 号
- 2) <http://kohkin.biz/>
- 3) M. Ohmukai, H. Kubota and Y. Tsutsumi: "The absorption band at 1.128eV of copper phthalocyanine films" *Appl. Phys. A* **88** (2007) 315-317.
- 4) E. D. Palik: "*Handbook of Optical Constants of Solids*", academic Press.