高周波—直流結合形マグネトロンスパッタ法による Ni ターゲットを用いた放電特性と直流バイアスによる Ni 薄膜の堆積速度制御効果*

三上 康男**・山田 敬治***・大成 昭雄**
出川 徹**・田中 武**・川畑 敬志**

(受理1999年11月29日, 掲載決定2000年2月5日)

Discharge Characteristics and Effect of DC Bias on the Deposition Rate
of Ni Thin Films Using RF-DC Coupled Magnetron Sputtering

Yasuo MIKAMI**, Keiji YAMADA***, Akio OHNARI**,
Toru DEGAWA**, Takeshi TANAKA** and Keishi KAWABATA**

** (Department of Electronics, Hiroshima Institute of Technology,
2-1-1, Miyake, Saekiku, Hiroshima 731-5193)

*** (Sanyo Vacuum Industries Co., LTD.,
8-27 Kusune 1-chome, Higashi Osaka-shi, Osaka 577-0006)

(Received November 29, 1999, Accepted February 5, 2000)

RF power and DC bias were simultaneously applied to a Ni target to control the incident ion energy on the target in a magnetron sputtering system equipped with Nd-Fe-B magnet assemblies. When Ni films were prepared at RF input power of 60 W and Ar partial pressure of 6.7×10^{-1} Pa and DC bias voltage from -100 V to -500 V, the deposition rate linearly increased from about 9 nm/min to 70 nm/min. It was shown that the film growth coefficient (deposition rate/ion current density) of Ni films depends on the target DC bias voltage.

1. はじめに

スパッタ法による薄膜形成技術においては, 主として低温で成膜することができるマグネトロンスパッタ法が用いられている. 通常の DC または RF マグネトロンスパッタ法では, ターゲットに印加する電力によって, プラズマを間接的に制御しているため, スパッタイオンとしての Ar^+ イオンのエネルギーを直接制御できず, 膜質の制御が困難である. RF (100 MHz) に DC を重畳

させてターゲットに印加することにより, Ar^+ イオンエネルギーを直接的に制御することが可能な RF-DC 結合形マグネトロンスパッタ法が報告されている¹⁾. 筆者等は通常産業用として使用されている 13.56 MHz の RF と DC 電圧をターゲットに同時に印加した RF-DC 結合形マグネトロンスパッタ法を用いて W, Mo, Ta の薄膜成長および, DC による成長速度の制御効果について報告した²⁻⁴⁾. また同スパッタ装置を用いて水素吸蔵合金である Mg_xNi 薄膜の作製とその膜の組成制御法を明らかにした⁵⁾. 同スパッタ装置に直径 100 mm, 厚さ 5 mm の Ni ターゲット (背後にフィライト磁石使用) を用いた場合, ターゲット表面上の水平磁束密度が低い (約 1 mT) ために, DC による Ni 薄膜の堆積速度の制

* 平成11年11月11日 第40回真空に関する連合講演会で講演

** 広島工業大学工学部電子工学科 (〒731-5193 広島市佐伯区三宅 2-1-1)

*** 三容真空工業株式会社 (〒577-0006 東大阪市楠根 1-8-27)

Fig. 1 Schematic diagram of an RF-DC coupled magnetron sputtering system.

御が困難であった。本研究では、Ni ターゲット（直径 200 mm，厚さ 5 mm）の背後に Nd-Fe-B 磁石を用いることにより，ターゲット表面上の水平磁束密度の向上を図った RF-DC 結合形マグネトロンスパッタ装置の放電特性と Ni 薄膜の堆積速度の DC 制御効果について検討した。

2. 実験方法

RF-DC 結合形マグネトロンスパッタ装置図を Fig. 1 に示す。磁石内蔵式平板マグネトロンスパッタ装置のターゲットに RF (13.56 MHz) 電力を印加し，同時にローパスフィルタを介して DC 電源を接続することによりターゲット DC バイアス電圧を任意に設定できるようになっている。Ar (99.9999%) ガス流量は 10 sccm 一定とした。排気系は液体窒素トラップ，拡散ポンプおよび油回転ポンプから構成されている。ターゲットに Ni（純度 99.95%）を用い，直径 200 mm，厚さ 5 mm のものを使用した。直径 100 mm の Ni ターゲットの背後にフライト磁石ではターゲット表面上（5 mm）の磁束密度の水平成分が，最大約 1 mT であったが，直径 200 mm のターゲットの背後に Nd-Fe-B 磁石を配置することにより，最大約 31 mT になった。槽内の到達圧力は 2.7×10^{-4} Pa 以下，基板温度は室温とした。基板とターゲットの間隔は 45 mm とした。基板は，膜厚測定

Fig. 2 Target current as a function of target DC bias voltage at different RF power.

にはコーニング7059ガラスを使用し，結晶構造の評価には n 形 Si(100) ($\rho = 1\text{--}10 \Omega\text{cm}$) ウェハを用いた。RF 電力をパラメータとして，ターゲット電流の直流成分のターゲット DC バイアス電圧依存性について調べた。膜厚の測定には繰り返し反射干渉計を用いた。結晶構造は X 線回折法 (XRD, $\text{CuK}\alpha$: 波長 $1.5405 \text{ \AA}$) により評価した。

3. 実験結果および考察

RF-DC 結合形マグネトロンスパッタ法におけるスパッタの基本特性である Ar プラズマ中のターゲット電流のターゲット DC バイアス電圧依存性を Fig. 2 に示す。各 RF 電力 (0 W~100 W) でプラズマを発生させ，ターゲット DC バイアス電圧を変化させることにより，放電電流（ターゲット電流）を制御することができる。ここで RF 電力を 0 W 一定とした場合，従来の DC マグネトロンスパッタ法に相当する。狭い範囲の DC バイアス電圧の増加に対してターゲット電流は急激に増加する。これに対して，RF 電力を重畳した場合のターゲット電流は，ターゲット DC バイアス電圧とともに増加し，ある DC バイアス電圧で，ターゲット電流は飽和傾向を示した。この飽和電流は RF 電力に伴い増加する。これは RF 電力増加に伴いプラズマ密度が高くなり，ターゲット電流が増加することを示唆する。Fig. 2 の結果から，RF-DC 結合形マグネトロンスパッタ法では，従来の DC スパッタ法に比べて，広範囲のターゲット DC バイアス電圧によりターゲット電流を容易に制御できることが示された。

RF 電力 60 W 一定とした場合の堆積速度のターゲット DC バイアス電圧依存性を Fig. 3 に示す。堆積速度はターゲット DC バイアス電圧の増加と共に直線的に増加し，ターゲット DC バイアス電圧 -500 V のとき，堆積速度は約 70 nm/min であった。

Fig. 3 Deposition rate of Ni films as a function of target DC bias voltage.

Fig. 4 Ni sputtering yield as a function of Ar^+ ion energy, and film growth coefficient of Ni thin film prepared by using Ar^+ ion as a function of DC bias voltage.

堆積速度の成長メカニズムを検討するために、マグネトロンスパッタ法を用いたNi薄膜の堆積速度を調べた。マグネトロンスパッタにおいて、堆積速度、ターゲット電流密度、およびスパッタ率をそれぞれ R 、 i_T 、 S としたとき、 R は一般的に次式で表される⁴⁾。

$$R \propto i_T S \quad (1)$$

そこで、式(1)の S の効果を調べるために、堆積速度をターゲット電流密度で規格化したものを成膜係数と定義する⁶⁾。成膜係数は、式(1)よりスパッタ率 S に比例する。RF (60 W) 一定としたときの成膜係数のDCバイアス依存性をFig. 4に示す。また、Matsunamiらによって明らかにされているNiのスパッタ率のイオンエネルギー依存性⁷⁾を同図中に示す。Ni薄膜の成膜係数とスパッタ率の対応から、RF-DC結合形マグネトロンスパッタ法において、Ni薄膜の成膜係数がDCバイアス電圧により制御可能であると言える。

各DCバイアス電圧で作製したNi薄膜のXRDによ

Fig. 5 X-ray diffraction patterns of the films prepared at target DC bias voltage from -100 V to -500 V.

る回折パターンをFig. 5に示す。各DCバイアス電圧で作製した膜において、Ni(111)、Ni(200)のピークが観察された。ターゲットDCバイアス電圧の増加に伴いNi(111)面の配向性は強くなり、Ni(200)面からの回折強度は減少する。ターゲットDCバイアス電圧 -500 Vにおける(111)面からの回折パターンより求めた半値幅は 0.21° であり、Scherrerの式⁸⁾から求めた結晶粒の大きさは約 41 nmであった。

今後の課題としては、基板への高速粒子による損傷を低減できる低電圧スパッタが可能なることから、本スパッタ法により形成したNi薄膜を、GaAsを始めとする化合物半導体の電極材料として展開して行きたい。

4. ま と め

RF-DC結合形マグネトロンスパッタ法を用いたNi薄膜形成において次のことが明らかになった。

- (1) Niターゲットを用いたスパッタにおいて、RF電力を印加することにより、ターゲット電流を広範囲のターゲットDCバイアス電圧で制御できた。
- (2) 成膜係数とターゲットDCバイアス電圧の関係と、スパッタ率とイオンエネルギーの関係の対応から、ターゲットDCバイアス電圧により堆積速度を容易に制御できることを示した。
- (3) RF-DC結合形マグネトロンスパッタ法で形成したNi薄膜のX線回折像において、ターゲットDCバイアス電圧の増加により、Ni(111)配向が強くなる。

謝辞

本研究の一部は、広島工業大学学術フロンティア推進拠点「超高速塑性加工研究センター」での共同研究として行ったものである。

〔文 献〕

- 1) T. Ohmi, K. Matsudo, T. Shibata, T. Ichikawa and H. Iwabuchi: *Appl. Phys. Lett.*, **53** (1988) 364.
- 2) K. Kawabata, T. Tanaka and H. Kajioka: *Mater. Sci. and Eng.*, **A163** (1993) 163.
- 3) 田中 武, 川畑敬志: 信学論, **J77-C-II** (1994) 229.
- 4) T. Tanaka and K. Kawabata: *Vacuum*, **46** (1995) 1059.
- 5) M. Suzuki T. Tanaka and K. Kawabata: *Thin Solid Film*, **343** (1999) 21.
- 6) 清田哲司, 桑原英司, 大見忠弘, 柴田 直: 信学技報, **SDM86** (1986) 55.
- 7) N. Matsunami, Y. Yamamura, Y. Itikawa, N. Itoh, Y. Kazumata, S. Miyagawa, K. Morita, R. Shimizu and H. Tawara: *Atomic Data And Nuclear Data Table*, **31** (1984) 1.
- 8) 日本学術振興会薄膜第131委員会編: 薄膜ハンドブック, オーム社 (1983) 375.