

ArF エキシマレーザーアブレーション法による Al_2O_3 超薄膜の形成

北海道大学工学研究科 ○森野貴 柴田隆行 高橋義美 牧野英司 池田正幸

要旨

ArF エキシマレーザーアブレーション法を用いて膜厚数十 nm オーダーの薄く緻密な Al_2O_3 超薄膜の形成の可能性について実験的に検討した。超高真空中で成膜実験を行い、基板温度 $650\sim 800^\circ\text{C}$ において膜厚 18nm の $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 超薄膜を形成、成膜後基板温度を保持することにより緻密な薄膜を得ることができた。

1. はじめに

セラミックス Al_2O_3 は、耐摩耗性、耐熱性、電気絶縁性などに優れた材料である¹⁾。空孔、割れのない緻密な薄膜を形成することにより、耐摩耗性・耐熱性が重要な悪条件下で使用する微小部分の保護膜や、LSI などの非常に薄い絶縁膜、磁性材料のトンネル接合障壁として応用を期待できる。しかし、形成温度や再現性に問題があり、緻密な薄膜を低温で、かつ安定して形成できる技術が必要がある。

そこで、エキシマレーザーアブレーション法を採用した。これはパルスレーザーを固体のターゲットに照射して放出された原子、イオンを対向する基板に堆積させることで成膜する方法である。紫外光であるエキシマレーザーは光子エネルギーが高く、結合を直接切断されるため、飛散粒子は原子またはイオンのレベルにまで分解され、非常にきめの細かい薄膜が形成可能であるといわれている。また、飛散粒子の持つエネルギーが大きいため、そのエネルギーが結晶化に寄与し、比較的低温で結晶化する。さらに超高真空中チャンバを用いることで不純物のない薄膜を形成することができる。よって、レーザーアブレーションで薄く緻密な薄膜を低温で形成することが期待できる。

本研究では、ArF エキシマレーザーを用いた膜厚数十 nm オーダーの緻密な Al_2O_3 超薄膜形成の可能性について、形成薄膜の物性と成膜条件の関係をもとに実験的に検討した。

2. 実験装置および方法

装置の概略図を図 1 に示す。波長 193 nm の ArF エキシマレーザー光は MgF_2 窓を通り超高真空チャンバ (5×10^{-10} Torr)内にある Al_2O_3 セラミックディスクのターゲットに MgF_2 レンズ (焦点距離 500 mm) によって集光・照射する。ビームサイズはターゲット上で $0.29\text{cm}\times 0.06\text{cm}$ 、フルエンスは 0.75 J/cm^2 一定とした。ターゲットと基板間の距離は 40 mm とした。基板は Si (100)を使用した。Si 基板を中性洗剤で洗浄したあとアセトン、エタノールで超音波洗浄を行った。発振周波数 30 Hz、パルス数 45000 と一定として、基板温度を $550\sim 850^\circ\text{C}$ と変えて成膜実験を行った。

薄膜は微分干渉顕微鏡および AFM (原子間力顕微鏡) によって薄膜表面を観察、膜厚を触針式あらさ計によって計測した。また、結晶状態を X線回折法 (光源: Cu) で評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 表面状態

図 2 は薄膜表面の微分干渉顕微鏡写真である。基板温度は(a) 550°C 、(b) 750°C 、(c) 850°C である。(a)(b)は平滑な表面、(c)は結晶化したと思われる微小な析出物が見られる。次に、AFM 像とあらさ曲線を図 3 に示す。(a)は高さ 35nm の比較的大きな粒子が集まっている。(b)は高さ 3~6nm の薄い層が重なり合った外観の表面となっている。表面あらさはそれぞれ 36.9nmRy 、 16.2nmRy である。基板温度が高くなると薄膜が平滑になっている。

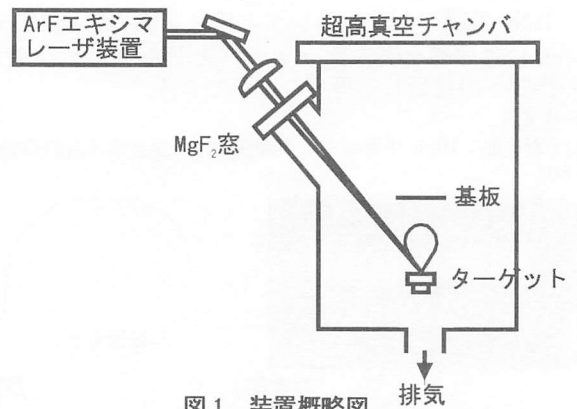


図 1 装置概略図

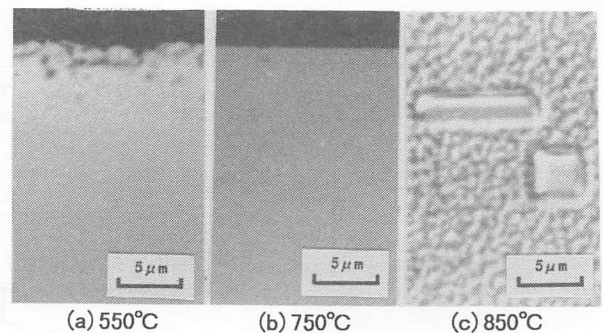


図 2 微分干渉顕微鏡写真

図 4 は基板温度と膜厚の関係である。基板温度 600℃までは膜厚が同じであるが 650℃で急に薄くなり、850℃で再び厚くなっている。これは触針式あらさ計を用いているため、表面あらさの大きさが膜厚の測定に影響していると考えられる。図 3 に示した両試料の Ry の差が図 4 の膜厚の差にほぼ対応していることからこのことが推定される。したがって、650~800℃で膜厚 18nm の比較的平滑な薄膜が得られることがわかった。しかし、表面あらさと膜厚が同程度をなっていることから、あまり緻密な薄膜とは考えにくい。

そこで、成膜終了後、基板温度を 15 分間保持した。750℃で成膜、加熱保持処理した試料の AFM 像とあらさ曲線を図 5 に示す。表面あらさは 2.5nmRy である。熱処理をしない試料と比べて表面あらさが約 1/6 になっており、緻密な超薄膜を得ることができた。

3.2 結晶状態

図 6 は各基板温度において形成した薄膜の X 線回折パターンである。33.0° の回折ピークは Si 基板のものである。基板温度 650~800℃において 39.5° に回折ピークを見ることが出来る。これは γ - Al_2O_3 の (222) によるピークである。このことから基板温度 650~800℃で結晶性のよい γ - Al_2O_3 が形成されていることがわかる。この結果より 650~800℃で表面あらさが小さくなるのは結晶化が原因となっている可能性がある。また、基板温度が低いとき図中に示した小さいピークが認められる。 α - Al_2O_3 によるピークの可能性もあり、今後の詳細な解析が必要である。

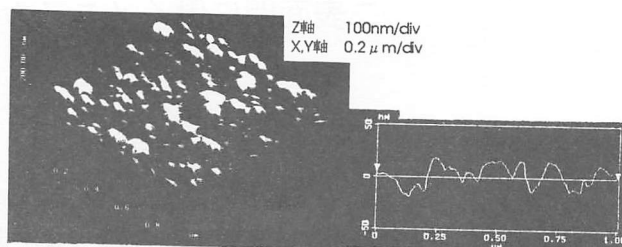
4. まとめ

- ・ ArF エキシマレーザアブレーション法により基板温度 650~800℃で膜厚約 18nm の γ - Al_2O_3 超薄膜が形成できた。
- ・ Al_2O_3 超薄膜に基板温度を 15 分間保持することにより表面あらさ 2.5nmRy に改善でき、緻密な超薄膜を得ることができた。
- ・ 結晶化することによって緻密な薄膜が得られている可能性がある。

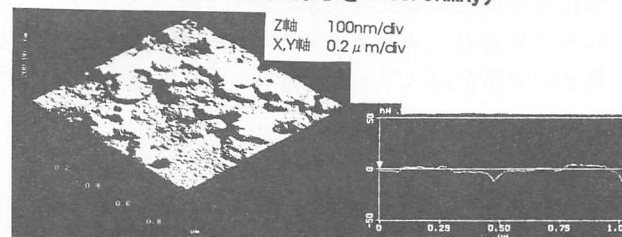
今回の研究で薄く緻密な Al_2O_3 超薄膜が得られる可能性を見いだしたが、デバイスに応用するには基板温度が高い。今後は低い基板温度で緻密な超薄膜を形成することを発振周波数・フルエンス・ターゲット-基板間距離などパラメータを変えて検討する必要がある。

参考文献

- 1)岡崎清:電子セラミックスへの招待、森川出版株式会社、(1986)



(a) 550℃ (表面あらさ : 36.9nmRy)



(b) 750℃ (表面あらさ : 16.2nmRy)

図 3 AFM 像とあらさ曲線

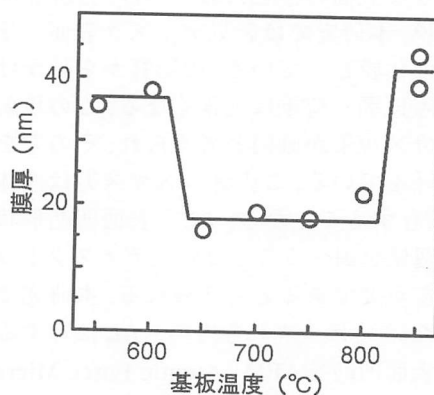


図 4 基板温度と膜厚の関係

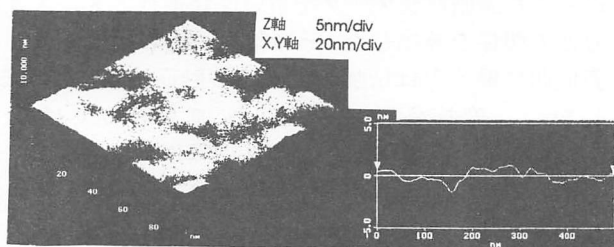


図 5 加熱保持した Al_2O_3 超薄膜の AFM 像とあらさ曲線 (基板温度 : 750℃、表面あらさ : 2.5nmRy)

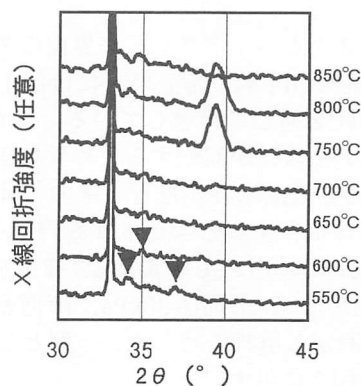


図 6 基板温度による X 線回折パターンの変化