

課題番号 : F-14-RO-0021  
 利用形態 : 技術代行  
 利用課題名(日本語) : 超臨界蒸着により作製した金属薄膜の表面抵抗の測定  
 Program Title (English) : Measurements of the resistivity of metal thin films formed by the supercritical fluid deposition  
 利用者名(日本語) : 春木将司  
 Username (English) : M. Haruki  
 所属名(日本語) : 広島大学大学院工学研究院  
 Affiliation (English) : Department of Chemical Engineering, Graduate School of Engineering, Hiroshima University

### 1. 概要(Summary)

現在、半導体成膜方法には、スパッタ法やCVD法などが用いられているが、微細化が進むにつれ、段差被覆性などの点において問題が生じると予想される。この問題を解決する成膜法として超臨界流体堆積法(SCFD法)が注目されている。SCFD法とは、超臨界二酸化炭素(scCO<sub>2</sub>)が持つ低粘性、低表面張力及び高拡散性を利用し、scCO<sub>2</sub>中へ成膜材料前駆体である金属錯体を溶解させ高温に加熱した基板表面上の反応により成膜する方法である。本研究では、攪拌静置型超臨界蒸着装置を作製し攪拌の効果をも SEM 像の解析と四端針法による電気抵抗測定により評価した。

### 2. 実験(Experimental)

本研究で作製した攪拌静置型超臨界蒸着装置の概略図を Fig. 1 に示す。実験ではまず試料(bis(2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptanedionato)copper(II), Cu(thd)<sub>2</sub>)と Si 基板を高圧成膜セルに仕込み、大気圧の N<sub>2</sub> ガスによって内部を十分にパージし、成膜セル内部を所定の温度まで昇温した。次に、H<sub>2</sub> を目的圧力まで成膜セルへ導入し、さらに、CO<sub>2</sub> を導入した。成膜セル内を攪拌しながら金属錯体を scCO<sub>2</sub> 中へ溶解させた後、基板をセラミックスヒーターで成膜温度まで急速に昇温し成膜を開始した。所定時間成膜した後、基板温度を下げ反応を停止し、背圧調整弁を用いてゆっくり減圧した。本研究

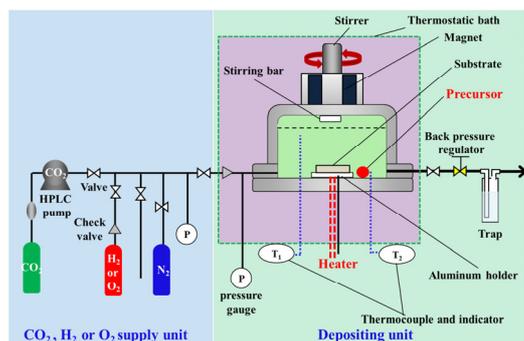


Fig. 1 Experimental apparatus for SCFD

では、成膜前セル内温度ならび圧力を 80°C、13MPa(H<sub>2</sub>分圧:0.8MPa)、成膜時間を 60 分とし、基板温度 300°C において攪拌速度の影響を 0–500rpm の範囲で検討した。Cu(thd)<sub>2</sub> は 80°C、12.2MPa の CO<sub>2</sub> への飽和溶解量の約 2.25 倍の量を仕込んだ。また抵抗率は、スパッタ装置(Cu 用)で作製した約 100、300nm の薄膜と比較した。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

各攪拌速度における蒸着薄膜の表面と断面の SEM 像を Fig. 2 に示す。図より攪拌を行うことによって膜が緻密化され凹凸が減少していることがわかる。さらに、抵抗率と攪拌レイノルズ数の関係を Fig. 3 に示す。攪拌とともに抵抗率は減少し、250 rpm 以上ではバルク銅やスパッタ法により作製された薄膜に近い値となった。

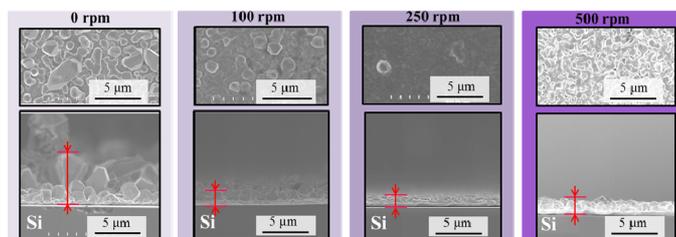


Fig. 2 SEM images of Cu thin films (Influence of agitation)

### 4. その他・特記事項(Others)

なし。

### 5. 論文・学会発表(Publication/Pre-sentation)

なし。

### 6. 関連特許(Patent)

なし。

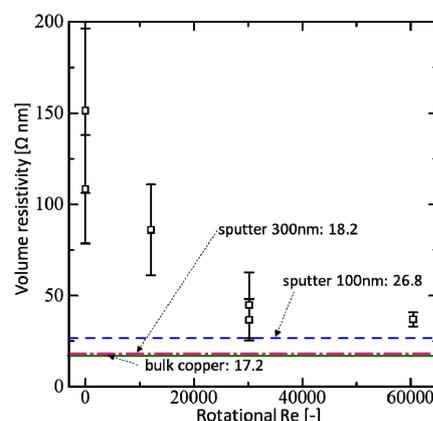


Fig. 3 Volume resistivities of Cu thin films