

大電力パルススパッタを用いた Al₂O₃ 製膜プロセスの安定化

薄膜・表面物性研究室 前田 直彦

S151135 Naohiko MAEDA

背景と目的

アルミナ膜は耐摩耗性に優れるため、切削工具、摺動部品にコーティングすることでこれらの部品の長寿命化が期待できる。 α -Al₂O₃はアルミナの中でも特に高いモース硬度をもつ。従来の製膜手法では、組成制御が難しい、プラズマプロセスではアーク放電が発生しやすい、製膜後に1000°C以上の高温で熱処理を行わなければ α 構造を得られないという課題がある。本研究ではこれらの問題点を解決するために、大電力パルススパッタ (HiPIMS) を用いた。この手法に特有のパラメータである投入電圧のパルス幅、周波数に注目し、ターゲット金属に流れるピーク電流値の制御値を変更しながら製膜を行う組成制御法を適用した。またバイポーラパルススパッタ装置を使用することでアーク放電防止を試み、さらにチャンバーを加熱した状態での製膜も行った。

実験方法

HiPIMS 中に酸素ガスを流入することで Si 基板に Al₂O₃ 膜の製膜を行った。組成制御を行うために、パルスのピーク電流値が一定の値を取るよう周波数をフィードバック制御し、16分毎に制御するピーク電流値を 22、23、24 A に変更して、合計 48 分間製膜を行った。

バイポーラパルススパッタ装置を用いた実験では、チャンバーを 600°C に加熱し、酸素ガス流量 10 sccm、14 sccm の 2 種類で製膜を行った。酸素ガス流量の変化によって結晶構造に違いが現れるかを確認するために、これら 2 条件での X 線回折 (XRD) 測定を行った。

結果と考察

組成傾斜膜の走査型電子顕微鏡断面画像および 5 点のエネルギー分散型 X 線分析測定における酸素の含有率を図 1 に示す。基板に近い低ピーク電流値のときは酸素含有率が低く、ピーク電流の制御値が高くなるにつれて酸素含有率が高くなった。この結果から、製膜中にピーク電流の制御値を変更することで、酸素組成比が約 40%~50%の間で組成制御が可能であることがわかった。

バイポーラパルススパッタ装置を使用し、チャンバー圧力の変更や基板のアルミナ研磨を行ったサンプルの XRD 測定結果を図 2 に示す。どちらのサンプルでも γ 構造が確認されたため、酸素ガス流量 10 sccm でも結晶構造を得るには十分な流量であり、 α 構造を得るには使用装置の最大温度である 600°C では十分でないことが明らかになった。

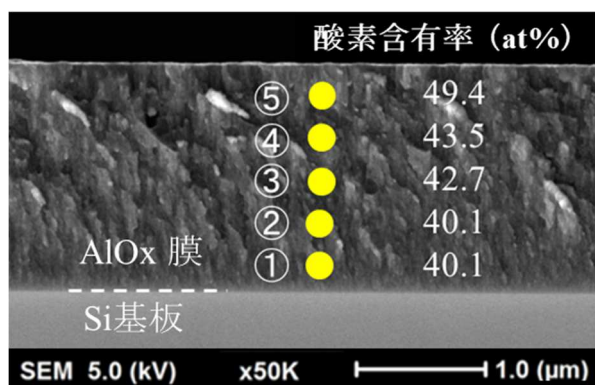


図 1. アルミナ組成傾斜膜の SEM 画像

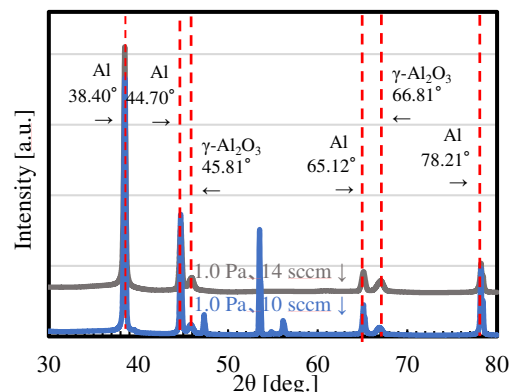


図 2. チャンバー温度 600°C での結晶構造