## 反応性スパッタのモード遷移機構における酸素流量・投入電力の関係

薄膜・表面物性研究室 木村 光佑 M156105 Kosuke KIMURA

## 背景と目的

通常のスパッタリング法に反応性ガスを導入することで基板上に化合物薄膜を得る反応性スパッタでは、ターゲットの表面状態に依存して2つの動作モードが存在する。ターゲットの金属表面が露出している状態を金属モード、ターゲット表面が化合物の層で覆われた状態を化合物モードといい、これらは薄膜の堆積速度や化学組成に大きな影響を与えることが知られている[1]。モードの遷移領域近傍では高速成膜を維持して化学量論組成の薄膜が得られるが、非線形的でヒステリシスを伴う雪崩的な遷移であるために安定した製膜が困難となる。

本研究では、2つのモード間における放電インピーダンスの違いを利用して、放電電圧の変化からモード遷移現象を調べた。

## 実験方法

 $Ar+O_2$ の混合ガス環境下で、金属ターゲットに V, Zr, Ti, Al を用いて DC 反応性スパッタを行った。このとき、反応性ガス流量とターゲット蒸発量がモード遷移に及ぼす影響を調べるため、ターゲットへの投入電力を一定に保ち  $O_2$  流量を変化させる測定と、 $O_2$  流量を一定に保ちターゲットへの投入電力を変化させる測定を行った。実際に得られた薄膜は、光学特性から膜物性を評価した。加えて、Ar 圧力の調節方法がモード遷移現象に及ぼす影響についても調べた。

#### 結果と考察

Vターゲットを用いた測定における履歴曲線から決定した遷移点を、 $O_2$ 流量 vs 投入電力プロットした結果を図1に示す。これより遷移点は、測定方法によらず共通に原点を通る直線上に乗ることがわかり、Ar 圧力やターゲット材料が異なっても同様の直線関係を示した。加えてこの結果は、金属モード・化合物モードに関わらず、ターゲットへの投入電力とターゲット蒸発量が比例関係にあることを示唆している。この直線関係を用いることで、遷移点や得られる膜物性の予測が可能になると考えた。

図1に記載した条件(cond A, cond B)にて実際に製膜を行い、光学におけるキルヒホッフの法則を用いて得られた吸収スペクトルを図2に示した。この際、膜厚を揃えるために投入電力と堆積時間の積は一定とした。図2より、2つの試料の吸収係数スペクトルは等しく、図1の直線関係を用いることで、異なる条件で製膜した試料でも物性が等しくなることが確認できた。

続いて、Ar 圧力の調節方法によるヒステリシス挙動の違いを調べた。チャンバー内の

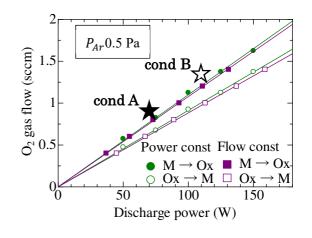


図 1. 遷移点の O2流量 vs 投入電力プロット

Ar 圧力 $(P_{Ar})$ は、次式のように Ar 流量 $(Q_{Ar})$  とポンプの排気速度 $(S_n)$  から決定される。

$$P_{Ar} = Q_{Ar} / S_p$$

図3と図4は、遷移点直線(図1参照)の傾 きを Ar 圧力に対して片対数プロットしたも のである。Ar 流量を一定に保ち、排気速度で Ar 圧力を調節した場合(図3)は、Ar 圧力の 増加(排気速度の減少)に伴いヒステリシス 幅が増加していくことがわかる。これは一般 的にも知られている結果であり、既存モデル [1]からも確認できる。一方、排気速度を一定 に保ち、流量によって Ar 圧力を調節した場 合(図4)では、Ar圧力の増加(Ar流量の増 加) に伴いヒステリシス幅が減少していくと いった、図3とは逆の挙動を示すことがわか った。ターゲット表面への化合物層の形成 は、ターゲットへの酸素分子の化学吸着と酸 素イオンの打ち込みが主要因とされる[2]。化 学吸着効果は酸素分圧のみに依存するが、酸 素イオンの打ち込み効果は O2分圧と Ar 分圧 に依存する。Ar流量が増加すると、O<sub>2</sub>/Ar分 圧比が下がりターゲットへの酸素イオンの打 ち込み効果が緩和されるため、ターゲットの 酸化が起こりにくくなりヒステリシス幅が減 少したと考えられる。

#### 結論

モード遷移現象における遷移点は、 $O_2$ 流量 vs 投入電力プロットすると、測定方法によらず共通に原点を通る直線で近似できることを見出し、この直線関係は膜質の制御にも利用することができた。また、ヒステリシスは Ar 圧力の調節方法にも影響されることがわかり、高圧力でもヒステリシスを消滅できる可能性が示唆された。

# 参考文献

[1] S. Berg, et al. Thin Solid Films 476 (2005) 215–230.

[2] E. Särhammar, et al. Surf. Coat Technol. 232 (2013) 357–361.

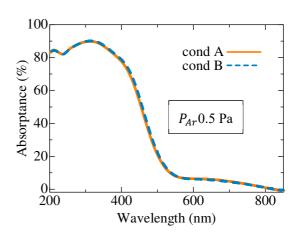


図 2. 酸化バナジウム薄膜の吸収スペクトル

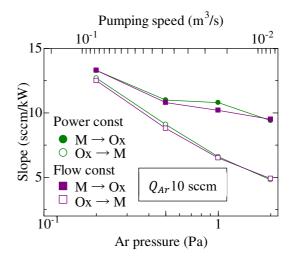


図 3. 遷移点直線の傾き vs Ar 圧力( $S_n$ 変化)

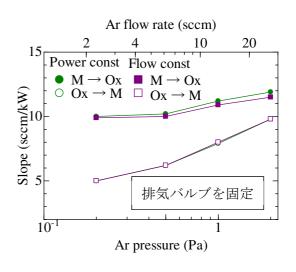


図 4. 遷移点直線の傾き vs Ar 圧力( $Q_{Ar}$ 変化)