

磁石内蔵型マイクロ・スパッタリング装置†

—設計と薄膜形成・エッチング特性—

渡部 一史・杉田 利男

東京理科大学工学部電気工学科 162 東京都新宿区神楽坂 1-3

(1993年6月4日受付, 1993年8月30日掲載決定)

Design and Feature of an Inner-Magnet Type Micro-Sputtering Apparatus
for Thin Film Deposition and Etching Processes

Kazufumi WATABE and Toshio SUGITA

Department of Electrical Engineering, Science University of Tokyo
Kagurazaka 1-3, Shinjuku-ku, Tokyo 162

(Received June 4, 1993; Accepted August 30, 1993)

The micro-sputtering apparatus, developed by the authors and based on the discharge sputtering with Penning ionization gauge type electrode arrangement, can form a minute thin film and can etch locally a substrate with any area in μm -to- mm square range. In a former apparatus of outer-magnet type developed by the authors, a substrate must be set in a vacuum chamber. Recently some new applications required to make deposition or etching on an arbitrary position of a large substrate or on a curved surfaces of fishes and shells.

In this study, an inner-magnet type apparatus is developed anew in response to such requests. Design procedure of magnetic circuits is given. A newly designed apparatus is equipped with a discharge space surrounded by a soft iron envelope so as to form a magnetic circuit of 64 mm in outer diameter, 60 mm in inner diameter and 31 mm in height, in which an anode, target cathodes and magnets are installed. With the apparatus, the deposition or etching beam is drawn out from the discharge space through a hole of 6 mm diameter. When the hole is applied to a substrate aided by a sealing material, a thin film can be formed on the substrate or the substrate surface can be etched locally.

The deposition rates of thin films on a glass substrate were 15 nm/min for Au and 22 nm/min for Ag, while the etching rates were 65 nm/min for a synthetic diamond and much greater for semi-conducting materials, for example, 340 nm/min for a Si wafer and 1000 nm/min for a GaAs wafer.

1. 序 論

ペニングイオンゲージ型放電マイクロ・スパッタリング (以下では、マイクロ・スパッタリングと略す) は、筆者らの考案したもので、Fig. 1 (a) にその電極系を示した。2枚の平行陰極 (C_1, C_2) の間に円筒状陽極 (A) を置き、円筒状陽極の軸長方向に磁場 (B) を加えるという電極配置はペニングイオンゲージ (Penning Ionization Gauge: PIG)¹⁻³⁾ と同様であるが、陰極の一方 (C_1) に小孔 (H) を設け、その背後にダクト (D)、そしてダクト端に基板 (S) が置かれる。この電極系を真空槽内に収

め、アルゴンガスを 10^{-2} Pa にて満たす。そして陽極に 1~2kV の正電位を与え、陰極を接地電位とすると、PIG 放電が生じて、アルゴンイオンが陰極面を衝撃して、陰極表面をスパッタリングする。陽極 (A) と小孔 (H) の位置が実線の場合には、陰極面からスパッタリングされた陰極物質は小孔 (H) とダクト (D) を通り、基板 (S) の表面上に大きな堆積速度で堆積し、薄膜が効率よく形成される。他方、陽極を点線で示す位置に持ってきた場合は、放電室内からのビームによって、基板表面がエッチングされる。前者を「薄膜堆積モード (deposition mode)」そして後者を「エッチング・モード (etching mode)」と名付けている。なお、基板表面をエッチングした後、その場所に薄膜堆積を行うことで「象眼」を行うことがで

† 本論文の一部は、第10回表面科学講演大会 (1990年12月5日) にて発表

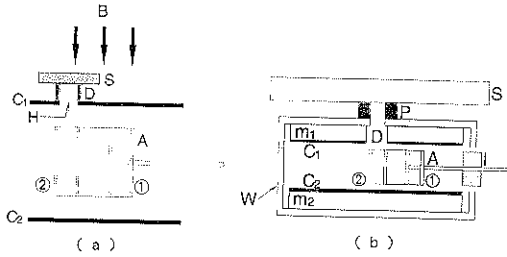


Fig. 1 (a) Electrode arrangement of a micro-sputtering apparatus, (b) Schematic diagram of an inner-magnet type micro-sputtering apparatus.

A: anode, H: hole, S: substrate, m_1, m_2 : permanent magnets, I: insulator, C_1, C_2 : cathodes, D: duct, B: magnetic field, W: vacuum chamber, P: vacuum seal,
Position ①: deposition mode.
Position ②: etching mode.

きる。

このマイクロ・スパッタリング方式では、金属、半金属、半導体が陰極として使用できる。他方、基板としては、金属、半金属、半導体、絶縁体と広い範囲の物質が選択できる。そして、そのサイズは mm サイズから μm サイズとマイクロ化されている。そのため、これまでに、抜去箇面上へのウ蝕予防膜の形成^{4,5)}、人工歯面への識別用マイクロ刻印⁶⁾、水晶振動子の発振周波数の微調整⁷⁾、ダイヤモンド表面へのパターン刻印と象眼⁸⁾、合成ダイヤモンド薄膜表面の平坦化^{9,10)}などに適用され、いずれも好結果を得ている。これらの研究に使用した装置は、PIG 放電を生起するための磁界を、真空槽外に置かれた永久磁石で与えている。そのため、この装置を「外部磁石型装置」と呼ぶことにする。

最近、基板が試料室内に入りきれないほどに大形の場合が生じてきた。たとえば、大形液晶パネルや、薄膜コーティングされた窓ガラスの場合などで、それらの特定微小部分に薄膜を堆積させたり、逆に、コートされている薄膜をエッチングで除去したりする必要が生じたのである。他方、基板が生体という場合も生じてきた。このときは、基板を真空槽内に入れることができない。ヒトや動物の口腔内で歯面上にウ蝕予防膜を形成したり、魚や貝の体表に識別マークを刻印したりする場合がそれである。これらの場合は、外部磁石を放電室内に収納し、かつ、ダクトと基板表面の間を真空シールができれば、試料室は取り外すことができ、基板がどんなに大形であっても、また、生体であっても可能ということとなる。このような装置を「磁石内蔵型マイクロ・スパッタリング装置」と呼ぶことにする。

本論文は、このような「磁石内蔵型マイクロ・スパッタ

リング装置」を設計試作し、かつ、その特性を検証した結果をまとめたものである。

2. 磁石内蔵型マイクロ・スパッタリング装置の設計

2.1 構成

Fig. 1 (b) が本論文で述べる「磁石内蔵型マイクロ・スパッタリング装置」の構成図である。

真空槽 (W) と陰極板 (C_1, C_2) の間に、一対の永久磁石 (m_1, m_2) を収納した構造で、真空槽を軟鉄などで製作することで磁気回路を形成させる。上部の磁石 (m_1) の中央部には、ダクトとするための小孔が設けてあり、この周囲に置かれたリング状真空シール (P) によって、基板 (S) 表面と真空槽 (W) 間は気密に保たれる。真空槽内は、図示されていない 2 本の真空導管によって、排気とアルゴンガスの導入が行われる。

陽極 (A) に 1~2 kV の正電圧を与え、陰極 (C_1, C_2) を接地する。真空槽内のアルゴンガス圧力を、 10^{-2} Pa 程度とすると、内蔵磁石 (m_1, m_2) と真空槽で構成される磁気回路による磁場によって、PIG 放電が生ずる。これによって生成されたアルゴンイオンが陰極面を衝撃し、陰極物質をスパッタリングする。スパッタリングされた粒子は、ダクト (D) と真空シール材の空間を通過して基板 (S) の表面に達して堆積される。

陽極を、エッチング・モード②に位置させた場合は、基板表面をエッチングすることができる。

2.2 磁気回路の設計

磁束漏洩のない磁気回路の設計の要点は、磁石の一方の磁極から発した磁束をすべて磁気回路内で通過させ、片方の磁極へ戻すような磁路を形成させることにある。

(1) 基本的な考え方

まず、Fig. 2 のような、永久磁石と軟鉄からなる簡単な磁気回路モデルについて考える。

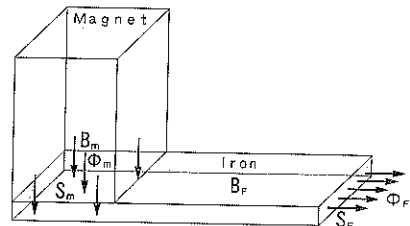


Fig. 2 Basic form of a magnetic circuit.
 B_m : magnetic flux density, S_m : area of a magnet, Φ_m : magnetic flux, B_F : saturated magnetic flux density in an iron sheet, S_F : cross sectional area of an iron sheet, Φ_F : saturated magnetic flux in an iron sheet.

である。

他方、真空容器の下底面部についての(3)式の右辺を計算すると、

$$\pi \ell t_1 B_F = \pi \times (55 \times 10^{-3}) \times (2 \times 10^{-3}) \times 2.1 \\ = 7.3 \times 10^{-4} \text{ [Wb]}$$

となる。ここで軟鉄の飽和磁束密度 B_F の値として、2.1 T を用いた¹²⁾。これらから下底部では、

$$\Phi_m = 4.7 \times 10^{-4} \text{ [Wb]} < 7.3 \times 10^{-4} \text{ [Wb]}$$

となり、(3)式の不等式の関係を満たしている。

側面部について、同様に(4)式の右辺を計算すると、

$$\frac{\pi(D_o^2 - D_i^2)}{4} B_F = \frac{\pi \{(64 \times 10^{-3})^2 - (60 \times 10^{-3})^2\}}{4} \times 2.1 \\ = 8.2 \times 10^{-4} \text{ [Wb]}$$

となる。したがって、側面部でも

$$\Phi_m = 4.7 \times 10^{-4} \text{ [Wb]} < 8.2 \times 10^{-4} \text{ [Wb]}$$

となり、(4)式の不等式を満足している。

つぎに、上面部では、設けられた小孔の面積は磁石の面積の1.2%程度である。よって上面部でも、下底面部と同様に(3)式の不等式が成立すると考えられる。

このように、磁極 m_2 から発している磁束 Φ_m のほとんどは、この真空槽の磁気回路内を流れて磁極 m_1 に達し、かつ、放電空間内にほぼ均一の磁場が与えられて、磁極 m_2 に戻っているものと考えられる。

そこで、この磁気回路における漏洩磁束密度を、ADS社製ガウスメータで測定した。この結果を Fig. 4 に示す。上面、下底面からそれぞれ 2.5 mm 離れた位置において、いずれも 0.01 T 程度であった。側面においては、2.5 mm の距離のところでは 0.0085 T であった。なお、放電空間内中央部で 0.20 T、そこから 15 mm 離れた位

置でも 0.20 T であった。このように、各部の漏洩磁束密度は、磁石の磁束密度 0.2 T に対して 5% 以内にあり、この試作装置は目標とした磁気回路としてよい性能をもつことが確かめられた。

2.4 試作マイクロ・スパッタリング装置

前記の磁気回路をもつ円筒形真空容器内に、つぎの陰極と陽極を収納して、「磁石内蔵型マイクロ・スパッタリング装置」を構成した。すなわち、陰極 (C_1, C_2) は直径 55 mm、厚さ 0.5 mm の Au 板で製作した。 C_1 には 6 mmφ の小孔が穿ってある。他方、陽極 (A) は外径 11 mm、内径 10 mm、高さ 10 mm の円筒形で、ステンレス・スチールで作製した。なお、軟鉄製円筒容器から陽極を電氣的に絶縁するため、テフロン製端子 (I) を使用した。

3. 試作装置の薄膜形成とエッチングの特性

3.1 実験方法

上述の試作装置の薄膜形成とエッチングの特性を得るために、装置をベルジャー型真空槽 (直径 30 cm、高さ 35 cm) 内にセットして実験を行った。

真空槽内は、油回転ポンプと油拡散ポンプにて、 2×10^{-3} Pa 以下まで排気を行う。その後、高純度 Ar ガスを槽内に導入し、かつ排気真空弁を調整して、常に 0.1 Pa の平衡圧力が保持できるようにした。この状態で、陰極をアース電位とし、陽極に 2.5 kV の直流電圧を印加し、電極間で PIG 放電を生じさせて、薄膜形成実験およびエッチング実験を行った。

基板面上に形成された堆積膜の膜厚および基板面のエッチング深さは、(株)小坂研究所製の触針式表面形状測定器 (サーフコーダ, EK-30) を用いて測定した。

3.2 薄膜形成特性

陽極を「薄膜堆積モード」の位置にセットし、ガラスおよび天然ルビー表面上の Au 薄膜形成と Ag 薄膜の形成実験を行った。陰極 (C_1, C_2) の Au 板および Ag 板はいずれも、直径 55 mm、厚さ 0.5 mm で、純度 99.99 % である。なお、 C_1 側の陰極の小孔は 6 mmφ である。

(a) ガラス基板面上への Au 薄膜と Ag 薄膜の形成

900 μmφ のピンホールをパターンマスクとして用い、ガラス基板面上に置いた。印加電圧 2.5 kV、放電電流 3.2 mA の場合に形成された、900 μmφ の Au および Ag 薄膜の膜厚と堆積時間の関係を Fig. 5 に示す。膜厚は堆積時間に比例し、これらの直線の傾きから堆積速度を算出すると、Au の場合は 15 nm/min に、Ag の場合は 22 nm/min と得られた。

この Au 薄膜堆積速度を、ワット当たりの堆積速度で表わすと 1.9 nm/Wmin となり、これは「外部磁石型装

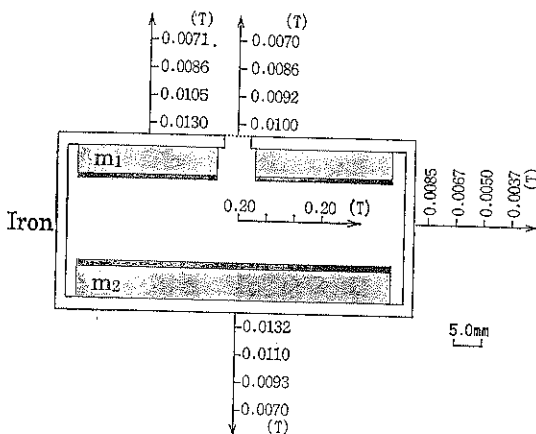


Fig. 4 Distribution of measured magnetic field strength in an inner-magnet type micro-sputtering apparatus.

置」の場合の値 3.7nm/Wmin に比べ、ほぼ $1/2$ となった。

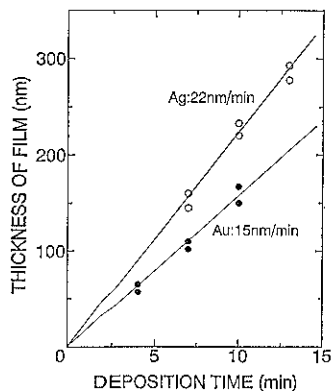


Fig. 5 Deposition rates of gold and silver film on a glass substrate.
(Anode voltage 2.5kV, discharge current 3.2mA, Argon pressure 0.1 Pa)



Fig. 6 Photographic view of the gold film deposited surface of an oval cut ruby.

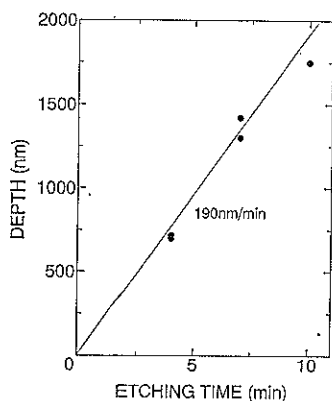


Fig. 7 Etching rate of glass substrate surface.
(Anode voltage 2.5kV, discharge current 1.8 mA, Argon pressure 0.1 Pa)

(b) 天然ルビー表面への Au 薄膜堆積実験

Fig. 6 は、指輪用にオーバルカットされた天然ルビーのテーブル面に、 $900\mu\text{m}\phi$ の Au 薄膜を形成した結果である。印加電圧 2.5 kV, 放電電流 3.2 mA にて、20 分間 Au 薄膜を堆積させたものである。この膜厚は、基板の形状から測定できなかったが、前記のガラス基板上の値から推定すると 300 nm となる。

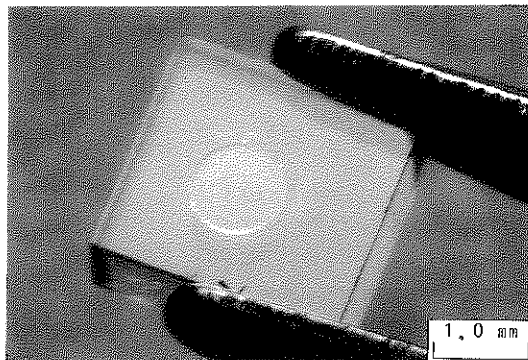


Fig. 8(a) Photograph of spot-etching on a synthetic diamond "Sumicrystal".
(Anode voltage 2.5kV, discharge current 2.1mA, etching time 20 min, Argon pressure 0.1 Pa)



Fig. 8(b) Recording chart of surface profiler for spot-etching on synthetic diamond "Sumicrystal" surface.

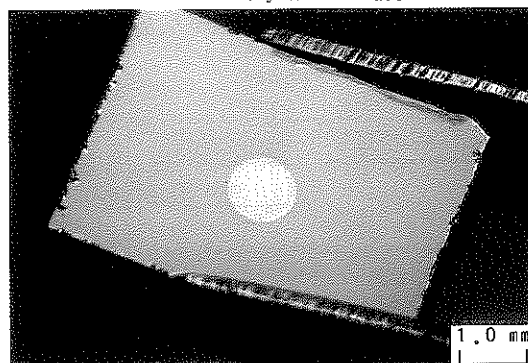


Fig. 9 Photograph of spot-etching on a silicon wafer.
(Anode voltage 2.5kV, discharge current 2.1mA, etching time 30sec, Argon pressure 0.1 Pa)

3.3 エッチング実験

陽極を「エッチング・モード」とし、1 mm ϕ の小孔が穿たれたパターンマスクを用いて、ガラス面と人工ダイヤモンド「スミクリスタル」面上のスポット状エッチングを行った。他方、Si ウエハーと GaAs ウエハーの半導体基板表面にも、スポットエッチングを試みた。

(a) ガラス基板

印加電圧 2.5 kV、放電電流 1.8 mA にて、ガラス基板表面に対してエッチングを施し、その深さとエッチング時間の関係を調べた結果が Fig. 7 である。エッチング深さはエッチング時間に正比例していて、この直線の傾きからガラス基板のエッチング速度を求めると、190 nm/min (42 nm/Wmin) と算出された。この値は、「外部磁石型装置」におけるエッチング速度 6.7 nm/Wmin の約 7 倍である。

(b) 人工ダイヤモンド

住友電気工業(株)製の人工ダイヤモンド「スミクリスタル」(2.5 mm $\times$ 5.5 mm $\times$ 0.4 mm)の表面に、印加電圧 2.5 kV、放電電流 2.1 mA、20 分間のスポットエッチングを行った。得られた表面の状態を Fig. 8 (a) に示す。このエッチングされた面について測定したサーフコーダの記録が Fig. 8 (b) である。これからエッチング面はかなり平坦であることと、エッチング深さとして 1,300 nm が得られた。これからエッチング速度を求めると、65 nm/min となる。このエッチング速度を単位ワット当たり直すと 11.8 nm/Wmin となり、「外部磁石型装置」における値 6.7 nm/Wmin に比べて約 2 倍と得られた。

(c) Si ウエハーおよび GaAs ウエハー

Si ウエハー (4.5 mm $\times$ 6.0 mm $\times$ 0.4 mm) の (111) 面に、30 秒間のスポット・エッチングを施した場合を Fig. 9 に示す。印加電圧は 2.5 kV、放電電流は 2.1 mA である。サーフコーダで測定されたエッチング深さは 170 nm であり、したがってエッチング速度は、340 nm/min と得られた。また同様な実験にて、GaAs ウエハー (2.6 mm $\times$ 5.4 mm $\times$ 0.4 mm) 表面では 1,000 nm/min という高いエッチング速度が得られた。これらの結果から、ガラス、ダイヤモンドのような絶縁体面に比べて、化合物半導体 GaAs 面のエッチング速度は非常に大きいことがわかった。

4. ま と め

これまでの真空工学、薄膜工学では、薄膜を堆積させたり、エッチングを施したりするための試料基板は、真空装置内に置かれていた。そこで発想を逆転し、真空中すなわち大気中に置かれた基板表面に薄膜堆積したり、エッチングを施すことのできる「磁石内蔵型マイクロ・

スパッタリング装置」を開発した。

本論文では、その第一段階として、この装置のデザインと磁気回路について検討し、試作装置を製作した。そして、薄膜形成とエッチングの特性について実験的に調べた。その結果から、薄膜形成速度は、従来の「外部磁石型装置」の約 1/2 で、エッチング速度は約 2 倍という結論が得られた。これらの値は、今後、デザインを改めたり、電極配置を調整したりすることでさらに改善されるであろう。したがって、本論文で目的とした「磁石内蔵型マイクロ・スパッタリング装置」の設計は成功したと考えられる。引き続いての第二段階は、これらの成果と真空シール材の研究結果を用いて、大気中に置かれている基板の希望する特定部位に、薄膜形成あるいは、エッチングを施すことのできるような実用的装置を製作することである。これについての研究は現在進行中であり、次報にて述べることにする。

謝 辞

筆者らの研究に興味をもたれ、特に磁気回路について親切なご指導をしてくださった、(株)長島ラボ所長、故長島富雄博士に心から御礼を申し上げます。また、マイクロ・スパッタリング装置の試作にご支援いただいた(株)ダン科学、花島重春社長、ならびに、本論文をまとめるにあたり有益なご助言をくださった東京農業大学、客員教授中村幸雄先生と、本学、西川英一博士に厚く御礼を申し上げます。

文 献

- 1) F. M. Penning: Physica 3(9) 873 (1936).
- 2) F. M. Penning: Physica 4(2) 71 (1937).
- 3) Manfred von Ardenne: "Tabellen zur Angewandten Physik", Band II (VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin, 1975) p. 169.
- 4) 杉田利男, 森主宜延, 花島重春, 海老沢重雄: 表面科学 5, 67 (1984).
- 5) T. Sugita, S. Ebisawa, E. Nishikawa, T. Morinushi and S. Hanashima: Jpn. J. Appl. Phys. 26, 174 (1987).
- 6) 杉田利男, 西川英一, 吉田宜史, 海老沢重雄, 森主宜延, 神尾賢: 表面科学 10, 594 (1989).
- 7) E. Nishikawa, T. Sugita, S. Ebisawa, M. Tsujimoto, H. Ohki, Y. Kamimura and S. Hanashima: Appl. Surf. Sci. 33/34, 685 (1988).
- 8) 杉田利男, 西川英一, 吉田宜史, 海老沢重雄: ニューダイヤモンド 5(2), 40 (1989).
- 9) T. Sugita, E. Nishikawa, Y. Yoshida, H. Funamoto and O. Koseki: Vacuum 41, 1371 (1990).
- 10) H. Funamoto, O. Koseki and T. Sugita: Surface and Coatings Technology 47, 474 (1991).
- 11) 長島富雄: 私信.
- 12) 牧野昇編: 「永久磁石〈その設計と応用〉」(アグネ, 1979) p. 73.