

スパッタリング法によるアルミニウム薄膜の制御技術

吉村幸雄*, 中村俊一*, 松田豪彦**

Study on Control Technology of the Aluminum Thin Film by Sputtering Method

Yukio YOSHIMURA, Shun'ichi NAKAMURA and Takehiko MATSUDA

照明器具や自動車用ライトなどの反射材には、金属薄膜がコーティングされており、これらの薄膜作製法として、特に照明器具関連では、真空蒸着法が採用されている。ところが近年、製造ラインの自動化や安定供給の要望から、スパッタリング法が期待されている。しかし、下地基板の材質によっては、薄膜に変質や剥離等が発生している。そこで、本研究では、反射材としてアルミニウムを取り上げ、剥離や変質を抑制するための制御技術を検討した。

その結果、作製条件を最適化することで、滑らかな表面を持つアルミニウム薄膜が作製でき、反射率も高い値を示した。このことから、スパッタリング法による薄膜作製の可能性を見出すことができた。

Keyword : スパッタリング法, アルミニウム薄膜, 薄膜制御, 反射材, 有機物基板

1. 緒 言

照明器具や自動車用ライト、家電製品、記憶媒体 (CD, DVD) には、金属薄膜をコーティングした反射材が用いられている。この薄膜の作製法には、物理的蒸着法や化学的蒸着法およびメッキなど各種の作製法が用いられており、特に照明器具関連では、真空蒸着法が採用されている¹⁾。近年、製造ラインの自動化や高速化、薄膜の安定供給の要望から、スパッタリング法による作製法が期待されてきている²⁾³⁾。スパッタリング法の特長は、操作性や制御性に優れ、安定した薄膜作製が可能である。しかしながら、下地基板の材質によっては安定した薄膜作製ができず、特に有機物を下地基板とした場合では剥離や変質等が発生し、課題となっている。

そこで、本研究ではスパッタリング法により、剥離や変質を抑制するための制御技術を検討し、薄膜作製法としての可能性を探った。薄膜材料としては、反射材として広く用いられているアルミニウム (Al) を取り上げた。

2. 実験方法

2. 1 アルミニウム薄膜の作製

薄膜の作製装置には、図1に示すRFマグネトロンスパッタリング装置 (アルバック九州(株)製, SBH-3000) を用いた。薄膜作製の下地基板には、①スパッタリング法で一般的に用いられるシリコン (Si) 基板と、②有機物基板 (アンダーコート塗料を施したもの) の2種類とし、サイズは20mm×20mmを用いた。



図1 スパッタリング装置本体

薄膜原料となるアルミニウムには、純度5N (99.999%) の3インチ (φ75mm×t3mm) ターゲットを用いた。また、スパッタガスはアルゴン (Ar:純度99.999%) とし、基板-ターゲット間距離 (t/S=65mm) は一定とした。

薄膜の作製方法は、基板を装置 (チャンバー) にセットした後、初期真空度が 3×10^{-3} Paになるまで真空引きを行った。その後、アルゴンガスを導入し、任意のガス圧力に設定し、基板加熱及び基板回転をせずに薄膜の作製を行った。薄膜の作製条件を表1に示す。アルゴンガス圧力、作製出力 (直流:DC) と作製時間をそれぞれ調整することでアルミニウム薄膜を作製した。

* 素材開発部 (現 企画情報部)

** 素材開発部

表1 薄膜の作製条件

初期真空度	3×10^{-3} Pa
アルゴンガス圧力	0.1~0.5 Pa
作製出力 (DC)	直流=4.0~8.0 W/cm ²
作製時間	20 sec~60 min
T/S間距離	65 mm (一定)
基板加熱	なし
基板回転	なし (基板固定法)

2. 2 薄膜の評価方法

スパッタリング法により作製されたアルミニウム薄膜については、以下に示す観察と測定により評価を行った。薄膜の表面観察および断面観察による膜厚測定には、電子顕微鏡 (FE-SEM: 日本電子(株)製, JSM-6330F) を用い、加速電圧=15.0kVで行った。薄膜中の成分分析は電子線プローブマイクロアナライザ (EPMA: 日本電子(株)製, JXA-8621MX) で、波長分散型検出器を用いて成分の検出を行った。また、アルミニウム薄膜の反射率測定は、分光光度計 ((株)島津製作所製, UV-3150) を用い、380~770nmの波長域で行った。

3. 結果及び考察

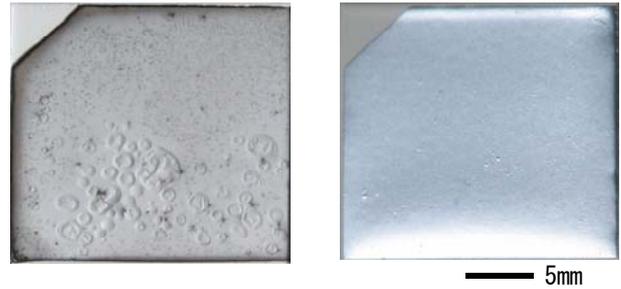
3. 1 アルミニウム薄膜の表面分析

今回のスパッタリング法により作製したアルミニウム薄膜は、シリコン基板、有機物基板上とも、いずれも捲れや剥離は見られず、粘着テープを使った引き剥がし実験でもアルミニウム薄膜の剥がれは認められなかった。

ただ作製条件によっては、作製出力が大きく、またアルゴンガス圧力が高いほど、若干であるが淡黄色への変色と失透 (鏡面がぼけた状態) が見られた。特に、作製時間が30min以上の薄膜では、基板の種類によらず灰白色に失透した。また有機物基板上において、作製時間が60minでは薄膜に浮きと変質が発生した。このように、アルミニウム薄膜の膜質には、作製出力やアルゴンガス圧力よりも作製時間の影響が大きいと推測された。

そこで、作製出力とアルゴンガス圧力を固定し、作製時間を徐々に短くして薄膜の作製を行った。その結果、目視観察でも確認できるように、作製時間の短縮とともにアルミニウム薄膜が徐々に光沢を持ち、作製時間が20secでは、ほとんど失透がなく、表面が滑らかで良好な薄膜を作製することができた (図2)。

さらに確認のために、作製時間を固定し、作製出力とアルゴンガス圧力を調整して薄膜作製を行ったが、薄膜に大きな変化は見られなかった。このことより、作製出力とアルゴンガス圧力に比較して作製時間の効果が大きいことが明らかとなった。

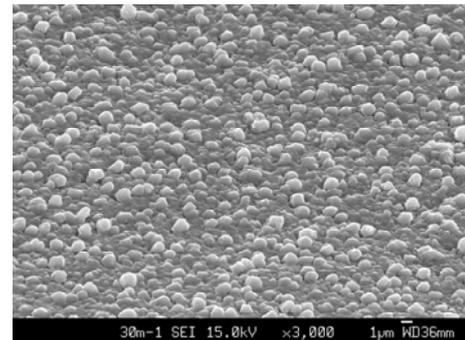


(作製時間=30min)

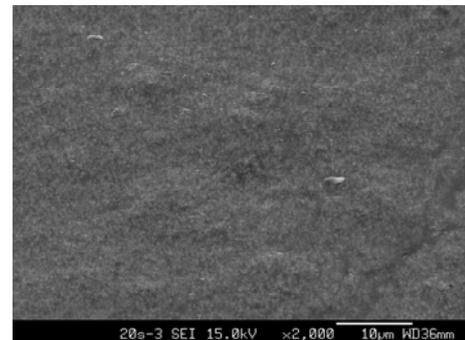
(作製時間=20sec)

図2 膜質に及ぼす成膜時間の影響

これらの失透した薄膜の要因を探るために、FE-SEMによる表面の違いを観察した。図3に有機物基板上におけるアルミニウム薄膜の観察写真を示す。作製時間30minでは、薄膜の表面に1μm程度の粒状の凹凸が見られ、作製時間が長いほどこの凹凸が大きいことが分かった。一方、作製時間を20secで調整した薄膜では粒状の固まりが見られず、滑らかな表面となっていた。この表面は、アルミニウム薄膜を作製する前の有機物基板のみの場合と比較しても、相違ない表面状態であった。



(作製時間 30min)



(作製時間 20sec)

図3 有機物基板上におけるアルミ薄膜の観察写真

次に、この粒状の固まりをEPMAにより成分分析を行った。分析条件としては、加速電圧15.0kV、電流値 1×10^{-8} Aに設定し、検出器を5ch使用することで行った。その分析結果を図4に示す。図からも示されるように、アルミニウムのみのピークが検出され、他成分が混入していないことが分

かった。また、粒子以外の下地部分についても、同様の分析を行ったが、前述と同じように他成分の検出は認められなかった。このことから、失透の要因は、薄膜の作製過程において、アルミニウムが作製時間の経過とともに結晶粒へと成長し、薄膜表面に凹凸が形成されたため発生したと考えられる。

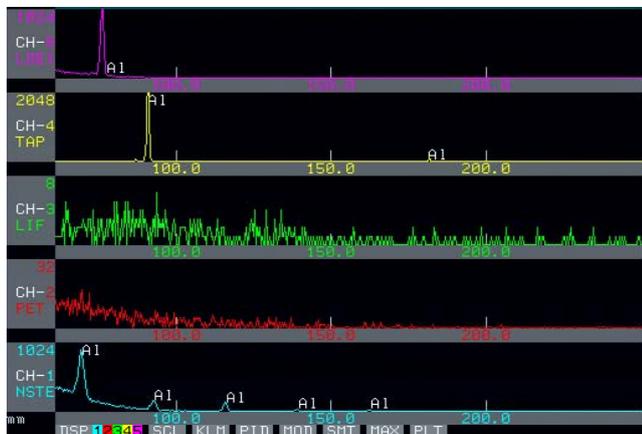


図4 EPMAによるアルミ薄膜の分析結果

次に、シリコン基板上におけるFE-SEMの断面観察から求めた薄膜の膜厚と作製条件の関係(図5)を示す。アルゴンガス圧力が同じ場合、膜厚は作製時間が長くなるにつれ単調に増加し、作製出力が大きいほど膜厚が増えることが分かった。一方、作製出力、作製時間が同じ場合、アルゴンガス圧力が低い方で膜厚が大きくなることが分かった。これにより、アルミニウム薄膜の膜厚は、作製出力と作製時間およびアルゴンガス圧力で任意に調整できることが示された。

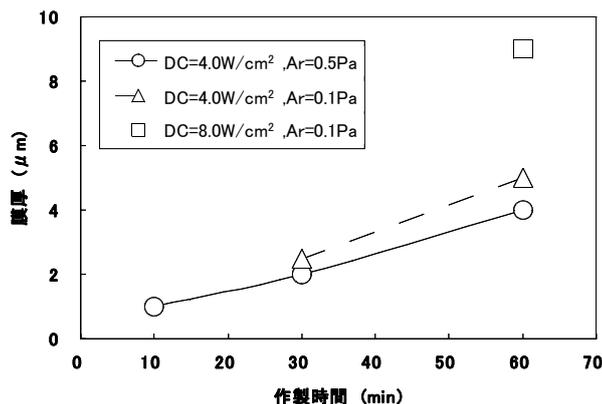


図5 膜厚に及ぼす成膜条件の影響

3. 2 反射率に及ぼす基板の影響

スパッタリング法で作製したアルミニウム薄膜の反射率測定では、測定試料として、10minと20secで作製した2種類の薄膜を用いた。測定条件は、380~770nmの波長域で、測定試料に垂直に対する光源の入射角度(θ)を2タイプ(θ=0°, 9°)で行った。この入射角度による反射率測定では、θが0°では拡散反射を、θが9°では正反射

と拡散反射の合計を測定することになる。そのため、薄膜の鏡面度の評価は、入射角度を変えて測定した時の反射率の差から求めた。

その結果を表2に示す。2種類の薄膜(10min, 20sec)とも反射率は、測定波長域で安定した値を示したが、入射角度による反射率では、入射角度0°の方が小さい値を示した。また、反射率の差については、作製時間による薄膜で違いが見られ、10min作製より20sec作製の方が大きな値となった。このことより、作製時間が短い薄膜ほど、鏡面の表面になっていることが示された。

表2 反射率の測定結果 (%)

	10min作製	20sec作製
入射角度0°	64.3	50.4
入射角度9°	73.2	76.2
反射率の差	8.9	25.8

4. 結 言

本研究では、反射材として広く用いられているアルミニウムを薄膜原料として取り上げ、スパッタリング法により有機物基板上で剥離や変質を抑制するための制御技術を検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) シリコン基板、有機物基板とも剥離は生じなかったが、作製時間が長くなるにつれ薄膜が失透し、特に有機物基板では浮きと変質が発生した。
- (2) 薄膜の失透は、作製時間とともにアルミニウムの結晶が成長し、表面に粒状の凹凸を形成したためと分かった。そこで、作製時間を短く制御し、最適化することで、光沢を持つ良好なアルミニウム薄膜の作製が可能となった。
- (3) アルミニウム薄膜の膜厚は、作製出力と作製時間およびアルゴンガス圧力で任意に調整できることが示された。
- (4) スパッタリング法により最適化した条件で作製したアルミニウム薄膜は、作製時間が短いほど(20sec)、反射率の差が大きくなり、鏡面を得ることができた。
- (5) 今回、スパッタリング法により滑らかな表面を持つアルミニウム薄膜を作製でき、反射率も高い値を示し、スパッタリング法による可能性を見出すことができた。

参 考 文 献

- 1) 倉内利春, 箱守宗人, 森田正, 稲川幸之助: 真空, Vol. 36, No. 3 (1993)
- 2) 丹羽秀夫, 山口一郎, 八木春良: 月刊 Semiconductor World, Vol. 11, No. 15 (1992)
- 3) 秋本恭喜, 園田正樹: 大分県産業技術センター研究報告, p. 48-51 (2003)

