

薄膜形成法を用いたナノ加工技術の研究

勝又 信行・石田 正文・斎藤 修

Study on Nano-Scale Fabrication by Tin Film

NOBUYUKI Katsumata, MASAFUMI Ishida, OSAMU Saito

要 約

- スパッタリング法による成膜条件、薄膜の評価方法、Alスパッタ膜への電解処理について検討し、次の結果を得た。
- 1) スパッタリング法において高周波出力と成膜厚さの間には良好な直線関係が認められ、この関係を適用することで膜厚を高精度に制御することが可能である。
 - 2) 微小領域の膜厚を高精度に測定するための方法として、EPMAを用いる方法を検討した。この結果、測定領域を数 μm 程度まで絞り込むことが可能で、高精度に膜厚を測定できることが明らかになった。
 - 3) スパッタリング法で成膜したAl薄膜上に、フォトリソでパターン形成後、電解処理を行った。その結果、電解条件を調整することで、3次元立体形状を作製することができた。

1. 緒 言

微細加工技術は、LSI製造技術を応用したものが多く、シリコン基板などの半導体材料関係を中心に研究が進められてきた。一方、電機部品や光学機器の小型化、高精度化に伴い、これらの製造においても極微細な加工技術が求められるようになってきており、延性や韌性に優れた金属素材への微細加工の要望が高まっている¹⁾。

しかし、通常の金属素材から微細部品を製造する場合、合金成分の偏析や結晶粒界、非金属間化合物などの存在が部品特性に大きく影響し、安定した部品が得られないなどの課題が挙げられている。

この課題に対し、スパッタ成膜法やめっき法などの手法を用いて、ばらつきが少ない金属薄膜を作製し、その薄膜に対して各種加工を行う試みが行われている。

また微細加工技術は、高精度なNC加工機による切削加工や表面処理（エッチング加工）を中心に研究が進められている。なかでも、表面処理技術を応用した電解エッチング、アノード酸化（陽極酸化）は、いずれも微細加工技術への応用が期待されている興味深い領域である²⁾³⁾。

そこで本研究では、金属素材の中でも電気的特性、熱特性、光学特性に優れたアルミニウム薄膜を被加工物に選定し、表面処理方法として、電解処理を行い、微細加工への応用について検討を行った。

2. 実験方法

薄膜の作製は、基板材料にSi ウェハ、スライドガラスを用い、高周波マグネトロンスパッタリング装置（アネ

ルバ製L-350S-C）で、表1に示す条件でAl膜を所定の膜厚まで成膜した。作製した薄膜に対し、レジストパターンを形成後、電解処理を行った。

また薄膜および電解処理面の評価には、光学顕微鏡ならびにEPMA（日本電子製JXA-8900RL）、赤外分光分析装置（日本分光製）を、表面形状の評価には、非接触表面粗さ測定機（WYKOTOPO3D）を用いた。

表1 スパッタリング条件

基板材料	シリコンウェハ スライドガラス
スパッタガス	99.999%Ar
ガス圧力	2.0Pa
高周波出力	300(W)
ターゲット材質	99.999%Al

3. 結果および考察

3-1 成膜速度の調査

スパッタリング装置の基礎的成膜特性を調査する目的で、高周波出力と成膜速度の関係を調査した。成膜速度は、スライドガラス上に各高周波出力で所定時間成膜し、その成膜厚さを表面粗さ計で測定した。この結果を図1に示す。Alの他にTi、Niの各ターゲットでも同様の測定を行った。

いずれのターゲットを用いた場合でも、高周波出力と成膜速度の間には、良好な直線関係が得られた。このこ

とから、高周波出力と成膜時間を制御することで、成膜厚さを高精度に制御できることがわかる。

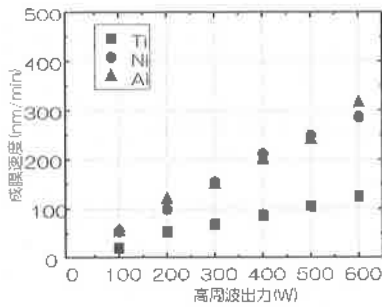


図1 高周波出力と成膜速度の関係

3-2 膜厚の測定方法の検討

一般に薄膜の膜厚測定には、表面粗さ計、蛍光X線膜厚計などが用いられている。これらの方法のうち、表面粗さ計を用いる方法では、素材と薄膜の間に段差が必要なこと、蛍光X線膜厚計では、微小領域での測定が難しいことがあり、また、いずれの方法においても膜厚が薄くなるに従い測定が困難になるなどの課題がある。そこで微小領域の膜厚を簡易的に測定する方法として、EPMAを用いる方法について検討を行った。

薄膜は、Siウェハ上に成膜したAl薄膜(膜厚50~750nm)およびNi薄膜(膜厚100~590nm)を用いた。このときの膜厚は、成膜レートから換算した値である。作製した薄膜に対し、EPMAによりAl, Niそれぞれの特性X線の強度を測定し、各薄膜の膜厚との関係を調べた。この結果を図2に示す。

Al薄膜の場合、膜厚と特性X線の強度の間には、いずれの加速電圧でも膜厚が50~750nmまでの間で良好な直線関係が得られた。一方、Ni薄膜の場合、加速電圧20kVでは膜厚が400nm前後から、加速電圧25kVでは、約500nm前後から直線の傾きは、飽和する傾向を示したが、それ以下の膜厚では、良好な直線関係が得られた。

EPMAでは、電子線を試料表面に照射した際に発生する特性X線を測定することで元素分析を行うが、このときの特性X線は、試料表面から数10nm~数 μ m侵入した位置から発生しているといわれている。この特性X線を発生させるのに必要な電子線の試料表面からの試料内部への拡散深さは、電子線の加速電圧と試料を構成する元素の原子番号に影響され、その傾向は、加速電圧が大きくなるほど拡散しやすく、また原子番号が大きくなるしたがい拡散しにくくなる。このため、原子番号が大きい元素では、加速電圧を大きくすることで電子線の拡散深さを大きくすることができる。

Ni薄膜では、加速電圧20kVの場合、膜厚が400nm以上になると電子線の拡散が緩慢になり、そのために特性X線の強度が飽和する傾向を示し、加速電圧を増加させる

ことで、より深い位置まで電子線が拡散し、より厚い膜の評価が可能になったと考えられる。

このことから、微小領域での薄膜の厚さの測定方法として、薄膜の種類により測定可能膜厚は限定されるが、EPMAを用いる方法が有効な手段であることが確認できた。

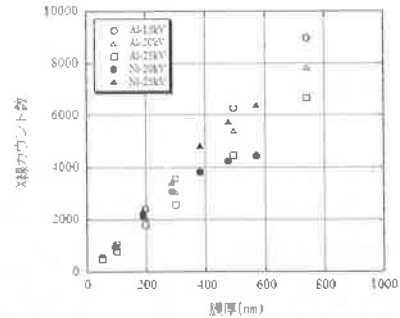


図2 膜厚と特性X線強度の関係

3-3 電解処理の検討

作製した薄膜に対し、電解処理による表面加工方法について検討を行った。被処理物には、150nmのAl薄膜を用い、フォトレジストでパターン形成後、電解処理実験を行った。

アルミニウムの電解処理液には、通常、陽極酸化用には、硫酸系溶液、シュウ酸系溶液やクロム酸系溶液を主成分にしたものが、電解エッチングでは、硫酸系溶液やリン酸系溶液などが用いられている。そこで、電解液には、アルミニウムの表面処理で一般的用いられている、シュウ酸水溶液、硫酸水溶液を用いた。

図3に電解処理実験の模式図を示す。陽極側は、基板(被処理物)であり、陰極側にはアルミ電極を用いた。また処理時間の確認は、スライドガラス上に成膜したAl薄膜を処理した際の処理面が透き通るまでの時間を目視で確認した。

アルミニウムを電解処理した場合、被処理物と電解液が反応し、電解エッチング機構として説明される溶解現象や陽極酸化機構として説明される酸化物の生成がおきる。それぞれの違いは、表面の溶解除去と酸化物の生成であることから、電解処理面の表面分析を行うことで、いずれの反応が起きているかを確認することができる。

そこでシュウ酸水溶液中で電解処理した処理面をEPMAと赤外分光分析装置(FT-IR)を用いて評価した。その結果、EPMAによる分析では、電解処理面からO(酸素)のピークが検出され、酸化物が形成されていることが確認できた。

同様に赤外分光分析装置(FT-IR)で分析した結果を図4に示す。アルミニウムの酸化物は、930~960 cm^{-1} 付近に吸収をもつが、電解処理部分からも同位置に吸収ピークが認められた。一般にシュウ酸で陽極酸化する場合、

30~60Vの電解電圧が必要であるが、今回の実験で処理したAl 薄膜では、それよりも低い電圧で酸化膜を形成することができた。

また硫酸水溶液を用いて、電解処理した薄膜の表面観察結果を図5に示す。観察結果から、表面状態は平面ではなく、陰影のついた状態であり、表面形状は3次元立体形状であることが推測できる。この表面形状を測定した結果を図6に示す。その結果、硫酸水溶液で電解処理した場合、マスクされた部分が微細な凸型形状になっていることが明らかになった。

4. 結 言

スパッタリング法による薄膜作製とAl薄膜への電解処理を行い、以下のような結果が得られた。

- ・スパッタリング法では、高周波出力と成膜速度の間に良好な直線関係が得られた。このことから高周波出力と成膜時間を制御することで、薄膜の厚さを高精度に制御することができる。
- ・微小領域での薄膜の膜厚測定方法として、EPMAによる測定を検討した。その結果、Al薄膜では750nm、Ni 薄膜では400nmまでの測定が可能であることが明らかになった。
- ・Al薄膜への電解処理では、電解液、電解条件を選定することで、微細な凸型形状を加工できる可能性があることが明らかになった。

今後は、電解条件について詳細な検討を行い、得られる形状について調査する予定である。

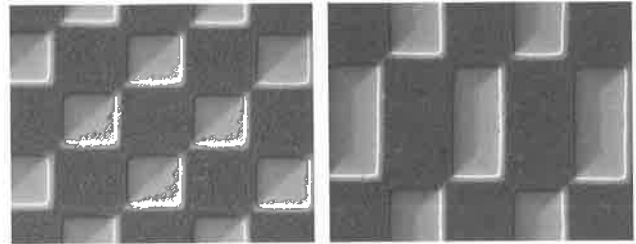


図5 電解処理面の観察結果

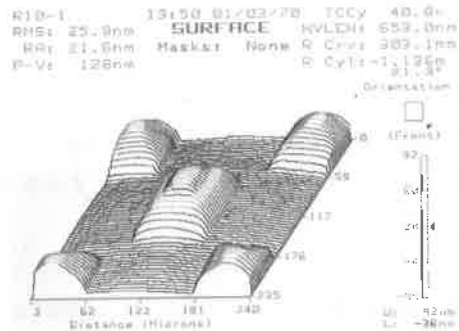


図6 電解処理面の表面形状測定結果

参考文献

- 1) 小林道雄；表面技術，56,769 (2005)
- 2) 高橋英明，坂入正敏，渡辺恵司，菊地達也，山田雅史；表面技術，54,436 (2003)
- 3) 益田秀樹，西尾和之；表面技術，51,442 (2003)
- 4) 大脇武史；神戸製鋼技報，50, 70 (2000)

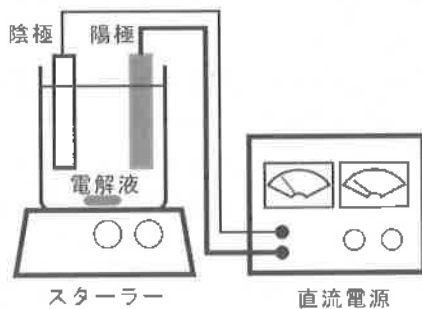


図3 電解実験模式図

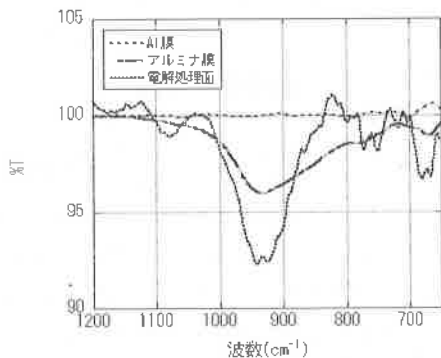


図4 電解処理部分の赤外吸収スペクトル