スパッタリングプロセスにおける静的圧力分布、および動的圧力変化の実測

田尻 修一^{*1}・大西 孝則^{*1}・岡野夕紀子^{*1}・小川 倉一^{*2}・美馬 宏司^{*3}

Measurement of Steady State Pressure Distribution and Dynamic Pressure Fluctuations During Sputtering Process

Shuichi TAJIRI^{*1}, Takanori ONISHI^{*1}, Yukiko OKANO^{*1}, Soichi OGAWA^{*2} and Hiroshi MIMA^{*3}^{*1}Okano Works, Ltd., Micro sensor Division, 6-2-29 Izuo, Taisyō-ku, Osaka-shi, Osaka 551-0031, Japan^{*2}Ogawa Creation Research Laboratory, 7-18-7 Karigutidai, Tarumi-ku, Kobe-shi, Hyogo 655-0049, Japan^{*3}Osaka City University, 3-3-138 Sugimoto, Sumiyoshi-ku, Osaka-shi, Osaka 558-8585, Japan

(Received May 2, 2016, Accepted March 31, 2017)

It is extremely important to measure and control the dynamic behavior of the pressure distribution and gas flows near the substrates inside the vacuum process facility. However, it has been rarely accomplished with existing vacuum sensing technology. The authors developed an ultra-small thin film micro pressure sensor using TaAl-N thin film as sensing element, and measured the local pressure distribution at steady state near the target and near the substrate in the sputtering system. Furthermore, continuous measurement of the dynamic pressure variations during the reactive sputtering process was successfully conducted to improve the fabrication quality and productivity in the vacuum fabrication systems.

1. はじめに

真空や減圧プロセスを用いる場合のチャンバ内における圧力は、例えばプロセスガス導入口近傍と排気口近傍では異なり、また時間的に変化することが考えられる。薄膜の性能制御や膜質の再現性等の信頼性を向上させるため、真空チャンバ内の局所的な圧力、ガスの流れ等の時間変化を計測・把握することが非常に重要であると考えられるようになってきた。しかし、現状の真空計測技術では真空チャンバ内の圧力分布の実測は実現されておらず、圧力やガスの流れといった真空チャンバ内の環境はシミュレーション等の結果から求める他にはなかった。

そこで筆者らは、真空チャンバ内に設置出来る小型・広領域・高感度の「マイクロハクマク[®]圧力センサ」を開発し¹⁻⁴⁾、スパッタ装置内のターゲットや基板近傍等の圧力計測として圧力変動のほとんどない定常状態での圧力分布や、反応性スパッタプロセス中における圧力変化の連続的な計測結果について報告を行ってきた⁵⁻⁷⁾。

本報告では、「マイクロハクマク[®]圧力センサ」の性能・特長、ならびに真空チャンバ内の圧力分布および反応性スパッタプロセス中の圧力変化の実測例について述べる。

2. 真空チャンバ内圧力計測のためのマイクロハクマク圧力センサの開発

真空チャンバ内の圧力を計測するためには、センサの小型化・広領域化が必要である。種々の真空計測法の中で熱伝導型真空計は比較的堅牢であり工業的にも広く利用されている。また、センサ部の小型化の可能性があり、動作温度が低

く真空環境を乱すことが少ないなどの特長を持つ。しかしながら、現在市販されている熱伝導型真空計においては、その寸法が大きいことの他にも計測領域ならびに応答性について改良の余地が残されている。これらの課題を解決するために、そのセンサとして新たに開発した高感度が得られる複合窒化物薄膜材料と熱容量低減を可能にする耐熱性極薄ポリイミドフィルムから構成されるマイクロハクマク圧力センサを開発した。図1に従来の真空センサおよび今回開発したマイクロハクマク圧力センサの計測領域の比較を示す⁸⁾。

2.1 熱伝導型センサの感度

センサ感度 S は、一般的に次のように表すことができる。

$$S \propto A \times \Delta T \times TCR$$

ここで、 A は有効熱交換面積、 ΔT はセンサ表面温度 (T_s) と周囲ガス温度 (T_g) との差、 TCR はセンサ材料の抵抗温度係数である。この式からセンサ感度を向上させるためには、センサの動作温度を可能な限り高くし、感応部の有効熱交換面積の確保と、 TCR の大きな材料の選択により達成出来ると考えられる。

2.2 高 TCR の薄膜材料開発

ここで用いた高い TCR を持つ薄膜材料は、Ta-N (バンドギャップが狭小な半導体) と Al-N (バンドギャップが広い半導体) の複合窒化物薄膜 TaAl-N である。大阪府立産業技術総合研究所の協力により開発した。TaAl-N 薄膜は Ta と Al からなる複合ターゲットを用い、Ar と N_2 の混合ガスを用いて反応性スパッタリング法により作製した。また、プロセスガスの窒素流量比 $R_N (R_N = F(N_2) / [F(Ar) + F(N_2)])$ を変えることで幅広い電気的特性を有する薄膜を得ることができた。図2に TaAl-N 薄膜の室温比抵抗と TCR の R_N 依存性を示す。ここで、室温比抵抗は二端子法で測定し、室温 TCR は恒温槽中において温度を -5°C から 150°C まで変化させた時の抵抗値の変化から求めた。マイクロハクマク圧力センサに用いる TaAl-N 薄膜は、室温での TCR が

^{*1} 榊岡野製作所マイクロセンサ事業部 (〒551-0031 大阪府大阪市大正区泉尾 6-2-29)

^{*2} 小川創造技術研究所 (〒655-0049 兵庫県神戸市垂水区狩口台 7-18-7)

^{*3} 大阪市立大学 (〒558-8585 大阪府大阪市住吉区杉本 3-3-138)

図1 代表的な真空計およびマイクロハクマク圧力センサの計測領域.

図2 TaAl-N 薄膜の電気的特性.

(-) 25,000 ~ (-) 30,000 ppm/°C, 比抵抗が 1~10 Ωcm となるよう $R_N=56\%$ 前後で作製することにより, 高い TCR と回路的に扱いやすい抵抗値を同時に実現することができた.

2.3 センサ基板材料

TaAl-N 薄膜の基板材料には薄膜の基板材料として一般的なシリコンやガラス等ではなく, 耐熱性に優れた極薄 (5 μm) ポリイミド材料 XENOMAX[®] 9,10) を用いた. ポリイミドフィルムの熱伝導率は, ガラスの約 1/3, シリコンの約 1/500 と非常に小さく, また有効熱交換面積あたりの熱容量はガラスの約 1/20, シリコンの約 1/2 と小さい. さらに今回用いた極薄ポリイミドフィルムは, 線膨張係数がシリコンと同程度, および高温 (400°C) 域での熱収縮率が低いという特長がある. このポリイミドフィルム基板により, マイクロハクマク圧力センサにおける感応部材料の高 TCR 材料の特長を十分活かした有効熱交換面積の確保, 小型化および熱容量の低減を実現することができた.

2.4 マイクロハクマク圧力センサの基本性能とピラニセンサとの比較

図3にマイクロハクマク圧力センサの寸法・形状ならびにセンサ単体での性能を, 同じく熱伝導型センサであるピラニセンサとの比較を表1に示す. 一般的なピラニセンサの感応部材料は白金 (Pt) あるいはタングステン (W) の細線等が用いられており, 寸法は直径20~30 μm, 長さ50~80 mm 程度である. 一方, マイクロハクマク圧力センサは感応部材料に前述の TaAl-N 薄膜および基板材料に極薄ポリイミドフィルムを用いており, 感応部寸法は 1×0.5 mm, 厚み400 nm である. また, マイクロハクマク圧力センサには圧力検出用センサだけでなく, 周囲温度変化に対する圧力計測値

図3 マイクロハクマク圧力センサの寸法・形状.

補正のための温度検出用センサも同一基板上に形成しており, その寸法は 0.5×0.5 mm 厚み400 nm とした. TCR は室温時において, 白金ピラニセンサが約 (+) 3,000 ppm/°C であるのに対してマイクロハクマク圧力センサは約 (-) 30,000 ppm/°C であり10倍程度の値を有する. これらの特長によりマイクロハクマク圧力センサにおいては一般的なピラニセンサの圧力計測領域 $2 \times 10^{-1} \sim 2 \times 10^3$ Pa よりも広い, $5 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^5$ Pa と広領域の計測範囲を実現した. また, 圧力100 Paにおいてセンサ感応部温度150°C相当の電力を与えた際の過渡応答も約40 ms とピラニセンサの約750 ms に対して約 1/20 と高速であった. さらに, 大気圧におけ

る消費電力も約20 mW とピラニセンサの約400 mW に対して約 1/20 となった。以上の結果より計測領域、過渡応答速度、消費電力いずれも従来のピラニセンサよりも優れた小型の熱伝導型センサを実現した。

2.5 真空チャンバ内圧力計測のためのセンサ部形状と計測システム

次に真空チャンバ内圧力計測に向けたセンサ部および計測システムの概略について述べる。図 4 にセンサ部の概略図を示す。マイクロハクマク圧力センサはサイズ20×35 mm 厚み7 mm, 材質はアルミ (A5052) 製のケース内に設置した。図 5 に圧力計測システムを示す。センサ1個に対しセンサ駆動ユニットを1台接続し、感応部温度が150℃となるようにコントロールした。各センサ駆動ユニット間はRS-485通信で接続し、それら全体をコントロールするユニット1台により全システムが構成される。また、当該の計測システムはあらかじめ弊社内において JIS Z 8750 に従い各センサの計測値が真空の国家計量標準にトレーサブルな値を示すように調整・校正を行った。さらに、各センサの計測値はパソコンで表示・記録されるが、センサ駆動ユニットから圧力に

応した 0～10 V の出力電圧があり、マスフローコントローラ等への制御信号として用いることもできる。真空チャンバ内へのセンサ挿入は電極付フランジを介して行い、目的とする位置へセンサを設置した。センサを真空容器内に固定する方法としては、アルミケースの2個のボルト穴を用いてボルト止めする方法や、ポリイミドテープで固定する方法なども考えられる。本報告においては、簡便のためセンサをポリイミドテープで固定した。

2.6 ガス応答特性

計測システムの N₂ ガス応答性を弊社内真空校正装置により隔膜真空計 (MKS 社製 バラトロン 真空計 型式 627D01TBC2B フルスケール133 Pa) と比較した。図 6 に真空校正装置の概略およびセンサ設置位置を示す。真空チャンバは寸法が直径260 mm 高さ400 mm の円筒形状となっている。高さ200 mm の位置で、チャンバの直径上にある2つの接続ポート取り付け位置の間に橋渡しされた SUS 板 (300×20×2 mm) の一端にチャンバ内センサ1を、中央部にチャンバ内センサ2を設置した。圧力値変化の比較に用いた隔膜真空計は真空チャンバ側壁の同じ高さ (200 mm) にあるゲージポートに取付けた。図 7 にマスフローコントローラより N₂ を10 sccm 導入した際と停止した際のマイク

表 1 マイクロハクマク圧力センサとピラニセンサとの性能比較。

	マイクロハクマク 圧力センサ	ピラニセンサ (OKANO 製)
計測範囲	$5 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^5$ Pa	$2 \times 10^{-1} \sim 2 \times 10^3$ Pa
感応部材質	TaAl-N 薄膜	白金 (Pt)
抵抗温度係数	(-) 30,000 ppm/℃	(+) 3,000 ppm/℃
比抵抗	$10^0 \sim 10^1 \Omega \cdot \text{cm}$	$1.1 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ (バルク)
動作時抵抗値	約10 kΩ	約16 Ω
感応部寸法	$1.0 \times 0.5 \times (t4 \times 10^{-4})$ mm	$\phi 0.03 \times 80$ mm
基板材質	ポリイミドフィルム (5 μm)	—
応答速度	40 ms (at 100 Pa)	750 ms (at 100 Pa)
消費電力	20 mW (at 大気圧)	400 mW (at 大気圧)
駆動方式	定温度駆動	定温度駆動

図 4 マイクロハクマク圧力センサ概略。

図 5 マイクロハクマク圧力センサの圧力計測システム。

図6 真空校正装置の概略およびセンサ設置位置 (i) 側面図, (ii) 上面図.

図7 マイクロハムマク圧力センサの応答特性.

ロハクマク圧力センサの N_2 ガス応答特性を示す. いずれも隔膜真空計と同程度のガス応答特性を示していることが判る. さらに真空チャンバ内において中央部と側壁に設置した2個のマイクロハムマク圧力センサが同じ圧力値を指示しており, この2個には圧力値に差がないことから高さ200 mmの位置の各点で真空チャンバ内には圧力分布がないことを実測値として示すことができた.

3. 真空チャンバ内圧力分布計測

3.1 評価装置について

図8に真空チャンバ内圧力分布計測を行うために使用した

図8 スパッタ装置の概略およびセンサ設置位置 (①～④: センサ設置位置) (i) 側面図, (ii) 上面図.

N-MHV スパッタ装置^{11,12)}の概略および4つのセンサ設置位置を示す. 本装置はスパッタ室ならびに薄膜形成時の基板を設置するチャンバ (以下製膜室と記す) から構成され, 排気系は主ポンプにターボ分子ポンプ, 補助ポンプにはロータリーポンプを用いた. 装置寸法は, 製膜室が高さ550 mm 幅400 mm 奥行き400 mm, 本報告において圧力分布計測を行ったスパッタ室は高さ300 mm 幅330 mm 奥行き230 mm, スパッタ室と製膜室の間にはシャッターがあり必要に応じて開閉できる. チャンバ側壁のゲージポートには隔膜真空計 (現キャノンアネルバ株式会社製型式 M-340DG-QA, フルスケール33.3 Pa, 応答速度20 ms) が設置されている. スパッタ室には Ar ガスおよび N_2 ガスの導入口があり, Ar ガスの噴き出しは基板方向と垂直方向の3方向, 2本の N_2 ガス導入口は共に基板方向 (基板に対して角度45°) の1方向である.

3.2 ガス導入時の圧力分布

図8に示すようにスパッタ室内に2か所, 製膜室内に2か所マイクロハムマク圧力センサを設置した. スパッタ室の Ar ガス導入口より0~100 sccmの範囲で Ar ガスを導入し, スパッタ室と製膜室間のシャッターを閉じた状態と開いた各状態のセンサ①～④の値をそれぞれ図9, 10に示す. なお本報告における圧力値は, 導入気体の種類に応じて感度補正を行った. 図9において示すように, シャッター閉の場合は導入ガス量100 sccmにおいてセンサ① (Ar ガス導入口センサ) とセンサ② (防着板ターゲット側センサ) の圧力値はほぼ同等, センサ③ (防着板基板側センサ) の圧力値とセ

図9 Ar ガス導入時の圧力分布計測結果 (シャッター閉).

図10 Ar ガス導入時の圧力分布計測結果 (シャッター開).

図11 N₂ ガス導入時の圧力分布計測結果 (シャッター開).

ンサ④(排気口部センサ)の圧力値はほぼ同等ではあるが①, ②と比べて約一桁圧力値に差が生じた. センサ④とゲージポートの既設隔膜真空計はほぼ同じ値を示した. 続いてシャ

ッターを開いた場合は図10に示すように, Ar ガス導入量 100 sccm においてセンサ① (9.2×10^{-1} Pa), ② (8.7×10^{-1} Pa), ③ (4.8×10^{-1} Pa), ④ (2.2×10^{-1} Pa) の順で

ガス導入部から排気口にかけて圧力値に差が見られた。また、①②における圧力値に差があることからスパッタ室内においても圧力勾配が生じていることがわかる。また、シャッターを閉じている時と開けた時で圧力の分布が異なるのはコンダクタンスの差による影響であると考えられる。

次にスパッタ室のN₂ガス導入口より0~10 sccmの範囲でN₂ガスを導入し、シャッター開の状態で作センサの圧力を比較した。図11に結果を示す。N₂ガス導入時は、センサ②の圧力が他と比べて最も高い値となっている。これは、先に述べたようにN₂ガスが基板に対して45°の角度でビーム状に導入されることが、圧力値の違いとして表されたと考えられる。センサ④が示す値はゲージポートに取り付けられた隔膜真空計の示す値とほぼ同じであった。以上の結果から、マイクロハクマク圧力センサを真空チャンバ内に設置することにより、従来のような真空チャンバ側壁に取り付けた既設の真空計による圧力計測では計測できなかった真空チャンバ内部における導入ガスの詳細な様子を知ることができた。

3.3 スパッタリングプロセス中の圧力変化の実測

前項で述べたようにマイクロハクマク圧力センサを真空チャンバ内に設置することによって、従来の計測方法では実測できなかったチャンバ内の圧力の違いが明確になったため、次にその圧力の違いが作製される薄膜へどのような影響を及ぼすのかを調べた。特に、反応性スパッタリング技術により作製する薄膜の特性は、反応ガスの分圧により電気的特性が大きく変化すると考えられる。そこで、本報告においてはTaAl-N薄膜の製膜を例に真空チャンバ内のターゲットや基板近傍等にマイクロハクマク圧力センサを設置し、反応性スパッタプロセス中のガス圧力変化と薄膜の電気的性質との関連性について検討した。本報告においては前述の通りセンサ感応部温度を150℃で制御している。放電によりケース等を含めた周囲温度の上昇が見られるが、ソフト的に補正している。したがって、この温度範囲においては圧力測定の影響は小さいと考えられる。チャンバ内部の図12に示した箇所にマイクロハクマク圧力センサを設置し、各箇所における圧力値を調べた。スパッタ室には100×100 mmのTaAl複合ターゲットを取り付けた。反応性スパッタリングプロセス中のガ

ス流量は、Arガス流量が6.6 sccm、N₂ガス流量が8.4 sccmでトータル15 sccmとした。まず、プロセス開始時の圧力を隔膜真空計において0.5 Paとなるように調整した。N₂ガス流量は一定として経過時間に対する時間的な圧力変化を計測した。図13に結果を示す。製膜プロセスは、1) Arガスによるプレスパッタ(78分間)、2) ArガスとN₂ガスの混合によるプレスパッタ(90分間)、3) 各基板(a)~(d)についてそれぞれ58分間の製膜(Ar/N₂=6.6/8.4 sccm)とした。センサ④のプロセス中の圧力値は隔膜真空計の示す値と一致しており、その時間的な変化は見られなかった。センサ①およ

図12 スパッタプロセス中の圧力分布測定におけるセンサ設置位置(①~④:センサ設置位置)(i)側面図,(ii)上面図。

図13 N₂ガス流量固定製膜時における経過時間に対する動的圧力変化。

び②, ③はセンサ④と値が異なることに加え, 基板(a)～(d)までの製膜中に時間経過と共に圧力値が徐々に低下した. これは容器内壁に付着した Ta や Al 等の薄膜によるゲッター効果等によるものと考えられる. 次に, Ar ガス流量は 6.6 sccm 一定とし, 各基板においてセンサ①の圧力変化

がなくなるように N₂ ガス流量を調整して製膜を行った. この場合の時間的な圧力変化を図14に示す. 基板(a)～(d)の各製膜時に N₂ ガス流量を増加させたことから図13に示した結果と異なるものとなった. 図15に (i) N₂ ガス流量一定の場合と (ii) 変化させた場合の各基板(a)～(d)における比抵抗の

図14 N₂ ガス流量可変製膜時における経過時間に対する動的圧力変化.

図15 N₂ ガス流量可変製膜時における基板 a～d の比抵抗 (i) N₂ 流量一定, (ii) N₂ 流量を基板ごとに調整.

変化率を示す。N₂ ガス流量を一定とした場合は基板(a)に対して基板(d)では比抵抗が70%減少したのに対し、N₂ ガス流量を調整した場合は比抵抗の減少が10%以下となった。この結果から、TaAl-N 薄膜の形成において、センサ①の圧力変化が生じないように製膜時の N₂ ガス流量を制御することにより基板ごとの比抵抗値がほぼ等しくなり、再現性の高い製膜が行える事を示すことができた。これは基板近傍において、N₂ ガスを追加することによって、反応性スパッタ中に窒化物形成に使われた N₂ ガスの減少を補完したためと考えられる。このように真空チャンパ内の各所において圧力計測を行い、その値を元に製膜条件を調整することによって反応性スパッタ法等を用いた薄膜形成において、薄膜特性の制御を実現することができた。

4. ま と め

新しい感応部材料として TaAl-N 薄膜と、それらを感応部材料として用いた小型・ワイドレンジ・高感度であるマイクロハクマク圧力センサ開発した。マイクロハクマク圧力センサを真空チャンパ内の必要箇所へ設置することにより、従来の計測方法では困難であった内部の圧力の様子を実測できた。

さらに反応性スパッタ中における真空チャンパ内の各箇所での圧力値の時間変化が実測でき、これらの技術を活用して薄膜の性能制御や膜質の再現性を TaAl-N 薄膜作成を一例として示した。この技術は広く薄膜素子の特性制御や膜質の再現性等の信頼性向上に寄与するものとする。

今後は、これらの技術を活用して真空プロセス装置の総合監視制御システムを実現していきたい。

謝辞

TaAl-N 薄膜の開発は、大阪府立産業技術総合研究所制御・電子材料科科長岡本昭夫様、主任研究員笈芳治様のご指

導ご協力により開発を行って参りました。また、本開発におきましては公益財団法人新技術開発財団の第68回開発助成、近畿経済産業局の平成18年度戦略的基盤技術高度化支援事業、平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業、および中小企業団体中央会の平成21年度ものづくり中小企業製品開発等支援事業のご支援により活動を行って参りました。ここに記して感謝申し上げます。

〔文 献〕

- 1) S. Tajiri, T. Aozono, A. Okamoto, S. Ogawa and H. Mima: *43rd Preprints of the Joint Symposium on Vacuum*, Osaka (2002) p.279.
- 2) S. Tajiri, T. Aozono, A. Okamoto, S. Ogawa and H. Mima: *44th Preprints of the Joint Symposium on Vacuum*, Tokyo (2003) p.86.
- 3) S. Tajiri, T. Aozono, A. Okamoto, S. Ogawa and H. Mima: *45th Preprints of the Joint Symposium on Vacuum*, Osaka (2004) p.108.
- 4) S. Tajiri, Y. Okano, T. Aozono, A. Okamoto, S. Ogawa and H. Mima: *49th Preprints of the Joint Symposium on Vacuum*, Shimane (2008) p.65.
- 5) S. Tajiri, Y. Okano, T. Okada, T. Aozono, S. Ogawa and H. Mima: *52th Preprints of the Joint Symposium on Vacuum*, Tokyo (2011) p.119.
- 6) S. Tajiri, T. Onishi, T. Okada, Y. Okano, T. Aozono, S. Ogawa and H. Mima: *53th Preprints of the Joint Symposium on Vacuum*, Osaka (2012) p.109.
- 7) S. Tajiri, T. Onishi, T. Okada, Y. Okano, S. Ogawa and H. Mima: *54th Preprints of the Joint Symposium on Vacuum*, Ibaraki (2013) p.74.
- 8) H. Akimichi: *J. Vac. Soc. Jpn.*, **56** (2013) 220.
- 9) 奥山哲雄, 中村宗敦: コンバーテック, 5月号(2012) p.60.
- 10) T. Okuyama, I. Kobayashi, N. Watanabe, T. Tsuchiya and M. Nakamura: *Proceedings of the 20th International Display Workshops (IDW'13)*, Sapporo (2013) p.1542.
- 11) Japanese Patent No. 4473852 (2010) [in Japanese].
- 12) S. Ogawa, M. Kondo, M. Shimizu, M. Yasuda and R. Sagara: *J. Vac. Soc. Jpn.*, **56** (2013) 466.