

# スパッタリングガスイオンが薄膜特性に及ぼす影響

宮田 隼平<sup>1,\*</sup> 豊田 椋一<sup>1,\*</sup> 橋本 真希<sup>1,\*</sup>  
飯島 貴朗<sup>2,\*</sup> 利根川 昭<sup>3</sup> 松村 義人<sup>1</sup>

<sup>1</sup>東海大学大学院工学研究科応用理学専攻

<sup>2</sup>東海大学大学院総合理工学研究科総合理工学専攻

<sup>3</sup>東海大学理学部物理学科

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 80, No. 4 (2016), pp. 280–283

© 2016 The Japan Institute of Metals and Materials

## Effect of Sputtering Gas Ions on Thin Film Properties

Shumpei Miyata<sup>1,\*</sup>, Ryoichi Toyoda<sup>1,\*</sup>, Maki Hashimoto<sup>1,\*</sup>,  
Takaaki Iijima<sup>2,\*</sup>, Akira Tonegawa<sup>3</sup> and Yoshihito Matsumura<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Tokai University, Course of applied science, Graduate school of engineering, Hiratsuka 259–1292

<sup>2</sup>Tokai University, Graduate School of Science and Technology, Hiratsuka 259–1292

<sup>3</sup>Tokai University, Department of Physics, School of Science, Hiratsuka 259–1292

In thin films that are prepared by sputtering, internal stress is generated during film formation. Internal stress is widely known to induce substantial changes in the properties of thin films, including their mechanical and optical properties and electromagnetic characteristics. The internal stress of sputtered films, which is generated by changes in their sputtering powers and gas pressures and substrate biases, is affected by ion bombardment during thin-film deposition. In our recent research, we studied methods of measuring the ion energy in the plasma and sheath regions using a multigrid electrostatic ion analyzer and a Langmuir probe. The obtained data suggested that the effect of ion bombardment can be quantitatively evaluated. In the present study, sputtered thin films were deposited using different sputtering gases and varying substrate biases. We attempted to control the internal stress of the deposited thin films by evaluating the ionic bombardment during film deposition as ion-bombardment parameter  $P_i$ , which was affected by the sputtering gas ions. The results demonstrate that the internal stress of the thin films decreased with increasing the ion-bombardment parameter  $P_i$ . The compressive stress was increased by the peening effect of the sputtering gas ions. Therefore, evaluating the internal stress of thin films using the ion-bombardment parameter  $P_i$  is feasible. [doi:10.2320/jinstmet.JBW201504]

(Received October 14, 2015; Accepted December 11, 2015; Published February 5, 2016)

**Keywords:** sputtering, ion bombardment, internal stress, substrate bias, multi-grid electro-static ion analyzer, Langmuir probe, plasma

## 1. 緒 言

薄膜作製において成膜中に生じた内部応力が、薄膜の機械的・光学的・電磁気的特性といった薄膜特性を大きく変化させることが知られている<sup>1-3)</sup>。スパッタ薄膜の内部応力はスパッタリングガスイオン(以降イオン)のイオン衝撃の影響を受け、そのイオン衝撃は成膜中のスパッタリング電力・スパッタリングガス圧、基板バイアスなどにより変化することが知られている。近年ではスパッタ成膜中の薄膜堆積中のイオン入射におけるイオン衝撃により、薄膜特性を制御しようと試みられている<sup>4-6)</sup>。Hoffmanらは、薄膜に入射するイオンによるイオン衝撃が薄膜の内部応力に及ぼす影響に関して、イオンの入射頻度と堆積粒子の入射頻度の比に依存することを報告しており、また Windishmannらは、スパッタ薄膜の内部応力はイオンのエネルギーに依存していることを報告し

ている<sup>7-11)</sup>。これまで我々は、成膜時のスパッタ電力を変化させイオンと堆積粒子の入射頻度が変化した際に、原子量の異なるイオンが薄膜の内部応力に及ぼすイオン衝撃の影響をイオン衝撃パラメータ  $P_i$  により評価を行い定量的に評価することが可能であると明らかにしてきた<sup>12)</sup>。そこで、本研究では基板バイアスを変化させイオンの運動量が変化した際に、原子量の異なるスパッタリングガス(Ar: 原子量 40, Xe: 原子量 131)が薄膜の内部応力に及ぼすイオン衝撃を  $P_i$  により評価を行った。また、より精密なプラズマ診断を行うため、マルチグリッド型静電イオンアナライザー(MGA)と平板型ラングミュアプローブの二つを用いて測定を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 薄膜作成方法

本研究には、プレーナー型直流放電マグネトロンスパッタリング法を用い、スパッタリングターゲットには純度 99.9 mass%, 直径 75 mm, 厚さ 3 mm の Ni を用い、基板には n

\* 東海大学大学院生(Graduate student, Tokai University)



$$a = \frac{r_d \rho_{Ni}}{M_{Ni}} \quad (8)$$

イオン 1 個あたりの運動量の大きさ  $|p|$  は、イオンの質量  $m_i$  (kg), 基板に入射するイオンの速度  $v_i$  ( $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ ) を用いて次式から導出される.

$$|p| = m_i \cdot v_i \quad (9)$$

## 2.4 内部応力の測定

光てこ法により短冊状の ( $4.7 \text{ mm} \times 24.7 \text{ mm} \times 0.3 \text{ mm}$ ) の Si ウェハ基板に成膜した試料の長手方向の反りを求め、薄膜の内部応力により生じた試料の曲率半径を計算した. レーザーと位置検出素子を含む, 光路長 1.3 m のシングルビーム光学系から構成される薄膜応力測定装置において, オプティカルフラットとしての成膜前の基板と成膜後の試料の反射光の位置変化により, 薄膜堆積前後の基板の曲率半径の変化を求めた. 薄膜の内部応力  $\sigma$  (GPa) は基板の反りの曲率半径  $R$  と基板に用いた Si(100) のヤング率  $Y_s$ , ポアソン比  $\nu_s$ , 基板厚  $t_s$ , 膜厚  $t_f$  を用いて以下の Stoney の式<sup>14)</sup> より求めた.

$$\sigma = \frac{Y_s t_s^2}{6(1-\nu_s) R t_f} \quad (10)$$

## 3. 結果および考察

Fig. 3 に基板バイアス  $V_{\text{sub}}$  と成膜中の基板に入射するイオンと堆積粒子の入射頻度比  $i/a$  を示す.  $V_{\text{sub}}$  を深くするのに従い,  $i/a$  はスパッタリングガスに Ar を用いた時と Xe を用いた時の双方において増加を示した. 加えて,  $i/a$  はスパッタリングガスに Xe を用いた時よりも Ar を用いた時の方が大きくなった. 本実験ではスパッタ電力を一定で行っているため, 堆積粒子の入射頻度  $a$  は変化しない. このことから,  $i/a$  の増加はイオンの入射頻度  $i$  が増加したことに起因している. 基板バイアスを深くするに伴い,  $V_s$  と  $V_{\text{sub}}$  の電位差によって加速されたイオンの  $v_{\text{sh}}$  が増加したため  $i$  が増加したと考えられる. また, 各スパッタリングガスが  $V_s$  と

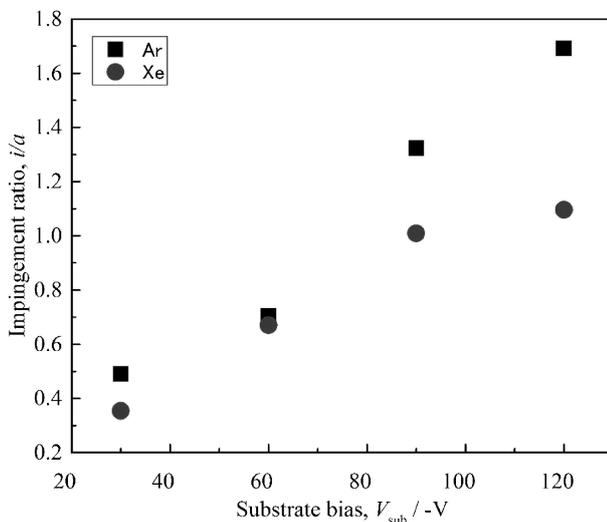


Fig. 3 Impingement ratio  $i/a$  as a function of substrate bias  $V_{\text{sub}}$ .

$V_{\text{sub}}$  で与えられる電位差は一定であるが, Xe に比べ Ar は質量が小さいため  $v_{\text{sh}}$  が大きくなった. このことから, Xe に比べ Ar を用いた時に  $i/a$  が大きくなったと考えられる.

Fig. 4 に基板バイアス  $V_{\text{sub}}$  に対するイオンの運動量  $|p|$  の変化を示す.  $V_{\text{sub}}$  を深くするのに従い, Ar イオンと Xe イオンの  $|p|$  はどちらも増加を示した. これは  $V_{\text{sub}}$  を深くすることによって  $v_i$  が大きくなり  $|p|$  が増加を示したと考えられる. 基板に入射するイオンの速度  $v_i$  は先ほども述べたように, 質量の小さい Ar のほうが大きい. しかし, スパッタリングガスの質量は Ar よりも Xe のほうが約 3 倍と大きいため, 運動量のパラメータの変化としてはスパッタリングガスの質量に依存し, Xe イオンの  $|p|$  が大きくなったと考えられる.

Fig. 5 に基板バイアス  $V_{\text{sub}}$  に対する作製した薄膜の内部応力  $\sigma$  を示す. 図の縦軸正の値は作製した薄膜の引張応力を示し負の値は圧縮応力を示す. いずれのスパッタリングガス種において,  $V_{\text{sub}}$  を深くするのに従い  $\sigma$  は減少し, 引張応力から圧縮応力へと変化した. 成膜条件の熱応力は一定で

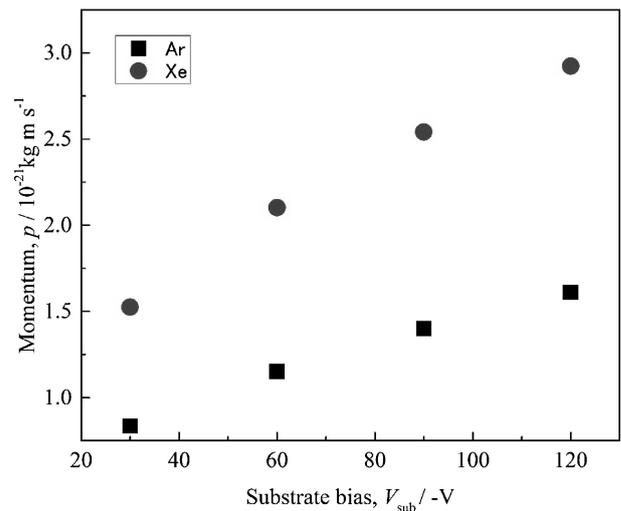


Fig. 4 Momentum  $p$  as a function of substrate bias  $V_{\text{sub}}$ .

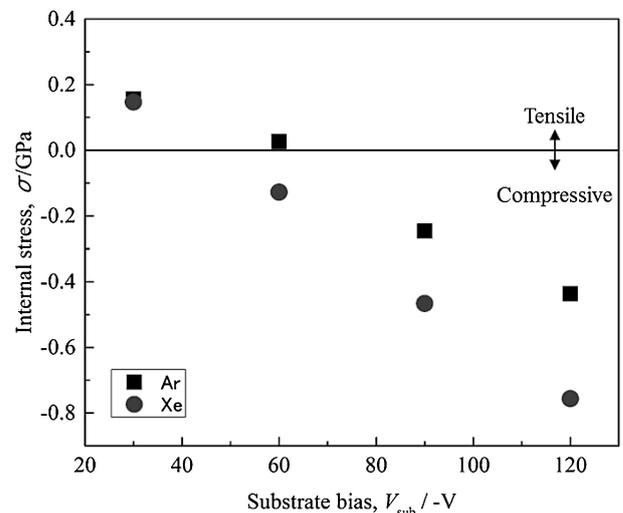


Fig. 5 Internal stress  $\sigma$  as a function of substrate bias  $V_{\text{sub}}$ .

あるため、 $V_{\text{sub}}$ を深くすることによりイオンの $|p|$ と $i$ が増加することから、圧縮応力発生させるピーニング効果が増加し、薄膜の内部応力は引張応力から圧縮応力に変化したと考えられる。また、Fig. 4で示したように、基板バイアス $V_{\text{sub}}$ に対して基板に入射するイオンの $|p|$ がArに比べ、Xeの変化が大きいことでピーニング効果の影響が大きくなり、応力の変化が大きくなったと考えられる。

Fig. 6はイオン衝撃パラメータ $P_i$ に対する薄膜の内部応力 $\sigma$ の変化を示す。Fig. 5と同様に図の縦軸正の値は作製した薄膜の引張応力を示し、負の値は圧縮応力を示す。基板バイアス $V_{\text{sub}}$ を深くするに従い、いずれのスパッタリングガスにおいてもイオン衝撃パラメータ $P_i$ は増加とともに、薄膜の内部応力は引張応力から圧縮応力へと変化した。 $P_i$ に対する応力の変化量はArに比べXeのほうが僅かに大きくなった。また、 $P_i$ に対する内部応力の変化はAr, Xeのどちらも直線的に変化し、同一線上に乗ることがわかった。これにより、スパッタリングガスの種類にかかわらず、イオン衝撃パラメータ $P_i$ を用いることにより、薄膜の内部応力を定量的に評価することができ、目的に応じた応力を持つ薄膜の作製が容易に行えると考えられる。

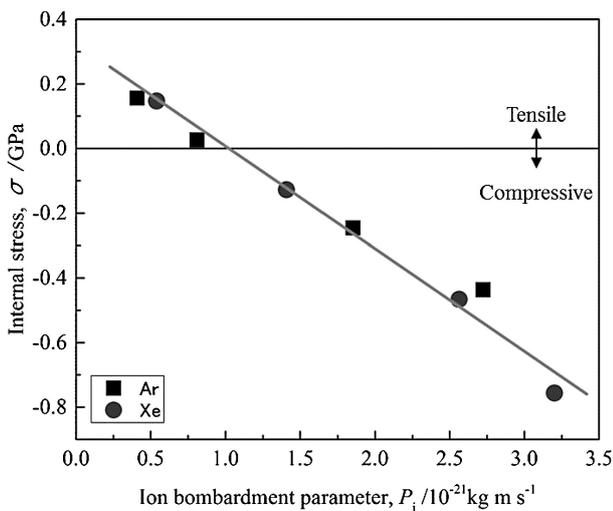


Fig. 6 Internal stress  $\sigma$  as a function of ion bombardment parameter  $P_i$ .

## 4. 結 言

本研究では原子量の異なるスパッタリングガス環境下で、基板バイアスを変化させ成膜を行った。また、ラングミュアプローブとマルチグリッド型静電イオンアナライザーを用いてプラズマ診断を行い、イオン衝撃パラメータ $P_i$ を用いて薄膜作製時に生じる内部応力に与えるイオン衝撃の影響を評価した。基板バイアスを深くするに従い、イオンの質量が小さいほど入射速度および入射頻度が増加し、イオンの質量が大きいほど運動量が増加した。イオン衝撃パラメータ $P_i$ としては、質量の大きいXeの方がArに比べ大きくなった。これにより、薄膜に与えるピーニング効果が増加し、薄膜の内部応力は引張応力から圧縮応力へ変化した。薄膜の内部応力の変化はイオン衝撃パラメータ $P_i$ を用いることにより、定量的に評価することができ、薄膜の内部応力を自由に制御できると考えられる。

本研究は東海大学未来科学技術共同研究センターのエネルギー材料創生プロセスに関する研究において遂行された。ここに感謝の意を示す。本研究は平成25年度科学研究費補助金基板研究(C)(課題番号24560859)により行われた。

## 文 献

- 1) D. W. Hoffman and M. R. Gaerttner: J. Vac. Sci. Technol. **17** (1980) 425-428.
- 2) T. J. Vink and J. B. A. D. Van Zon: J. Vac. Sci. Technol. A **9** (1991) 124-127.
- 3) F. Schatz, M. Hirscher and M. Schnell: J. Appl. Phys. **76**(1994) 5380-5382.
- 4) R. Wolfe and J. C. North: J. Vac. Sci. Technol. **15**(1978) 1675-1684.
- 5) A. Misra, S. Fayeulle, H. Kung, T. E. Mitchel and M. Nastasi: Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. B **148**(1999) 211-215.
- 6) S. G. Mayr and R. S. Averback: Phys. Rev. B **68**(2003) 2141051-21410510.
- 7) H. Windishmann: J. Appl. Phys. **62**(1987) 1800-1807.
- 8) C. K. Hwangbo, L. J. Lingg, J. P. Lehan, H. A. Macleod, J. L. Makous and S. Y. Kim: Appl. Opt. **28**(1989) 2769-2778.
- 9) G. Carter: J. Phys. D: Appl. Phys. **27**(1994) 1046-1055.
- 10) N. Satomi, K. Tanaka, M. Kitamura and M. Nishikawa: J. Nucl. Mater. **241-243**(1997) 1138-1141.
- 11) D. W. Hoffman and M. R. Gaerttner: J. Vac. Sci. Technol. **17** (1980) 425-428.
- 12) R. Toyoda, S. Toya, M. Hashimoto, A. Kohri and Y. Matsumura: J. Japan Inst. Met. Mater. **78**(2014) 132-136.
- 13) M. Yamashita: J. Vac. Soc. Japan. **26**(1983) 507-510.
- 14) G. G. Stoney: Proc. R. Soc. London. A **82**(1909) 172-175.