

誘導結合プラズマ支援反応スパッタリング法による窒化膜の開発

福田 匠*

Development of Nitride Films Formed by Reactive Sputtering
Enhanced with an Inductively Coupled Plasma
Takumi Fukuda

1. 緒言

窒化チタン(以下, TiN)膜や窒化クロム膜等に代表される金属窒化膜は, 工具や金型の寿命延長を目的に広く用いられている. これらの皮膜は, 主にアークイオンプレATING法や反応スパッタリング法に代表される PVD 法により成膜されている¹⁾が, 山口県産業技術センター(以下, 産技センター)では, 通常のリアクションスパッタリング装置のターゲットと基板間にコイルを挿入し, 当該コイルに高周波電力を投入し, 誘導結合プラズマを発生させた状態で成膜を行う, 誘導結合プラズマ支援(以下, ICP 支援)反応スパッタリング法²⁾による各種窒化膜の成膜を検討しており, 様々な有用な特性を確認している.

本手法の成膜対象物として想定される工具や金型は, 一般的に凹凸部や鋭利なエッジ部等からなる複雑な形状を有していることが多い. そのため, 本手法がそれら複雑形状に対してどのような被覆性を有するかを検討することは非常に重要である. 本報告では特に, 立方体形状のエッジ部における TiN 膜の被覆性について検討を行ったため, その結果を報告する.

2. 実験方法

2・1 成膜装置

産技センター保有の反応スパッタリング装置(ユーテック製 YE-1721)の外観を図 1 に示す.

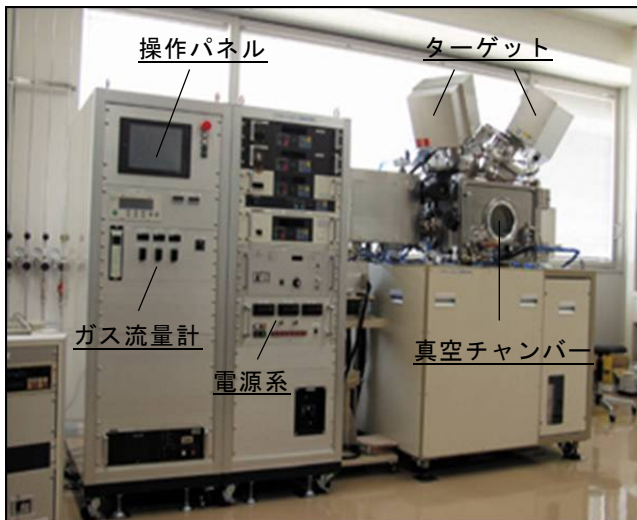


図 1 装置外観

装置は, 真空チャンバー, その上部に設置された 3 つのターゲット, ターゲットと基板およびコイルに電力を投入する電源系, ロータリーポンプ(以下, RP), メカニカルブースターポンプ(以下, MBP)およびターボ分子ポンプ(以下, TMP)からなる排気系, 真空チャンバー内にアルゴンガスや窒素ガスを導入するガス導入系等から構成されている.

次に真空チャンバー内の概略図を図 2 に示す. 図に示すように, 真空チャンバー内には, ターゲットと基板, そしてターゲットと基板の間に 1 ターンのコイルが設置されている. ターゲットには Low Pass Filter を介して直流電源が, 基板にはバイアス印可用に, コイルには誘導結合プラズマ発生用に高周波電源が接続されている. 図のような構成とすることで, コイルにより高密度な誘導結合プラズマを発生させた状態で, 反応スパッタリング法による窒化膜の成膜を実施することが可能となっている.

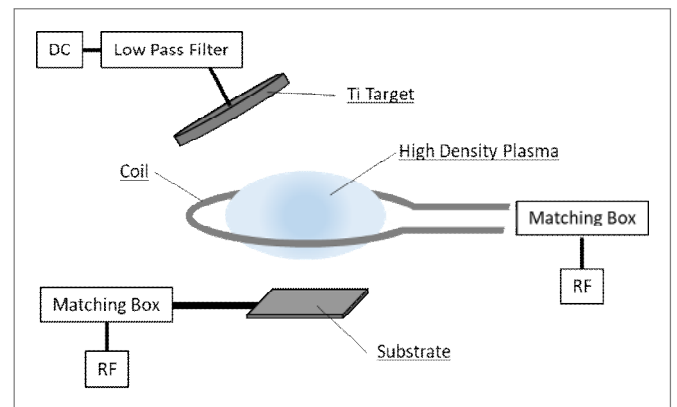


図 2 真空チャンバー内概略図

2・2 成膜および評価方法

立方体形状エッジ部に対する被覆性の評価には図 3 に示すような, 15mm×20mm×40mm のステンレス製のブロック材のエッジ部に, アセトン中で 15 分間超音波洗浄した 10mm×20mm 程度の単結晶シリコンウェハを貼り付けたサンプルを使用した. サンプルを真空チャンバー内に設置した後, RP, MBP および TMP を用いて, チャンバー内圧力が 2.0×10^{-3} Pa 以下となるまで排気した. 成膜の前処理として, サンプルに対するアルゴンイオンによるボンバード処理を行い表面を清浄化した後, チャンバー内にアルゴンガスと窒素ガスを導入し, TiN 膜の成膜を行った. 成膜時の様子を図 4 に示す.

* 技術支援部 材料技術グループ

成膜後のシリコンウェハを切断し、その断面をフィールドエミッション走査電子顕微鏡(日本電子製 JSM-7000F)を用いて観察し、エッジ部からの膜厚の分布を測定した。

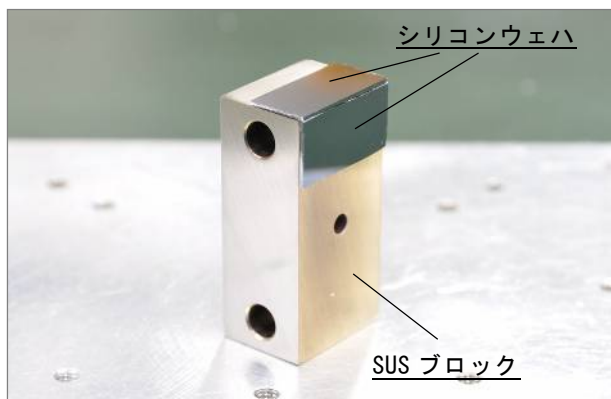


図3 評価サンプル外観



図4 成膜時の様子

3. 実験結果

シリコンウェハ断面より測定したTiN膜の膜厚測定結果を図5に示す。図から分かるように、ICP支援の有無にかかわらず、サンプルエッジ付近では膜厚が減少していることが分かる。これは、エッジ効果によりサンプルエッジ部において電界が集中し逆スパッタ現象が生じたものであると推察される。また、サンプルエッジ部における被覆性の低下は、ICP支援を行っていないサンプルと比較して、ICP支援を行ったサンプルにおいて、より顕著に認められる結果となった。これは、ICP支援によりイオン化率が増加し³⁾、プラズマ中のイオン等の荷電粒子が増加した結果、サンプルエッジ部における電界集中の影響を受けやすくなったためであると推察している。

次に、ICP支援を行った状態で、基板に印可するバイアスを変化させた際の、サンプルエッジ部での皮膜の被覆性について検討した結果を図6に示す。図より、バイアス電力100Wにおいては、エッジ部から1mm以下の範囲では膜厚は50nm以下にまで減少しているが、バイアスへの投入電力が減少するに従って、エッジ部周辺の膜厚が増加していることが分かる。これは上記のエッジ部における電界の集中が緩和したことに起因するものと考えられ、バイア

スへの投入電力によってエッジ部の被覆性を制御可能であることを示唆している。

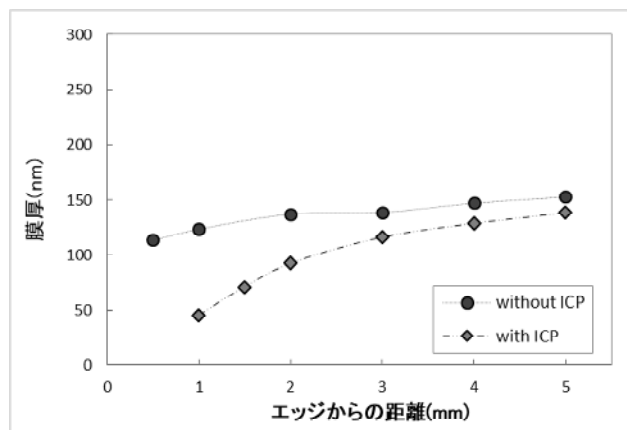


図5 膜厚分布測定結果(ICP支援の影響)

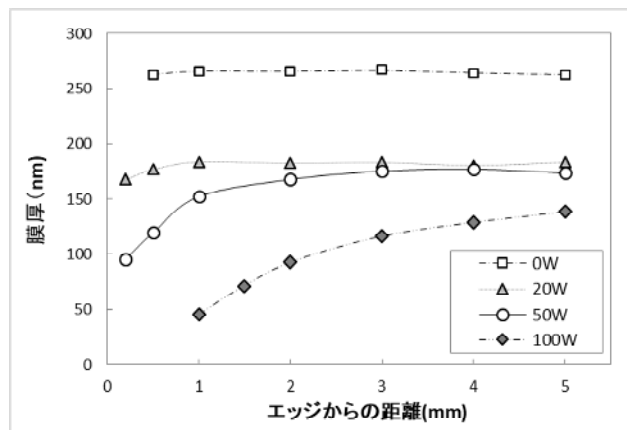


図6 膜厚分布測定結果(バイアスの影響)

4. 結 言

本報告では、産技センター保有のICP支援反応スパッタリング装置の概要を報告した。また、立方体形状のエッジ部への被覆性について検討を行った結果、ICP支援を行うことでイオン化率が増加しプラズマ中のイオン等の荷電粒子が増加した結果、サンプル形状に起因するサンプル周辺の電界の不均一性の影響を受け易くなり、被覆性が低下する可能性があること、また、被覆性はバイアスへの投入電力により制御可能であることを報告した。これまでの研究で、ICP支援反応スパッタリング法は、通常反応スパッタリング法では得難い有用な皮膜を成膜可能であることを確認しているため、今後も本手法を用いて様々な窒化膜の検討を行っていく予定である。

参考文献

- 1) 仁平宣弘: はじめての表面処理技術, 工業調査会, p. 82 (2001).
- 2) 森田正, 山本直志, 倉内利春, 松浦正道: 日本応用磁気学会誌, **23**, P. 1161-1164 (1999).
- 3) Eiji. Kusano, Naoto. Kikuchi: *Thin Solid Films*, **634**, p. 73-84 (2017).