平板マグネトロンスパッタリングによる Al-Cu 合金膜の作成*

田畑 三郎**, 真壁 遼治**, 上田 映介***, 花坂 孝雄***

(昭和53年12月20日受理)

Preparation of Al-Cu Film by Planer Magnetron Sputtering

Saburo TABATA**, Ryoji MAKABE**, Eisuke UEDA***
and Takao HANASAKA***

(**Government Industrial Research Institute, Osaka)

(***Shimadzu Seisakusho, LTD)

(Received December 20, 1978)

1. はじめに

マグネトロンスパッタリングは従来のスパッタリングに比較して膜の生成速度が約1桁大きいので電子部品用のコーティングを中心に重要な地位を占めつつある。筆者らはマグネトロンスパッタリングにおけるスパッタ源がいわば線状であることに注目し(他方、真空蒸着は点状、従来のスパッタリングは面状と考えられる)、純AlおよびCuをターゲットに使用し、同時にスパッタさせることによって合金膜を作成し、その性質を調べたので、ここにその結果を報告する。

2. 膜の作成および分析方法

装置は長方形ターゲットを備えた平板マグネロン形のスパッタリング装置であり、油拡散ポンプにて 1×10^{-5} Torr まで排気できる。圧力は1 Torr $\sim 10^{-7}$ Torr まで測定できる電離真空計 IM-10 (ライボルトーヘラウス社製) で全領域を測定した。

膜の作成条件および膜の分析方法を Table 1 に示す。ターゲットと基板との距離は55 mm, RF および DC 放電によるプレスパッタ時間は約30分に設定した。

3. 実 験

実験にあたっては最初に Al 膜, Cu 膜を作成し、次いで Fig. 1 (a) のように基板を静止させた場合と, Fig. 1 (b)

Table 1 Property of material, sputtering conditions and analysing methods.

Property	Substrate	Slide glass
	Target	Al (99.5%) and Cu (99.9%)
Sputtering conditions	Pressure of argon	$1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-2}$ Torr ($1.3 \times 10^{-1} \sim 6.7$ Pa)
	Discharge current	0.5~4 A
	Discharge voltage	350~620 V
Analysing and measuring methods for films	Thickness	Surface step meter
	Weight	Atomic absorption
	Structure	X-ray diffraction
	Shape	Scanning electron microscope

のように基板をターゲットに対した往復運動(約 20 s/1 往復)させた場合とについて合金膜を作成し、その性質を比較検討した。

3.1 Al 膜の作成

本実験における Al 膜の生成速度 R は DC 電流 I に対して直線的に増加し (Fig. 2), Ar 圧の対数 $\log P$ に対しては直線的に減少した (Fig. 3)。Fig. 3 の関係は P を更に低下させた場合には R が極大値を示してから減少してゆくものと考えられるが、本装置では P を低下させた時には DC 放電の維持が困難となり、極大値の存在を示すには至らなかった。

原子吸光分析によると膜密度 ρ は条件によっては

* 第19回真空に関する連合講演会において講演 (15a-4)

** 大阪工業技術試験所 (大阪府池田市緑ヶ丘)

*** (株)島津製作所 (京都市右京区西院追分町)

Fig. 1 Substrate arrangements in the sputtering chamber for (a) static mode and (b) back and forth mode.

bulkに近い値を示し、 P およびDC電圧 V に強い相関が認められた。X線回折の結果はASTMに示されている標準値よりも(111)配向の強い膜であった。

3.2 Cu膜の作成

R や ρ の作成条件依存性や膜の配向性などは定性的にはAl膜に類似の傾向が認められたが、 ρ の P 、 V 依存性はAl膜に対してややばらつきが多く認められた。

3.3 膜生成速度を示す実験式

膜の生成速度は一般に $R = f(P, I, \dots)$ で示されるが、この場合には膜のporosityは考慮されない。筆者らは R と ρ の積が膜を形成している原子数に比例すると考え、 ρ を測定し生成速度を $R\rho = f(P, I)$ の形で整理した(Fig. 4, 5)。この結果、Al膜、Cu膜について次式を得た。

Al膜について

$$R\rho = 1.13 \times 10^{-6} (I - 0.44) / \sqrt{P} \quad (1)$$

$$(2 \times 10^{-3} \text{ Torr} \leq P \leq 2 \times 10^{-2} \text{ Torr})$$

Cu膜について

$$R\rho = 2.68 \times 10^{-5} (I - 0.14) / \sqrt{P} \quad (2)$$

$$(5 \times 10^{-3} \text{ Torr} \leq P \leq 5 \times 10^{-2} \text{ Torr})$$

ここで $R\rho$ [g/cm²·min], I [A], P [Torr]である。(1)、(2)式の P 依存性の次数の違いについては、スパッタ率、Ar雰囲気中での散乱現象、スパッタ原子の付着確率などの検討を行なったが明確な理由は見い出せなかった²⁾。

3.4 Al-Cu合金膜(基板静止の場合)

Fig. 1 (a)の各基板位置での R の I 依存性は直線関係が認められたが、 R の P 依存性は非常にゆるやかになった(Fig. 6)。また同一実験下における各基板位置間の膜厚比は P や I によらず殆ど同一となり、膜中のAl存在比(Al/(Al+Cu))も一定の基板位置では殆ど同一となった。

X線回折によると(Table 2 試料番号112参照)、位置3(Cu側)の試料を除き α 相(Cu中にAlが固溶した状態。一般にAl濃度20%以下の合金に見られる)および γ 相(AlCu₂ Al濃度33%)が認められ、位置3ではAl存在比(濃度)が13%程度のため α 相のみが認めら

Fig. 2 Deposition rate R as a function of the discharge current I (for Al).

Fig. 3 Deposition rate R as a function of the argon pressure P (for Al).

Fig. 4 $R\rho\sqrt{P}$ as a function of the discharge current I (for Al).

Fig. 5 $R\rho\sqrt{P}$ as a function of the discharge current I (for Cu).

れた³⁾. この時できた合金膜の SEM 像を **Fig. 7** に示す.

Fig. 6 Deposition rate R as a function of argon pressure P for Al-Cu simultaneous sputtering. (Substrate position corresponds to No. 2 in Fig. 1).

Fig. 7 Surface and cross sectional view of an Al-Cu alloy film.

3.5 Al-Cu 合金膜 (基板を往復運動させた場合)

R の P , I 依存性は基板静止の場合と同様の傾向であった. 基板位置 4 と 5 (Fig. 1) の膜厚の比率 (Al 側/

Table 2 Results of X-ray diffraction.

Sample number	Position (see Fig. 1)	Phase	Concentration of Al (%)
112	No. 1	$\alpha + \gamma$ +uncertain)	46.5
	No. 2	$\alpha + \gamma$	28.2
	No. 3	α	13.4
103	No. 4	α	26.8
	No. 5	α	28.5
111	No. 4	$\alpha + \gamma$	34.0
	No. 5	α	12.9

Cu 側)は P の低下によって減少した(すなわち両者の差が大きくなった). 膜中の Al 存在比は作成条件により10~50%の範囲となり, 特定の条件, 例えば $P = 2 \times 10^{-2}$ Torr, $I = 2.0$ Aでは基板位置4・5共に28%程度の膜が得られた.

X線回折の結果は (Table 2, 試料番号103, 111参照) Al 濃度30%以下の膜では α 相のみ, 30%以上で $\alpha + \gamma$ 相が認められた. 基板静止の場合には28%の膜でも γ 相が

認められており, 基板の運動が膜の形成にある効果を及ぼしていることが判った.

4. ま と め

マグネトロンスパッタリングにより2個の高純度材料を使用して合金膜を作成した結果, 以下のことを確認した.

i) Al 膜, Cu 膜の生成速度については(1), (2)式で示されるような関係を得た.

ii) 合金膜の場合には生成速度の圧力依存性が極めて小さくなった.

iii) 基板を静止させた場合と往復運動させた場合とで膜の構造に差が生ずることが認められた.

iv) 基板を往復運動させた場合, ある条件のもとでは基板位置によらず同一組成の合金膜が得られた.

〔文 献〕

- 1) 細川 等: 応用物理 **46** (1977) 822.
- 2) M. Kaminsky: *Atomic and Ionic Impact Phenomena on Metal Surface* (Springer-Verlag, 1965) など
- 3) F. d'Heurle et al.: *Vacuum* **27** (1977) 321.