

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チタン皮膜の開発

福田 匠*

Development of TiN Films Formed by Reactive Sputtering
Enhanced with an Inductively Coupled Plasma

Takumi Fukuda

1. 緒 言

工具や金型の寿命延長を目的に広く用いられている窒化チタン (TiN) 皮膜や窒化クロム皮膜等の金属窒化物系薄膜は、主にアークイオンプレーティング (AIP: Arc Ion Plating) 法や反応スパッタリング法に代表される PVD (Physical Vapor Deposition) 法により成膜されている。PVD 法により緻密な皮膜を得るためには、皮膜の前駆体である気相中の粒子のイオン化率向上が有効とされるが、一般的にスパッタリング法のイオン化率は AIP 法と比較して低いので、イオン化を促進する様々な手法が検討されている¹⁾。

本研究では、通常の反応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、当該コイルにより発生させた誘導結合プラズマ (ICP: Inductively Coupled Plasma) により気相中粒子のイオン化を促進させた状態でスパッタリングを行う、ICP 支援反応スパッタリング法^{2,3)}を用いて TiN 皮膜の成膜を行い、コイルへの投入電力が皮膜特性に及ぼす影響を検討したため、その結果を報告する。

2. 実験方法

2・1 成膜方法

ICP 支援反応スパッタリング法の概略図を図 1 に示す。図に示すように、Ti ターゲットと基板の間にステンレス製の 1 ターンコイルが挿入されている。

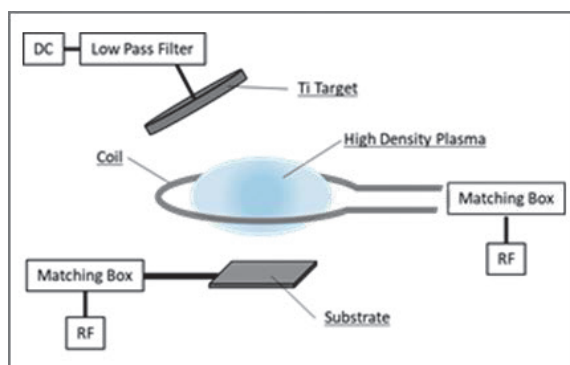


図 1 ICP 支援反応スパッタリング法概略図

アセトン中で 15 分間超音波洗浄を行った単結晶シリコンウェハ基板を基板ホルダ上に設置した後、チャンパー内圧力が 2.0×10^{-3} Pa 以下になるまで真空ポンプによる排気を行った。成膜の前処理として、サンプル表面に対するアル

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、チャンパー内にアルゴンガスと窒素ガスを導入し TiN 皮膜の成膜を行った。ターゲット及び基板に投入される電力をそれぞれ 500W, 100W に設定し、コイルへの投入電力を 0W, 50W, 100W と変化させた 3 水準の皮膜を成膜した。成膜条件を表 1 に、成膜中のチャンパー内の様子を図 2 に示す。

表 1 成膜条件

Target power	500W
ICP power	0W, 50W, 100W
Substrate bias	100W
Substrate temperature	250°C
deposition time	120min

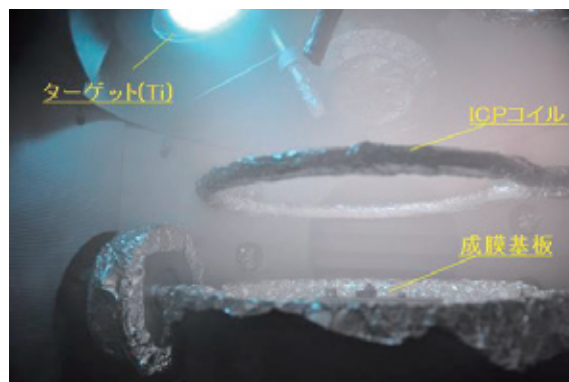


図 2 成膜中のチャンパー内の様子

2・2 成膜の評価方法

成膜された TiN 皮膜に対して、硬さ、膜厚、表面粗さ及び結晶性の評価を行った。

硬さ測定には、超微小押し込み硬さ試験機 (エリオニクス製 ENT-1100a) を使用し、押し込み荷重は押し込み深さが膜厚の 1/10 以下となるよう 2mN に設定した。膜厚は、成膜後のシリコンウェハを切断し、その劈開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) を用いて観察し測定した。表面粗さ測定には走査プローブ顕微鏡 (島津製作所製 SPM-9600) を使用し、ダイナミックモードにて表面形状像を取得し算術平均粗さ Ra を算出した。皮膜の結晶性評価には X 線回折装置 (リガク製 SmartLab) を使用し、CuK α 線を用いた X 線回折プロファイルの測定を行った。

3. 実験結果

* 技術支援部材料技術グループ

成膜された TiN 皮膜の外観を図 3 に示す。図に示すように、全てのサンプルにおいて、TiN 皮膜の特徴である、金色の外観を有していることが分かる。

次に、TiN 皮膜の硬さ及び膜厚の測定結果を図 4 に示す。コイルへの投入電力 0W で成膜された通常の TiN 皮膜の硬さは 25GPa 程度であったが、コイルに電力を投入することで皮膜硬さは 33GPa 以上に増加し、ICP 支援により皮膜硬さが大きく増加することが確認された。一方、膜厚はコイルへの投入電力が増加するに従い一様に減少する傾向があることが確認された。



図 3 成膜品の外観

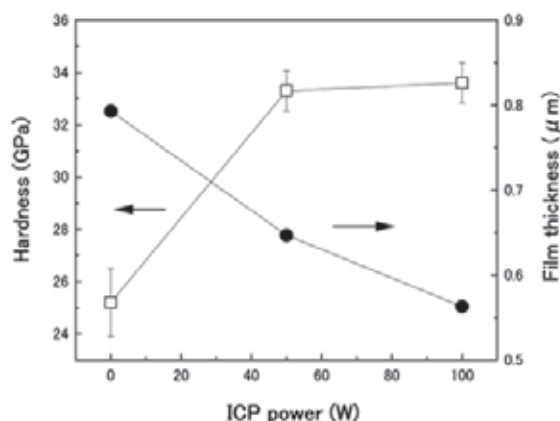


図 4 皮膜硬さ及び膜厚測定結果

次に、走査プローブ顕微鏡を用いて観察した表面形状観察像を図 5 に示す。図より、コイルへの投入電力 0W で成膜した TiN 皮膜表面の粗さは $Ra=2.51\text{nm}$ 程度であるが、投入電力 50W で $Ra=0.62\text{nm}$ に変化しており、ICP 支援により表面の平滑性が向上することが確認された。しかし、投入電力を 100W に増加させることで表面粗さは $Ra=1.33\text{nm}$ とやや低下していることから、平滑な表面を得るためにはコイルへの投入電力に最適値があることが分かった。

上記のように、ICP 支援により、皮膜硬さ、膜厚及び表面粗さが大きく変化することが確認された。これは ICP 支援によりイオン化率が増加したことで、基板表面に到達したスパッタ粒子の表面拡散が促進され緻密で平滑な皮膜が形成されたことや、基板表面への逆スパッタ現象が生じたこと等が原因であると推察される。

次に、X 線回折測定結果を図 6 に示す。コイルへの投入電力 0W では弱い TiN(200) のピークが確認できる程度であるが、コイルに電力を投入し ICP 支援を行うことで強い TiN(111) ピークが発現しており、ICP 支援により皮膜の結

晶性が大きく変化することが確認された。ICP 支援により皮膜が強い配向性を示す原因は不明であり、今後更なる検討が必要である。

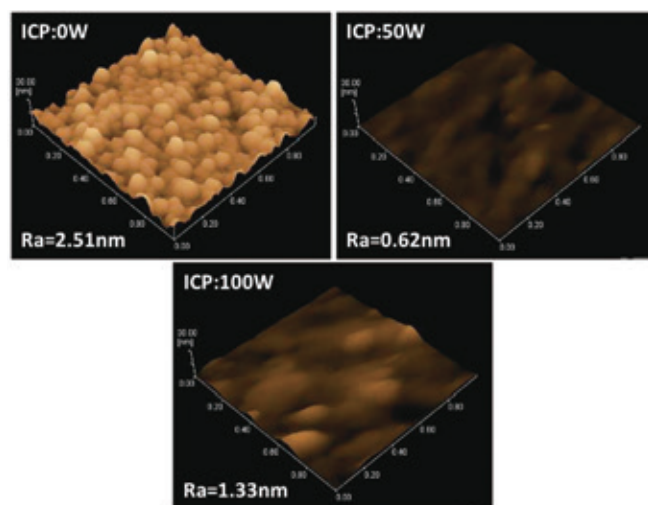


図 5 表面粗さ測定結果

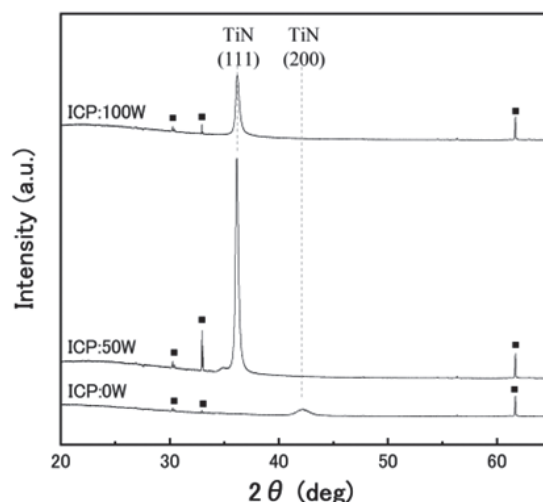


図 6 X 線回折測定結果

4. 結 言

ICP 支援反応スパッタリング法を用いて TiN 皮膜を成膜し、コイルへの投入電力が皮膜特性に及ぼす影響について検討を行った結果、ICP 支援を行うことで、膜厚が減少すること、皮膜硬さが増加すること、表面の平滑性が向上すること、皮膜の結晶性が大きく変化すること等が確認された。今後は本手法で得られた TiN 皮膜の実用化検討や、TiN 皮膜以外の様々なセラミックコーティング皮膜への本手法の応用検討を行っていく予定である。

参考文献

- 1) K. Nakayama : J. Vac. Sci. Jpn, 53, 480(2010).
- 2) T. Nakamura, K. Okimura : Vacuum, 74, 391(2004).
- 3) J. W. Lin, H. S. Park, T. H. Park, J. J. Lee : J. Vac. Sci. Technol. A, 18, 524(2000).