

機関番号：13101

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2008～2010

課題番号：20560006

研究課題名（和文） 対向超伝導マグネトロンスパッタ技術の基礎研究

研究課題名（英文） Fundamental study of face-to-face settled superconducting magnetron sputtering technique

研究代表者

岡 徹雄 (OKA TETSUO)

新潟大学・自然科学系・教授

研究者番号：40432091

研究成果の概要（和文）：対向超伝導マグネトロンスパッタ装置の開発

小型冷凍機によって5 Tの静磁場中で冷却して励磁した高温超伝導バルク磁石を対向配置し、この強磁場空間内にターゲットカソードを配置したことを特徴とする対向型強磁場マグネトロンスパッタ装置を製作した。この装置を用い、磁極表面に発生する3.2 Tの強磁場を使い、通常マグネロン磁極と異なる新たなスパッタ源の性能把握を目指した。実際に真空装置を製作して行なった放電実験の結果、その磁極間に1 T級の強磁場を内包する空間中央に、最高650 Vまでの電圧印加によるDCプラズマ放電を観察した。得られた電流電圧特性によれば、磁場の有無による放電現象の違いから、強磁場中でのマグネロン放電がおこなっていることが確認できた。ICP分析による膜厚の評価結果から、その成膜速度は0.06 nm/min (0.93 Pa、51 W)であり、電力を規格化すると現行の商用スパッタ装置と同程度の実用性があり、実験機での高速スパッタ成膜を確認できた。このように、対向型超伝導マグネトロンスパッタ装置の開発し、磁極間に磁場を封じ込めることにより、従来の数十倍の強磁場空間での持続可能な安定した放電とこれを使った銅薄膜の成膜に成功した。

研究成果の概要（英文）：We constructed a novel type of magnetron sputtering device characterized by its strong magnetic field generation with face-to-face settled target cathodes. By using the device, strong magnetic field of 3.2 T enabled us to obtain a novel sputtering source. As a result of experimental operations, we observed DC plasma discharges under the circumstance of strong field 1 T with the power application up to 650 V. The difference of the property of plasma discharges showed us a plasma magnetron discharge which varied its shapes with changing magnetic field distributions. The deposition rate of 0.06nm/min derived from the results of rate measurement by ICP analysis was estimated as same level of commercially-supplied sputtering devices, which showed possible high rate sputtering machines. We succeeded in obtaining a new sputtering equipment and actual deposition of copper film with several ten times faster than usual magnetic field equipped in ordinary sputtering machines. Sustainable and stable plasma discharge was observed by containing plasma and magnetic field between the poles.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	2,800,000	840,000	3,640,000
2009年度	700,000	210,000	910,000
2010年度	200,000	60,000	260,000
総計	3,700,000	1,110,000	4,810,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎・応用物性・結晶工学

キーワード：超伝導体

## 1. 研究開始当初の背景

半導体 LSI のロードマップによると、2010 年には 45nm のテクノロジーノード（配線幅の指数）をめざす非常に強いニーズがある。この LSI 配線の成膜には、生産性に直接関わる高速成膜はもちろん、不純物が少なくスパッタ粒子の直線性がよい高真空成膜が求められる。本研究者らは、マグネトロンスパッタ源に従来の 20 倍の強磁場を使った成膜技術を、文科省革新プロジェクトにおいて開発し、ビーム性が強く、プラズマダメージの少ない良質な成膜に成功した。強磁場によりターゲット周辺のプラズマが集中し、成膜速度が大幅に向上し、高真空で放電が維持できるからである[1]。さらには次世代半導体のパターンングに使われる極端紫外線露光技術（EUVL）の Mo/Si 多層膜ミラーに関して科学技術振興機構 JST の育成研究を実施し、1 T の強磁場でスパッタしたミラー膜の品質が向上することを示した[2]。

強磁場の発生は高温超伝導バルク磁石による。超伝導バルク磁石[3]を使い、世界初の超伝導モーターカー[4, 5]の走行に成功した本研究者らは、冷凍機との組み合わせによって 5 T 以上を発生するコンパクトな磁場発生機を開発した[6]。これらの研究に対して、国際会議での招待講演 10 件[7]、受賞 4 件、国内外の特許取得 15 件、公的資金獲得 5 件の成果が挙げられている。

## 2. 研究の目的

本研究ではさらに磁場を強化した場合のプラズマ挙動を取り扱う。超伝導バルク磁石が発生する強磁場を使い、ターゲットを対向に配置するいわゆる対向ターゲット型マグネトロンスパッタ装置を構成する。圧倒的な強磁場によって、超高速成膜、超高真空成膜が可能となる新たなスパッタ源の開発を通じ、新しいプラズマプロセスの基礎研究を行うことが目的である。

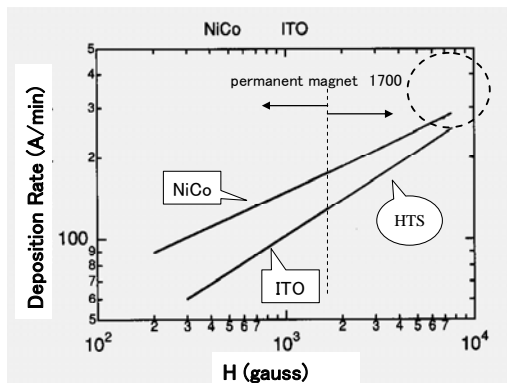


図 1 スパッタ成膜速度の磁場依存性

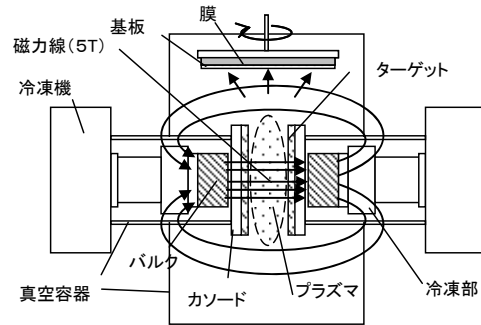


図 2 本提案の対向超伝導マグネトロンスパッタ装置

## 3. 研究の方法

マグネトロンスパッタでは、電子は磁束線にトラップされるが、その運動半径（ラーモア半径）は通常のスパッタで数 10cm である。JST 育成研究[2]で達成した 1 T の磁場ではこれは 1cm 以下となりプラズマの集中は顕著であった。更に磁場を強化すれば運動半径は更に縮小し、成膜速度の飛躍的な向上が期待できる。図 1 に磁場強化による成膜速度向上の予測を示す。

超伝導ソレノイドで静磁場励磁した超伝導バルク磁石を対向配置して強磁場空間を得る。図 2 に「対向超伝導マグネトロンスパッタ装置」の構造を示す。GM 冷凍機で 30K に冷却し、超伝導ソレノイドで励磁された超伝導バルク磁石を対向に配置し、その磁極間に一対のカソード／ターゲットを配置してスパッタ源とする。

図 3 に開発した対向型超伝導マグネトロンスパッタ装置を示す。磁場源には 3.2 T の磁場を発生するバルク超伝導磁極を対向した形で搭載している。スパッタガスは Ar、ターゲットは Cu を用いた。電圧 0-650V、電流 0-0.5A の直流電源を使用し、陰極をターゲット、陽極を真空槽壁面に接続する。左右の磁極とアノードリング間に電圧を印加しプラズマを発生させる。実験条件は下記の 2 つである。それぞれの条件で圧力を変化させ電流電圧特性の変化とプラズマ形状の観察を行

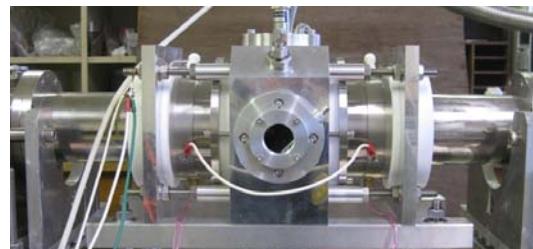


図 3 対向超伝導マグネトロンスパッタ装置

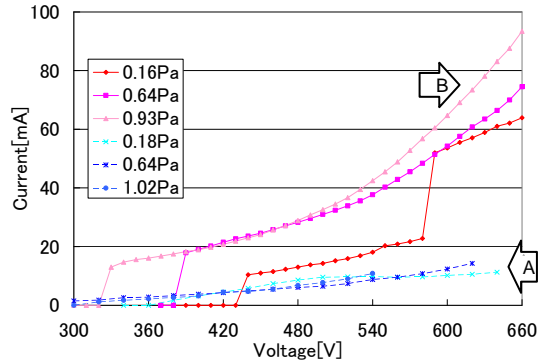


図4 電流電圧特性

い、磁場の放電現象への影響を調査した。

- 条件 A 磁極間距離  $D_m$  : 59 mm  
ターゲット間距離  $D_t$  : 23 mm
- 条件 B 磁極間距離  $D_m$  : 74 mm  
ターゲット間距離  $D_t$  : 38 mm

つぎにスパッタ装置の成膜条件の決定を行った。条件 A の環境下で、0.16~1.02 Pa で放電を行い成膜可能な条件と作成された薄膜を調査した。薄膜を ICP 発光分析装置で分析し、不純物の混入と膜厚、スパッタレートを算出し、ガス圧力の薄膜への影響について分析した。なお分析した薄膜は投入電力 50W で圧力 0.75 Pa、1.00 Pa の条件でガラス基板に 30 分間成膜した試料 A、試料 B である。

#### 4. 研究成果

図 4 に実験結果を示す。それぞれの条件の下、0.16 Pa から 0.93 Pa の圧力下でプラズマ放電を調べたものである。条件 A を実線で、条件 B を破線で表した。すべての圧力で条件 A の場合の電流電圧特性が上回っている。また条件 A の場合はプラズマの安定性が高く、異常放電が生じない安定した状態で測定することができた。これは磁極間距離を短縮したことにより磁場が強化され、マグネトロン

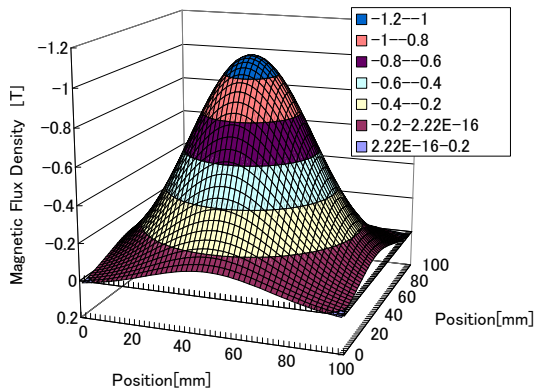


図5 条件 A (磁極間距離 = 59 mm) 磁場分布

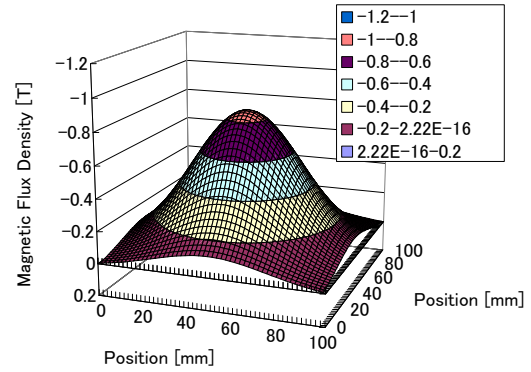


図6 条件 B (磁極間距離 = 74 mm) 磁場分布

放電が活発になり、より高電圧で高い電力を投入できたのだと考えられる。

磁場特性から両者の違いを検証するため条件 A と条件 B のスパッタ装置中央部の磁場分布を測定した。図 5、図 6 にその結果を示す。最大磁場は条件 A : 1.10 T と条件 B : 0.85 T であり条件 A が 30%ほど高い。磁極の Z 軸方向の磁場方向のみを測定している。磁場の増加による電流増加については他の研究グループによっても報告されており [8]、磁極間に磁場を封じ込めによる Z 軸方向の磁場増加は放電特性向上に効果的だといえる。以上の結果から条件 A (磁極間距離 59 mm) が本装置のスパッタリングに適している。

詳細に圧力を変化させて電流電圧特性を測定した結果を図 7 に示す。特徴的な事は圧力 0.16 Pa と 0.26 Pa の放電で、電流の急激な増加が認められることである。実験では電圧制御を行うが、電流制御によって同じ電流値を保ったまま、電圧が減少する負性抵抗と呼ばれる現象が確認されることから、放電がマグネトロンモードへ移行していると考えられる。今後はより低圧で 6 kV 程度までの放電実験を行い、高電圧の電圧電流特性を明確にする必要がある。

成膜実験の結果を図 8 に示す。0.75 Pa の圧力領域で銅薄膜の成膜に成功した。一方で 0.66 Pa 以下では基板中央に薄膜の空白領域

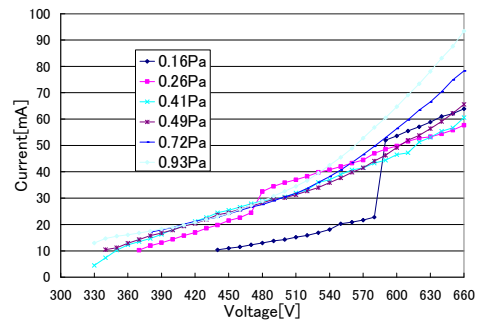


図7 磁極間距離 59 mm の電流電圧特性

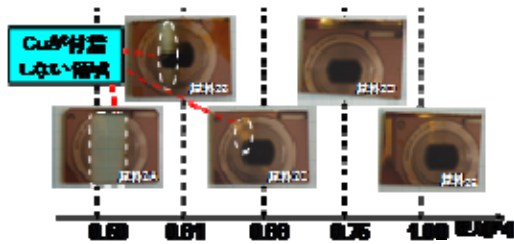


図8 成膜基板

表 ICP 発光分析測定結果

試料	成膜条件		測定結果			スパッタレート	
	圧力 [Pa]	電力 [W]	銅分子数	鉄分子数	混入比 [%]	膜厚 [nm]	レート [nm/min]
A	0.75	54	4.66E+18	1.14E+16	0.24	105.39	3.51
B	1.00	51	8.04E+18	5.64E+16	0.70	181.89	6.06

が生じた。表9に示すように鉄以外のニッケル、クロムは誤差程度の検出、鉄の混入量は分子数比、質量比でも1%以下であったため、銅以外の不純物はほぼ混入されていないことがわかる。スパッタレートは3.51nm/min (0.75Pa)、6.06nm/min (0.93Pa)であり、高圧時の方がスパッタレートは高い。

#### まとめと今後の展望

対向型超伝導マグネトロンスパッタ装置の開発し、銅薄膜の成膜に成功した。磁極間距離を短縮し、磁場封じ込めにより高い放電特性が確認された。成膜速度は6.06nm/min (0.93Pa, 51W)であり電力比を規格化すると商用スパッタ装置と同程度である。今後は超伝導型の利点である低圧状態 (0.1Pa以下)でのプラズマ発生の実現が課題である。

#### 引用文献

- [1] 特許第3695010号「超伝導マグネトロンスパッタ装置」、岡徹雄他
- [2] U. Mizutani, T. Yamaguchi, H. Ikuta, T. Tomofuji, Y. Yanagi, Y. Itoh and T. Oka, “Fabrication of Mo/Si Multilayer Mirrors in Extreme Ultraviolet Lithography by Means of Superconducting Bulk Magnet Magnetron Sputtering”, 20<sup>th</sup> Int. Symp. Superconductivity (ISS2007), BL-6-INV, 招待講演
- [3] 特許第3389094号「超伝導磁場発生素子」岡徹雄他
- [4] 平成10年日本金属学会論文賞、岡徹雄他、「高温超伝導疑似永久磁超伝導モータへの応用」日本金属学会誌、第61巻、第9号、(1997) 931-936
- [5] 特許第3464252号「超伝導モータ」伊藤佳孝、柳陽介、岡徹雄他
- [6] 特許第346426号「超伝導体の着磁方

法及び超伝導磁石装置」伊藤佳孝、岡徹雄他

- [7] T. Oka, “Processing and Applications of Bulk HTSC” 19<sup>th</sup> Int. Symp. On Superconductivity (ISS2006), Oct. 30, Nagoya, Plenary Lectures, PL-6-INV, 招待講演, Physica C 463-465 (2007) 7-13
- [8] H. Ikuta, K. Yokouchi, I. Ohta, Y. Yanagi, Y. Itoh, Vacuum 83 (2009) 475-478

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計2件)

- 1) K. Yokoyama, T. Oka, K. Noto, “Development of a small-size superconducting bulk magnet system using a 13 K refrigerator” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 22, (2010)973-976
- 2) K. Yokoyama, T. Oka, K. Noto “Evaluation of Magnetic Force Distribution On a Pair of Superconducting Bulk Magnet “ Physica C, 470 (2010) 1201-1206

[卒業論文・修士論文等] (計2件)

- 1) 「対向型超伝導スパッタ装置の製作と動作特性の取得」新潟大学大学院自然科学研究科 数理・情報電子工学専攻 平成22年度 修士論文 関崎大輔
- 2) 「対向型バルク磁石を使った超伝導スパッタ装置の開発と放電現象の観測」新潟大学工学部電気電子工学科 平成21年度 卒業論文 村本大輔

[学会発表] (計5件)

- 1) 関崎大輔, 村本大輔, 小川純, 福井聡, 佐藤孝雄, 岡徹雄「対向型超伝導マグネトロンスパッタ装置の開発」電気学会東京支部新潟支所 平成22年11月27日、新潟
- 2) T. Oka, H. Seki, T. Kimura, D. Mimura, S. Fukui, J. Ogawa, T. Sato, M. Ooizumi, H. Fujishiro, H. Hayashi, K. Yokoyama and C. Stiehler, “Magnetic Separation Technique for Ground Water by Five HTS Melt-Processed Bulk Magnets Arranged in a Line” 23rd International Symposium On Superconductivity (ISS2010) Nov. 1-3, 2010
- 3) K. Yokoyama, T. Oka and K. Noto, “Improvement of a Magnetization Method on a Small-Size Superconducting

Bulk Magnet System” 23rd  
International Symposium On  
Superconductivity (ISS2010) Nov. 1-3,  
2010

- 4) K. Yokoyama, T. Oka, K. Noto,  
“Evaluation of pulsed field  
magnetization on a superconducting bulk  
magnet system using a 13 K  
refrigerator” Applied  
Superconductivity Conference (ASC  
2010), Aug. 4, 2010
- 5) T. Oka, H. Seki, J. Ogawa, S. Fukui, T.  
Sato, K. Yokoyama “Performances of  
Trapped Magnetic Field in  
Superconducting Bulk Magnets Activated  
by Pulsed Field Magnetization” Applied  
Superconductivity Conference (ASC  
2010), Aug. 3, 2010

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

岡 徹雄 (OKA TETSUO)

新潟大学・自然科学系・教授

研究者番号：40432091

### (2) 研究分担者

福井 聡 (FUKUI SATOSHI)

新潟大学・自然科学系・准教授

研究者番号：70293199

小川 純 (OGAWA JUN)

新潟大学・自然科学系・准教授

研究者番号：60377182

清水 英彦 (SHIMIZU HIDEHIKO)

新潟大学・自然科学系・准教授

研究者番号：00313502

### (3) 連携研究者

なし

以上