



目 次

分析機器解説シリーズ(10).....	2
高周波スパッタ装置	
集中法粉末X線回折計講習会.....	7
お知らせ.....	10
あとがき.....	10

## 分析機器解説シリーズ(10)

### 高周波スパッタ装置

理学部 青峰 隆文

高周波スパッタ装置はいわゆる分析機器でなく、薄膜を作成する装置であるが、このたび、中央分析センターに高周波スパッタ装置が入ったのを機会にこの装置を紹介する。

図1はその装置の外観である。

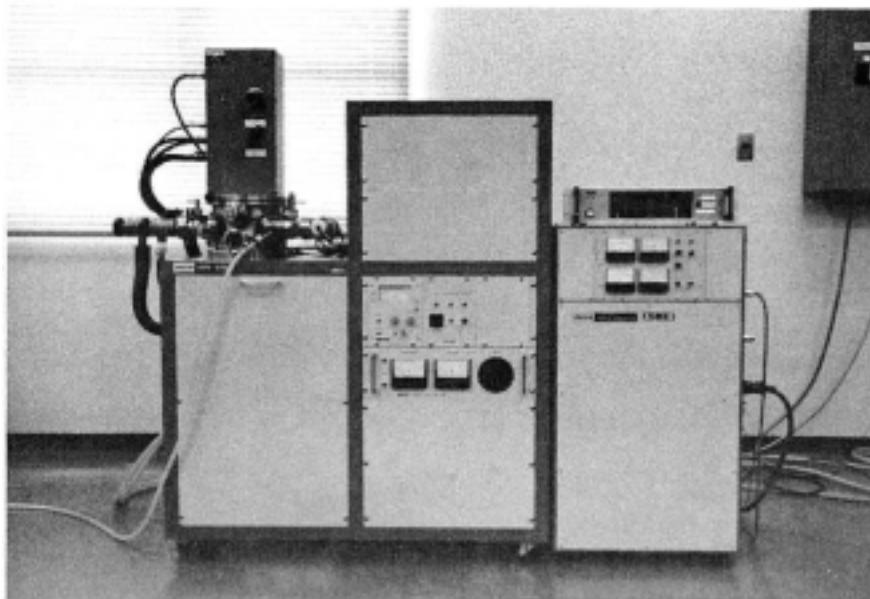


図1. 高周波スパッタ装置の外観

私達の研究室ではここ数年来、高周波スパッタ装置を使用して導体および絶縁体の薄膜の作成を行なっている。スパッタ装置を使えば、下地基板との密着性の良い薄膜や、高融点物質の薄膜ができるため、私達は大いにスパッタ装置を利用している。

#### 1. スパッタによる薄膜生成機構

スパッタとは高速の粒子(多くは正イオン)が固体表面に衝突し、固体表面から、固体表面を形成する原子や分子をたたき出すことを言う。私達の身近なスパッタの例とし

て、よく見かけることができるものに、ソケット附近が黒っぽくなった蛍光灯がある。これは蛍光灯の電極がスパッタされ、そのまわりに付着したために起こる現象である。この蛍光灯におけるスパッタは防がねばならぬが、スパッタを積極的に利用するのが薄膜作成である。近年、集積回路の電極作成にも盛んにスパッタが使われている。

では、いかに高速の粒子を作り、団体に衝突させるかについて以下述べる。いま、低圧の気体中にある二つの電極の間に高電圧を加える。考え方を簡単にするため、ここでは直流の高電圧とする。気体中になんらかの原因で存在する少数の電子は気体分子と衝突しながら、電場のエネルギーを吸収して、次第次第に加速され、ついには、気体分子を電離して、電子を放出させるようになる。放出された電子は他の気体分子を電離してイオンを作る。このように放電によって多数のイオンと電子が作られる。作られたイオンは電場によって加速され、陰極に向い、陰極附近で電界放射された電子によって中和されるが、エネルギーはそのまま保たれ、陰極に置いてある固体（ターゲットと言う）に衝突する。固体内部に侵入した気体分子は構成する原子や分子と衝突しながら、そのエネルギーを失うが、原子が相互に衝突を繰り返し、ついには固体の表面の原子や分子が外部にたたき出される。たたき出された原子や分子が陽極に置いてある基板に積み重ねられ、このようにして薄膜が形成されるわけである。

薄膜が形成される場合、形成される速度（付着速度）が大きい方が、一般には良いわけであるが、その速度はスパッタ率に依存する。スパッタ率とは1個のイオンより放出される原子の数を指すが、イオンの種類、イオンのエネルギー、また、ターゲットの物質の種類によっても大きく異なる。イオンの種類としては不活性ガスが大きなスパッタ率をもっている。通常、経済性の理由からアルゴンガスを使用する。また、不活性ガスは他の物質と反応しないことから望ましいガスである。イオンのエネルギーに対しては、数10V以下のエネルギーではスパッタは起こらない。エネルギーを数10V以上増大させると、エネルギーの2乗でスパッタ率は大きくなる。さらにエネルギーが大きくなると、スパッタ率はエネルギーの平方根に比例して大きくなるが、もっとエネルギーが大きくなると、スパッタ率の増加は飽和する。スパッタ率が飽和するよりさらにエネルギーを大きくすると、スパッタ率は低下する。低下するのは気体のイオンが固体中に侵入し、イオンのエネルギーが広範囲の原子に与えられるからだと言われている。スパッタを行う時のイオンのエネルギーの上限は10kV程度である。スパッタ率の大きい

物質は貴金属であり、小さいものはC、Si、Ti、V、Zr、Nb、Ta、Wである。

## 2. スパッタ装置

中央分析センターに入ったスパッタ装置の構成図を図2に示す。

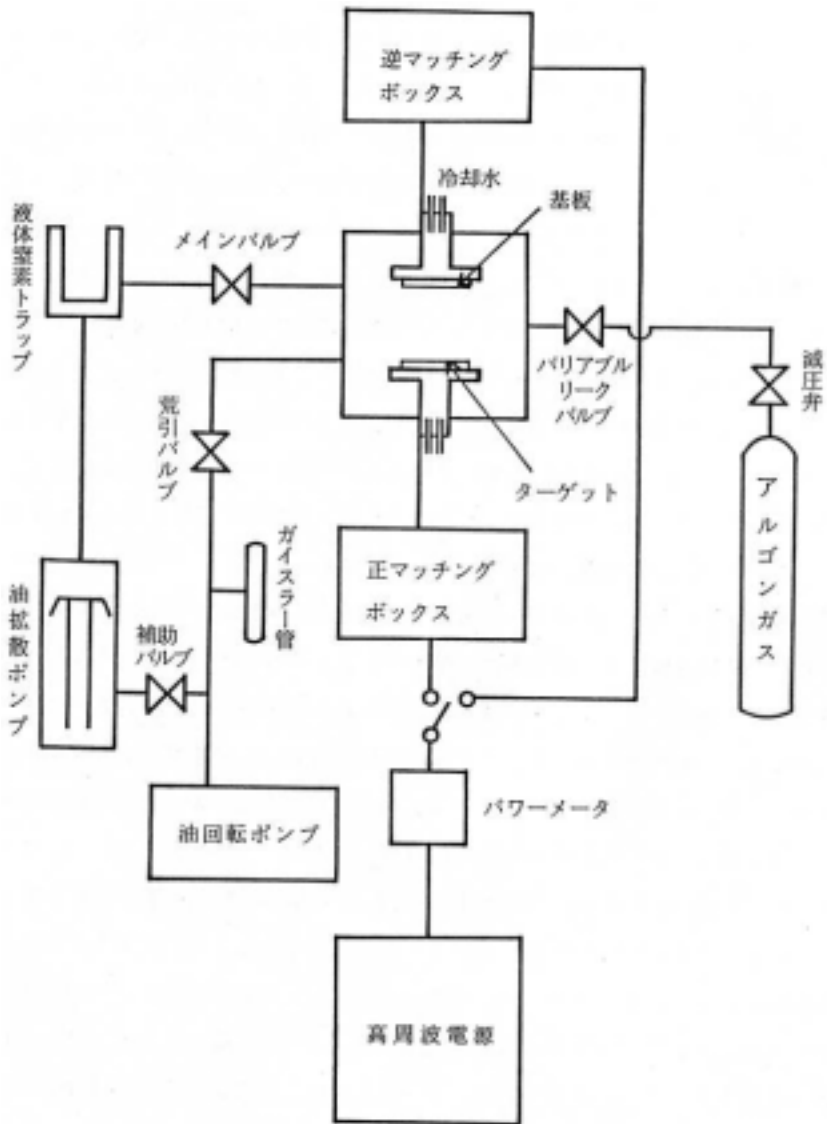


図2. 高周波スパッタ装置の構成図

スパッタ装置には電極が二つ、三つ、四つのものがあり、それぞれ二極、三極、四極と呼んでいる。スパッタ現象は二極であれば原理的に起こるが、スパッタ時の気体の圧力を低下させたいとか、ターゲットの電圧と電流を独立に制御したいという要求に答えるものが、三極、四極である。放電を安定にする電源があるものが四極、ないものが三極である。

電圧を直流か、交流のどちらで与えるかで、また分類される。電圧、電流および静電容量の値を考えると、交流は100kHz～100MHzの高周波になっていけば、正イオンをターゲットに衝突させることができる。通常の市販品の周波数は13.56MHzである。絶縁体をスパッタするには交流が必要である。高周波で、つまり交流でなぜ、片方の電極に置いたターゲットの物質が他方の電極に置いた基板に飛んで行くかであるが、ターゲットが絶縁体の場合を考えてみる。正イオンは電子に比べ質量が大きく、動きにくい。電子は正イオンに比べ動きやすい。したがって、絶縁体であるターゲット表面には電子がたまりやすく、自動的に負の電圧がかかることになる。それに反して基板側は通常アースされ、導電性の部分を通して、電子は逃げやすくしている。このため、正イオンは基板側には動けないが、ターゲット側には電子による負電荷によって引き寄せられ、ターゲットに到達してスパッタを起こす。以上の理由のため、交流においてもスパッタは一方向のみ行われるのである。高周波のスパッタ装置では、導体をスパッタできるよう、電子がターゲットにたまりやすくするよう、ターゲットと直列にコンデンサーを入れている。

薄膜の付着速度を大きくするためには、スパッタ率を大きく選ばねばならぬことは前述したが、その他ターゲット附近に正イオンと電子が集中するように工夫する。また、スパッタされた原子や分子がターゲットへ逆戻りすることを防ぐようにする必要がある。ターゲット附近に高密度の正イオンと電子が集中するようにするためには、電界と磁界が直交するマグネトロン放電を利用し、電子がターゲット近くを連続した軌道に沿って運動できるようにする。このような電子の連続軌道は、平板型電極、同軸型電極にて可能である。

中央分析センターの装置は以上の分類で言うと、平板型マグネトロン電極を用いた、二極高周波スパッタ装置ということになる。磁界を採用しているため、磁性体のスパッタは行えない。また、中央分析センターの装置では、正イオンが基板に飛んで来て、基

板表面をスパッタし、清浄な表面を出した後、通常のスパッタを行なって薄膜をつくる  
ことができる、いわゆるスパッタエッチができるようになっている。そのため、構成図  
(図2)においてわかるように逆マッチングボックスが付いている。

図3はスパッタ装置のベルジア内部を示す。中央にターゲットを置く電極板、また、  
端に膜厚モニタのヘッドやシャッターが見える。

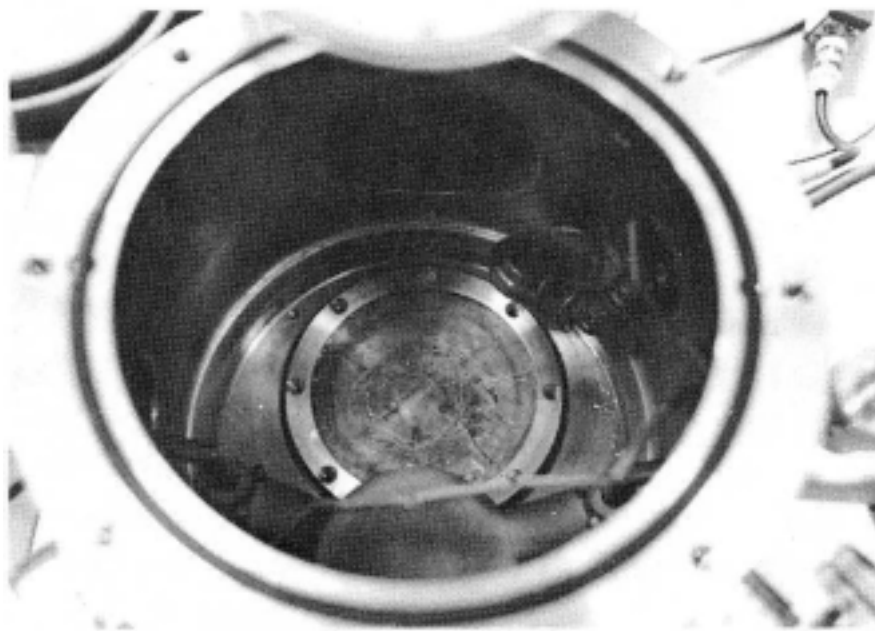


図3. スパッタ装置のベルジア内部

最後に中央分析センターの高周波スパッタ装置の性能をまとめて示す。

到達真空度	$7 \times 10^{-5}$ Pa 以下
ターゲットの大きさ	直径4インチ
付着速度	SiO <sub>2</sub> の場合 0.1 $\mu$ m/min 以上 (直径50mm内の平均)
膜厚分布	直径50mm以内で $\pm 15\%$ 以下
基板加熱温度	最高300 (ただし、スパッタエッチの時には基板加熱できない)
高周波電源の電力	最大1kW

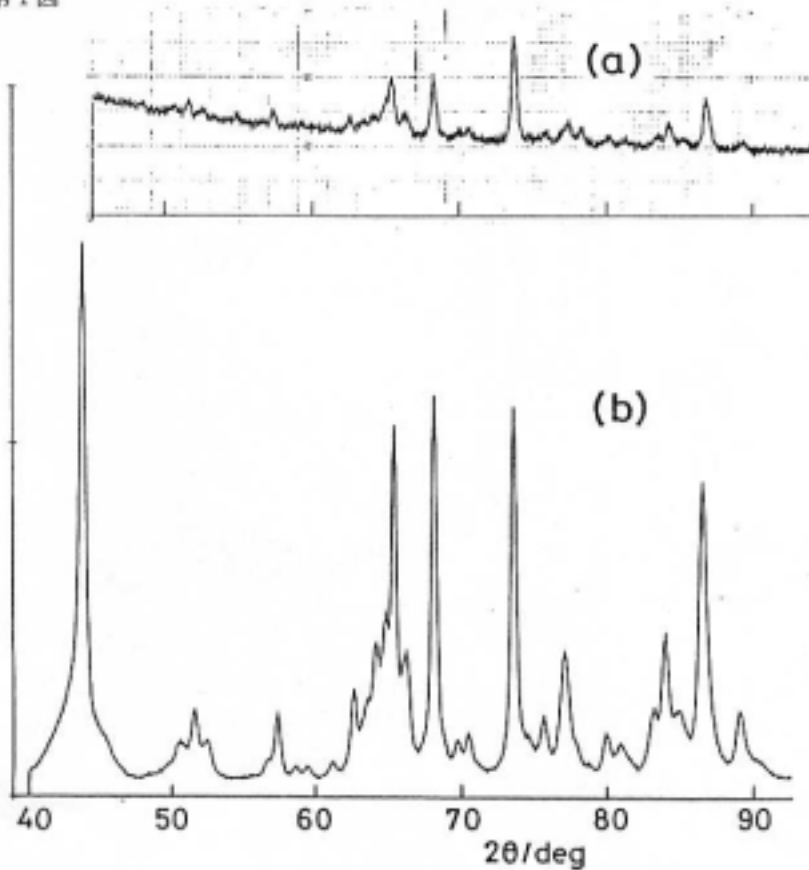
## 集中法粉末 線回折計講習会

理学部 岡 崎 篤

西独・STOE 社製の標題装置は60年3月に設置され、世話講座による整備がほぼ完了しましたので、11月下旬に講習会を行います。日時、場所、受講の申込み方法などは追ってセンターから御案内します。なおこの講習会は、測定責任者(教官)の認定を兼ねており、測定責任者の決まった研究室は随時利用可能となります。なおこの講習会は複数回行う予定です。

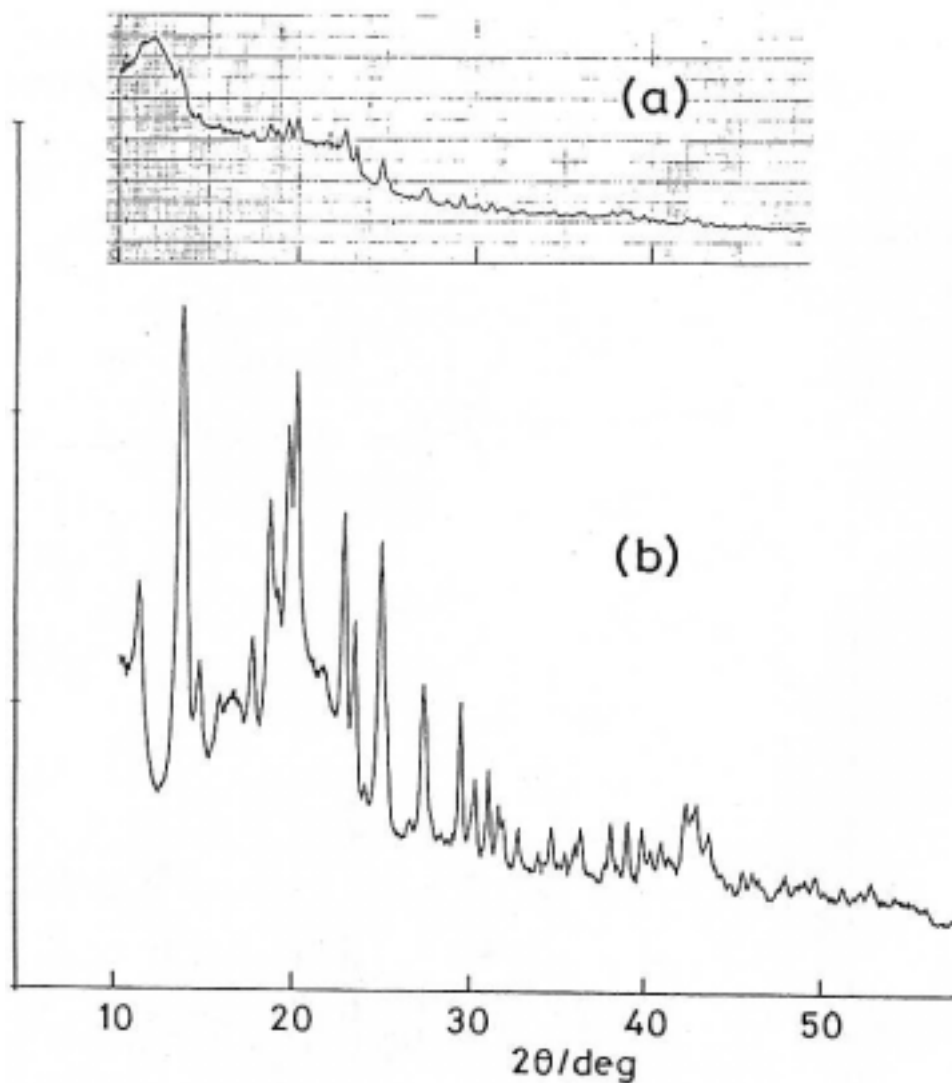
装置の概要は、センターニュース8、9両号に紹介した通りですが、特色は、高分解能測定が短時間で可能な点にあります。实例を次に示します。

第1図



第1図は、試料が合金薄膜（厚さ約  $20 / \mu\text{m}$ ）の場合。(a)センターに既設の従来の型の粉末回折計によるパターン。(b)が本装置による回折パターン。同一試料を用い、線源にCu対陰極の微小焦点管球を使用。管電圧45kV、管電流20mA。測定時間は共に50分。

第2図





第2図は有機結晶試料の場合で、(a)が従来の型の粉末回折計によるパターン。(b)が本装置によるもの。測定時間は30分。

両図から、本装置の分解能、SN比の総合的な優秀さを読み取って頂けるとと思います。上記の例は、試料からの散乱強度が弱い場合で、条件の良い場合には3分程度の測定時間で、 $2\theta$ で $50^\circ$ の角度範囲のパターンが得られます。従来の型の回折計では1桁長い測定時間が必要です。

なお予算の都合で、回折パターンをプロットするのに必要なソフト(約90万円)とプロッター(約50万円)とは未購入です。ここに示した図は、センターに既設のエネルギー分散型X線回折計のマルチチャンネルアナライザー、マイコンおよびプロッターを流用して画いたものです。これらが本来の目的に使用されている場合は、プリンターのデジタル出力をマニュアルにプロットすることになり相当な労力を要します。

この回折計は、利用者が最も多い機器になると思われまので整備にも特に力を入れて来ましたが、人手、予算ともに不足しています。利用者各位の色々な面での御協力を期待します。なお島津X線回折計と本集中法回折計とは、結晶解析室から、2つエレベーター寄りの部屋(試料準備室)に移動しました。これでかなり広いスペースで測定ができることになりました。関係者の皆様の御尽力に感謝致します。

## お 知 ら せ

島津X線回折計は、試料準備室に移設しました。この装置の使用は10月から出来ます。

集中法粉末X線回折計は、11月下旬予定の講習会后直ちに使用出来ます。

詳細は「集中法粉末X線回折計講習会」をご参照下さい。

金属中水素分析装置が特別設備として認められ、本年度工学分室に設置されます。機種は決定次第お知らせします。

陶山助手が8月1日付で、ファインセラミックスセンター（名古屋市）に転出しました。

## あ と が き

分析機器解説シリーズ（10）の高周波スパッタ装置は、本年3月中央分析センターに特別設備として設置されましたので、青峰隆文先生にご解説をお願い致しました。

集中法粉末X線回折計につきましては、講習会を世話講座にお願いしておりますが、この件につきまして岡崎篤先生からご寄稿を頂きました。