

課題番号 : F-18-AT-0130
利用形態 : 技術代行
利用課題名(日本語) : 原子層堆積装置を用いたメタル薄膜および膜中の微量不純物の解析
Program Title (English) : Atomic layer deposition of metal thin films and analysis of trace amounts of impurities in the films
利用者名(日本語) : 水谷文一, 東慎太郎
Username (English) : F. Mizutani, S. Higashi
所属名(日本語) : 株式会社高純度化学研究所
Affiliation (English) : Kojundo Chemical Laboratory Co., Ltd.
キーワード/Keyword : 成膜・膜堆積、原子層堆積、メタル成膜、極微量不純物、D-SIMS

1. 概要(Summary)

ビスエチルシクロペンタジエニルルテニウム ($\text{Ru}(\text{EtCp})_2$) と NH_3 と H_2 との混合ガスを用いた原子層堆積(ALD)による、金属ルテニウムの成膜を検討した。得られた薄膜については、二次イオン質量分析装置(D-SIMS)を用いて深さ方向組成分析を行った。

また、ALDによる薄膜については、従来は、エックス線光電子分光分析装置(XPS)が用いられることが多かったが、今回の方法では、非常に高純度の薄膜が得られることが期待できるため、XPSと比較して、大幅に感度の高いD-SIMSによって膜中の微量不純物を分析した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

原子層堆積装置[FlexAL]

二次イオン質量分析装置(D-SIMS)

【実験方法】

FlexALを用いて、 $\text{Ru}(\text{EtCp})_2$ を原料とし、 NH_3 と H_2 との混合ガスを還元ガスとしたALD成膜を行った。比較のため、実績のある $\text{Ru}(\text{EtCp})_2$ を原料とし、 NH_3 プラズマによるALD成膜についても検討した。

別途作製した、ALDによる Ga_2O_3 膜について微量不純物の分析を行った。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

まず、実績のある $\text{Ru}(\text{EtCp})_2$ を原料とし、 NH_3 プラズマによるALD成膜^{1), 2)}の追試を行った。設置されている装置のプラズマパワーを最大の600 Wまで上げて成膜したが、装置付属のエリプソで測定できるほどの膜は形成できなかった。次に、 NH_3 、 H_2 それぞれ30 sccmの混合ガスでのALD成膜を試みたが、同じく成膜できていないようであった。そこで、基板の表面を O_2 プラズマによって洗浄した後に成膜を試みたが、混合ガスも NH_3 プラズマもほと

んど成膜できていなかった。

原料切れが疑われたので、標準の O_2 プラズマによる成膜を行った結果、きちんと成膜できていたので、原料切れではないことが確認された。うまく成膜できない原因として、 NH_3 または H_2 の濃度が足りないことが考えられたため、流量を最大の100 sccm および50 sccmまで上げて成膜したが、目視および装置付属のエリプソでは確認できなかった。この膜をD-SIMSで分析したところ、表面に、非常に薄いRuの層が検出されたが、ガス濃度が薄くて反応が遅くなり、薄い膜になったのか、1層だけ吸着して、その後反応していないのかの切り分けはできなかった。ガス濃度を上げれば成膜できる可能性はあるが、現在の装置では困難であることが分かった。

Ga_2O_3 膜について微量不純物の分析については、予想通り、極微量の炭素の検出ができた。

4. その他・特記事項(Others)

・参考文献

1) Oh-Kyum Kwon et al., J. Electrochem. Soc. 151 (12), C753-C756 (2004).

2) S.-J. Park et al., Microelectronic Engineering, 85, 39-44 (2008)

・謝辞

これまでの経験を加味してFlexALで成膜を実施していただいた、ナノプロセスエンジニアの山崎将嗣氏に感謝する。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許(Patent)

特許出願済み