イオンプレーティングによる AlN 膜の作製*

大平 重男**・日江井 香弥子**

(昭和62年1月13日 受理)

Formation of AlN Films by Ion Plating

Shigeo OHIRA** and Kayako HIEI**

(NIKKEI Techno-Research Co., Ltd, Kambara, Ihara-gun, Shizuoka)

(Received January 13, 1987)

1. 緒 言

窒化アルミニウム (AlN) は、高熱伝導率、電気絶縁性を有し、化学的・熱的にも安定なⅢ-V族化合物であるため、半導体デバイス、電子材料への応用が注目されている。その薄膜の作製に関して従来、CVD法^{1,2)}、MOCVD法^{3,4)}、MBE法^{5,6)}、スパッタリング法^{7,8)}、イオンプレーティング法^{9,10)}等種々の手法が用いられている。

イオンプレーティング法は、CVD法に比べ低温プロセスであるためにアルミ基板への薄膜形成方法としては有効な手法であるが、膜形成におけるパラメータの自由度が多く、一般に最適の成膜条件を探索するのに、作製した膜の性質を分析した後に、成膜条件にフィードバックする方法がとられ、膜特性と作製条件の相関を把握するのに時間を要する。そこで、我々は膜特性と密接な関係にある膜形成過程を解明することにより、最適な成膜条件を探索できるのではないかと考え、イオンプレーティング中の放電空間中のイオンを分析して、これを基に成膜条件と膜特性の相関を最適化することを試みた。

本研究では、イオンプレーティング法による薄膜形成技術として、膜形成過程に大きな影響を与えと考えられるイオンの挙動を解析することにより、AlN膜の作製方法、作製した膜の構造さらにその膜形成の機構についての考察を行ったので報告する。

2. 実 験

AlN膜の作製は、Fig. 1に示した高周波イオンプレーティング装置を使用した。

基板には、純度99.99%の純アルミニウム板およびガラスを用い、蒸発源のAl塊(純度4N)を電子ビームで溶融し、N₂とArガスの高周波放電中で反応性イオンプレーティングを行った。主な実験条件をTable 1に示す。なお膜厚は0.5~5 μmとした。

真空容器には四重極質量分析計(マスフィルター)をとりつけ、N₂ガス圧、rf出力を変化させたときのイオンプレーティング中の槽内の雰囲気进行分析しながら、成膜条件を探索した。作製した膜の構造は、X線回折、赤外分光、SEMにより評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 イオンプレーティング中の質量分析

Fig. 2は、イオンプレーティング中の真空槽内の雰囲気

Fig. 1 Experimental apparatus.

* 昭和61年11月14日 第27回真空に関する連合講演会で講演(14Bp-1)

** (株)日軽技研(静岡県庵原郡蒲原町)

Table 1 Experimental condition for r.f. reactive ion plating

N ₂ gas pressure	3~8×10 ⁻⁴ torr
Ar gas pressure	0.5×10 ⁻⁴ torr
RF power supply	100~800 W
Electron beam power	10 kV, 400~450 mA
Substrate bias voltage	-0.2~-0.5 kV
Substrate temperature	room temperature
Deposition rate	5~7 Å/sec
Pretreatment	Ar ion bombardment

Fig. 2 Typical mass spectrum during ion plating at the N₂ gas pressure of 5.5×10⁻⁴ torr for r.f. 600 W.

気をマスフィルターで分析した結果で、イオンの存在をイオン電流で示している。マスペクトル中の主なピークは、M/e=14, 27, 28, 40で、これらは、N⁺, Al⁺, N₂⁺, Ar⁺である。M/e=2, 29は、残留ガスでH₂⁺, N₂H⁺である。導入したN₂とArガスは高周波放電中でイオン化するが、蒸発したAlもイオン化されAl⁺として存在することがわかる。

Fig. 3は、rf出力を400 Wと一定としたとき、反応ガスとして導入したN₂ガス圧を変化させたときの各イオンのイオン電流を示した結果である。N₂⁺, N⁺, Ar⁺, H₂⁺の各イオンが存在する割合は、N₂ガス圧とともに変化し、N₂圧が5.5×10⁻⁴ torrのとき、N₂が最もよくイオ

Fig. 3 The ion currents of N₂⁺, N⁺, Ar⁺ and H₂⁺ as a function of N₂ gas pressure at r.f. 400 W.

ン化されていることがわかる。

そこで、今度はN₂圧を5.5×10⁻⁴ torrに固定したときの槽内に存在するイオンのrf出力依存性を調べた。その結果が**Fig. 4**で、rf出力の増加と共にAl⁺が増加し、蒸発したAlが高周波放電によって、イオン化が促進されていることがわかる。

以上の結果から、蒸発するAlと反応するN₂が最もよくイオン化される条件は、N₂圧が5~6×10⁻⁴ torr, rf出力が400~600 Wであることがわかる。しかし、本実験結果からは、槽内にAlN⁺のピークは検出できなかったことから、AlNの生成機構として、高周波放電中でイオン化されたN₂⁺, N⁺とAl⁺が、バイアスされた基板に向かってそれぞれ独自に加速され、基板上でAlN膜が形成されると考えられる。

3.2 イオンプレーティングによるAlN膜の構造

作製した膜の構造を調べるために、X線回折を行った結果が**Fig. 5**である。多結晶Alの基板のピークの中に(002)に配向した結晶質のAlNが存在するのがみら

Fig. 4 The ion currents of N_2^+ , N^+ , Ar^+ , H_2^+ and Al^+ as a function of r.f. power at N_2 gas pressure of 5.5×10^{-4} torr.

Fig. 5 Typical X-ray diffraction pattern for AlN film on Al substrate (film thickness: $0.7 \mu m$, N_2 gas pressure: 5.5×10^{-4} torr, r.f. power: 400 W).

れる。

Fig. 6は、AlNの配向性に及ぼす N_2 ガス圧の影響、および基板の違いによる効果を調べた結果である。基板がアルミとガラスの場合では明らかにAlNの配向性が異なり、アルミ上ではAlNが(002)に優先配向しやすいことがわかる。一方、 N_2 ガス圧によりアルミ上のAlNの配向性に変化は認められず一定であった。

Fig. 7は、アルミ上のAlN膜のATR法による赤外吸収スペクトルを示す。 N_2 圧の違いにより作製した膜の赤外吸収スペクトルは変化するが、 850 cm^{-1} 付近にAl-Nの結合によると思われるピークが観察される。このピークは、 N_2 圧が $5 \sim 6 \times 10^{-4}$ torrのとき鋭くなってお

Fig. 6 XRD patterns for AlN films with various N_2 gas pressures. The substrates were (a) glass and (b) 4N Al.

Fig. 7 IR transmission spectra of AlN films obtained with various N_2 gas pressures.

りマスフィルターで解析した成膜条件と膜構造の相関が対応していることがわかる。

Fig. 8 は、ガラス上に作製した膜の断面を SEM で観察した結果である。イオンブレーティングで作製した AlN 膜は、柱状構造していることがわかる。

4. ま と め

今回の実験で、反応性イオンブレーティング法で AlN 膜を作製するとき、 N_2 ガス圧、rf 出力等の成膜条件を設定するには、蒸発する Al と反応させる N_2 とのイオンの状態をマスフィルターで分析することにより、イオン化率の高い条件で作製した膜が構造との相関がよいことが明らかとなった。

以上の結果をまとめると、次のようになる。

(1) イオンブレーティング法で Al 基板上に、基板加熱なしで室温で(002)に配向した結晶質の AlN 膜を成長させることができる。

Fig. 8 Typical SEM photograph of AlN film.

(2) イオンブレーティングによる AlN 膜の作製方法として、 Al^+ と N_2^+ のイオンの挙動がわかれば、構造と相関がとれた成膜条件が設定される。

(3) AlN の形成は、 Al^+ と N_2^+ および N^+ が基板上で反応してできるものと考えられる。また、作製された膜は、柱状構造をしている。

〔文 献〕

- 1) A. J. Noreika and D. W. Ing: J. Appl. Phys. **39** (1968) 5578.
- 2) J. Bauer, L. Biste and D. Bolze: Phys. Status Solidi a **39** (1977) 173.
- 3) U. Rensch and G. Eichhorn: Phys. Status Solidi a **77** (1983) 195.
- 4) Y. Chubachi, K. Sato and K. Kojima: Thin Solid Films **122** (1984) 259.
- 5) F. Alexandre, J. M. Masson, G. Post and A. Scavennec: Thin Solid Films, **98** (1982) 75.
- 6) S. Yoshida, S. Misawa and S. Gonda: J. Vac. Sci. Technol., **B-1** (1983) 250.
- 7) E. V. Gerova, N. A. Ivanov and K. I. Kirov: Thin Solid Films **81** (1981) 201.
- 8) A. Fathimulla and A. A. Lakhani: J. Appl. Phys., **54** (1983) 4586.
- 9) Y. Murayama and K. Kashiwagi: J. Vac. Sci. Technol., **17** (1980) 796.
- 10) D. Mangalaraj, M. Radhakrishnan and C. Balasubramanian: J. Phys. D. **15** (1982) 467.