

課題番号 : F-16-AT-0103
利用形態 : 技術代行
利用課題名(日本語) : 絶縁体上金属膜の熱処理挙動の研究
Program Title (English) : Thermal-annealing effect on metallic layers on insulators
利用者名(日本語) : 村上 俊也
Username (English) : T. Murakami
所属名(日本語) : 株式会社東芝
Affiliation (English) : Toshiba Corp.

1. 概要(Summary)

Ni 触媒を用いたグラフェン成長を検討している。本研究ではグラフェン成長に用いる金属触媒に対する理解を深めるために、複数の金属を積層した膜の熱処理挙動を観察した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

- ・RF・DC スパッタ装置
- ・原子層堆積装置
- ・高速昇降温炉(RTA)

【実験方法】

酸化膜付きシリコン基板、石英ガラス基板(非晶質 SiO₂ 基板)、水晶基板(結晶質 SiO₂)を用意し、スパッタ Ni 膜、ALD-Al₂O₃ 膜、スパッタ W 膜を成膜し、成膜後に RTA 装置にて熱処理を実施した。Ni 膜はスパッタにより、25, 50, 100, 150 nm を成膜し、成膜中の基板温度は室温と 300°C を比較した。Al₂O₃ は原子層堆積装置にて、1, 2, 3, 5 nm を成膜し、成膜条件はプラズマアシスト下で 200°C にて実施した。W は膜厚 25 nm に固定し、成膜中の基板温度を室温と 250°C とを比較した。薄膜成膜の処理条件概要は Table 1 にまとめた。成膜の順番は Ni、Al₂O₃、W の順で、W 成膜前に別途炭素膜を成膜した。積層膜形成後の熱処理は、RTA にて実施した。処理条件を、真空中で 650°C および 900°C とし、昇温レートを 10°C/sec と 1°C/sec、降温レートを自然冷却と 5°C/min を比較した。到達温度での保持時間を 30 分と 60 分の二通りを実施した。

Table 1 Process conditions of thin layers.

膜種	Ni	Al ₂ O ₃	W
膜厚	25-150 nm	1-5 nm	25 nm
成膜条件	室温と 300°C	250°C、プラズマ有	室温と 250°C

3. 結果と考察(Results and Discussion)

基板に複数種類の膜を積層する場合、膜中の歪や密着性の観点から、膜剥がれや基板の反りを発生させる場合がある。このような現象の発生頻度は、各層の膜厚や、成膜中の基板温度、成膜後の熱処理条件に依存する。本実験において実施した Table 1 に記載の膜厚範囲においては、各層の成膜直後の目視検査で膜剥がれや基板の反りは発生しておらず、目的の積層構造を形成することができた。しかしながら、熱処理後には多くの基板で膜剥がれが発生した。膜剥がれに関しては、各層の膜厚や熱処理条件に対する依存性が見られなかった。各層の成膜後は、装置の外に取り出すため大気に触れることから、吸湿や有機汚染等が熱処理によりガス化して体積膨張することで膜が破れるモデルを考えた。

さらに、基板依存性についても調べた。基板に水晶基板を用いた場合に、熱処理後に基板割れが発生した。一方石英基板を用いた場合には基板の割れは発生しなかった。水晶と石英ガラスの線熱膨張係数は、それぞれ $1.3 \times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$ および $1.3 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ と 2 ケタ程度異なることが要因と予想される。そのため Ni の熱処理による膜収縮における歪印加の度合いが小さい石英基板やシリコン基板が、積層膜を成膜する基板として適当であることが分かった。

4. その他・特記事項(Others)

謝辞: この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務の結果得られたものである。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

村上俊也, 磯林厚伸, 井福亮太, 松本貴士, 梶田明広, 第 64 回応用物理学会春期学術講演会, 平成 29 年 3 月 16 日.

6. 関連特許(Patent)

なし。