

4Ca01

佐世保高専におけるプラズマプロセスを用いた薄膜作製研究 Study on the thin film preparation by plasma process in Sasebo Kosen

川崎仁晴、大島多美子、柳生義人、猪原武士、篠原正典
H. Kawasaki, T. Ohshima, Y. Yagyu, T. Ihara, M. Shinohara

佐世保工業高等専門学校
National Institute of Technology, Sasebo College

1. 高専におけるプラズマ研究

工業高等専門学校は、企業において即戦力になる若年技術者を育成する機関である。そのため、教員は各専門分野で最先端の研究内容に関して、自らの研究を行うことが求められている。佐世保高専では、筆者が就職する以前もプラズマやレーザを用いた薄膜作製が行われていたが、プラズマは薄膜作製の道具として利用されており、プロセスの研究やプラズマ自身の解析は行われていなかった。筆者が就職した平成10年度は、パルスレーザ堆積装置とスパッタ成膜装置はあったが、膜質分析装置がなく、プラズマ計測も手動式の分光器とフォトマルが1つあるだけであった。その後、幸いにもいくつかの外部資金をいただくことができ、膜質分析装置やプラズマ計測装置を導入できたが、現在でも十分とはいえ、更に保守費用の工面に苦労している状態である。本発表では、①我々が行っている研究、特に粉体をターゲットとしたプラズマプロセスによる薄膜作製に関して現状、②高専で研究を行う時に有用であろうと考えられるネットワーク形成に関して報告する。なお、予稿では①に関してのみ記載し、②に関しては講演において詳しく紹介する。

2. 粉体ターゲットを用いたプラズマプロセスによる薄膜作製

スパッタリング法やパルスレーザ堆積(PLD)法で薄膜作製を行う場合、一般的に密度が比較的高いバルク(固体)ターゲットが用いられる。その場合、多くの成分を混合させて機能を発現させる場合には、多ターゲットの成膜法を用いるか、ターゲットを別の方法で作成する必要があるがコスト高になる。例えば、磁性体薄膜である酸化ビスマス鉄や希土類鉄ガーネット等の場合は、粉体の混合比を 5:3:12 等の比率に正確に合わせなければならない。もし、粉体をそのままターゲットに用いることができれば、高

機能薄膜の作製が容易に作製できる可能性がある。本研究では、粉体ターゲットを用いたプラズマプロセス過程と高品質薄膜を作製するための最適条件を調べた。作製した薄膜は走査型電子顕微鏡 (SEM: Elionix ERA-9000)、X線回折装置 (XRD: RIGAKU; RINT2100V) や、X線光電子分光装置 (XPS: JEOL; JPS9010) により解析した。膜厚は、触針式段差計測装置で作製した。以下にこれまでの結果を列記する。

3. 実験装置

3.1 スパッタリング成膜法

スパッタリングによる成膜装置を図1に示す。通常のスパッタ成膜装置のターゲットホルダに、Ti や TiO₂ の粉体ターゲットを設置した。その状態でターゲットに RF 電力を投入し、プラズマを発生させて 60 分間成膜した。雰囲気ガスは Ar、基板温度は室温~700 度とした。図2には成膜速度の投入電力依存性を示す。成膜速度は投入電力に依存することと、粉体ターゲットを用いたほうが通常のバルクターゲットを用いた場合より、少なくとも 100W 以下では成膜速度が速いことが分かった。ここには示していないが、プローブを用いたプラズマ密度の計測結果から成膜速度の増加は、電子密度の増加によると考えられる。

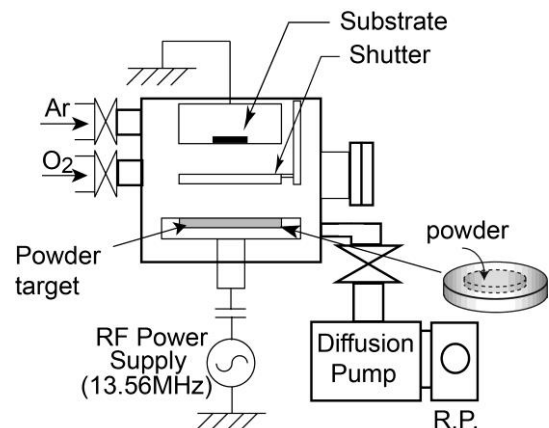


図1 粉体ターゲットスパッタ成膜装置

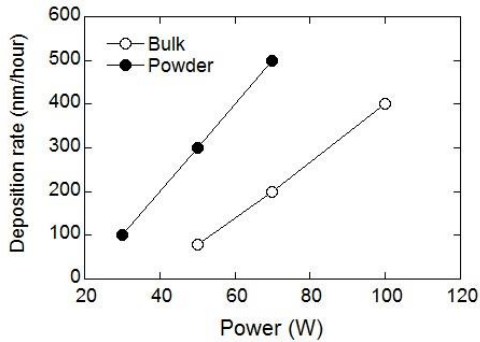


図2 成膜速度の投入電力依存性

3.2 パルスレーザー堆積法

成膜装置は通常のPLD装置のターゲットホルダに粉体ターゲットを充填し Nd:YAG レーザを照射し、Si 基板上に薄膜を堆積させた。このとき、波長は第 1~3 高調波で比較した。今回はレーザーフルエンスが $0.2 \sim 1 \text{ J/cm}^2$ 以下になる様に調整した。また、基底真空は $5 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 以下、ガスはアルゴン (Ar) と酸素 (O_2) の混合ガスを使用した。図 3 に、表面にレーザを照射する通常の PLD 法を用いて作製した薄膜の成膜速度とレーザーフルエンスの関係を示す。粉体ターゲットを用いた成膜速度はおおよそ $10 \sim 50 \text{ nm/min}$ 程度であることが解る。また、同一波長レーザーでは、粉体ターゲットを用いた方がバルクの場合よりも 2~5 倍程度、成膜速度が速いことが解った。またここには示していないが、粉体ターゲットを用いて作製した TiO_2 薄膜の表面形状を、AFM を用いて観測した結果、表面は比較的スムーズであり自乗平均荒さはバルクを用いた場合とほぼ同程度であった。

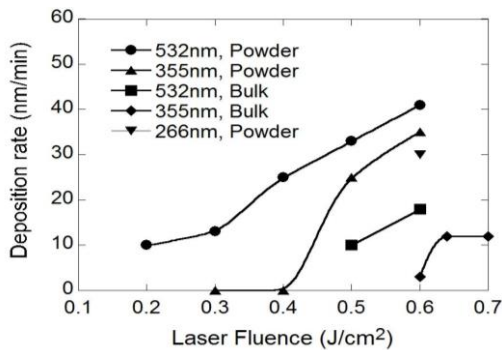


図3 成膜速度の波長、フルエンス依存性

3.3 裏面照射パルスレーザー堆積法

成膜過程で図 4 に示す様に透明なターゲットホルダに少量の粉体ターゲットを置き、ターゲット側からレーザをあてることでプラズマが発生することがわかった。これを利用すれば、裏面から

のレーザ照射によって薄膜が作製出来る可能性がある。今回は、いくつかの粉体を用いて上述の手法による機能性薄膜の作製を行った。図 5 には TiO_2 の粉体を用いて作製した薄膜を XRD で分析した結果を示す。結果から、Ti ターゲットを用いてルチルとアナターゼの混合したマルチエレメントの結晶ピークが表れていることがわかった。また、ここには示していないが Si 基板を SEM で分析した結果、基板上にターゲットと同じ性質を持つ薄膜とドロップレットと思われる微粒子が存在していることがわかった。ここには示していないが、これ以外にも、BN 薄膜やタングステン薄膜の作製も行った。作製した薄膜を XRD および SEM で分析した結果、すべてそれぞれの結晶ピークが検出された。

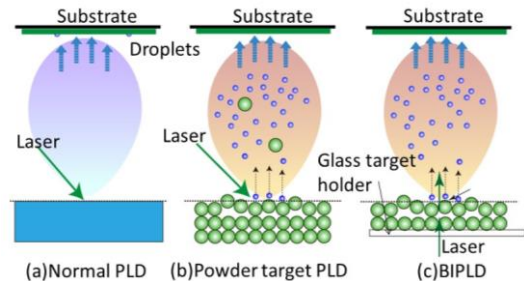


図4 裏面照射 PLD 法の原理

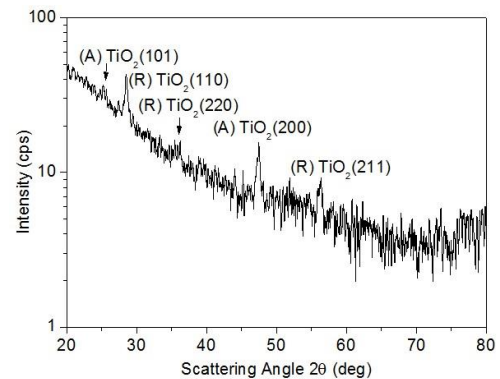


図5 裏面 PLD で作製した TiO_2 薄膜の XRD 分析結果

4. まとめ

粉体をターゲットとして用いたプラズマプロセス（スパッタリング法およびパルスレーザー堆積法）で、薄膜作製を行った。結果から膜質は通常のプラズマプロセスとほぼ同様の薄膜が作製された。また、粉体ターゲットを用いた場合、成膜速度が速くなるなどの特徴も明らかになった。

高専でも、数名の教員が協力して研究を進めることにより、先端研究が行えるのではないかと考えており、今後も同様に研究を進める予定である。