

超臨界 CO₂ 流体中における Cu 薄膜の凝集ならびに拡散挙動Agglomeration and diffusion of Cu thin films in supercritical CO₂ fluid

山梨大 院医工 °渡邊 満洋, 中村 良輝, 近藤 英一

Univ. Yamanashi, °Mitsuhiro Watanabe, Yoshiki Nakamura, Eiichi Kondoh

E-mail: mitsuhirow@yamanashi.ac.jp

【はじめに】

超臨界 CO₂ 流体中薄膜堆積法は段差被覆性に優れるため、高アスペクト構造への材料堆積に有効な手法である[1]。一方、超臨界 CO₂ 中アニールでは金属薄膜の凝集が認められている[2,3]。この凝集は、薄膜の破断ならびに薄膜/基板界面におけるボイド形成を導き、密着性の低下につながるため制御する必要があるが、詳細な検討はほとんど行われていない。そこで本研究では、超臨界 CO₂ 流体中アニールにおける Cu 薄膜の凝集ならびに拡散挙動を検討した。

【実験方法】

基板には SiO₂/Si を用いた。この基板の表面には、開口幅が数百 nm から数十 nm、深さが数百 nm の様々な大きさのナノ構造が形成されている。このようなナノ構造を有する基板に対して、DC マグネトロンスパッタリングを用いて Cu 薄膜を堆積した。その後、これらの構造を超臨界 CO₂ 流体中にてアニール処理を施した。一般に、超臨界 CO₂ 流体中にて薄膜を堆積する際には有機金属錯体原料の H₂ 還元を用いるため、超臨界 CO₂ 流体に H₂ を混合する。そこで本実験では、超臨界 CO₂ 流体に H₂ を混合した雰囲気にてアニール処理を施した。アニールの温度は 240°C、時間は 60 min、全圧力は 10 MPa、H₂ 圧力は 1 MPa である。

アニール処理後、基板断面を走査型電子顕微鏡を用いて観察した。

【結果及び考察】

ナノ構造を有する基板上へスパッタリングを用いて Cu 薄膜を堆積したところ、500 nm の開口幅を持つトレンチでは底部まで連続膜が堆積された。一方、200 nm の開口幅を持つトレンチでは、側壁ならびに底部では Cu の堆積が認められなかった。

Fig. 1 ならびに Fig. 2 に、超臨界 CO₂ アニール処理後の Cu を示す。500 nm の開口幅を持つトレンチに堆積された Cu は連続膜ではなく、トレンチ側壁ならびに底部にそれぞれ分離して観察された (Fig. 1)。また、200 nm の開口幅を持つトレンチ

では、アニール処理前ではトレンチ構造内部に Cu は堆積していなかったが、アニール処理後ではトレンチ側壁ならびに底部において粒状の Cu が認められた (Fig. 2)。

このような超臨界 CO₂ 流体中における Cu 薄膜の凝集は、アニール温度が 160°C においても認められている[2]。したがって、この凝集は超臨界 CO₂ 流体中における拡散加速によるものと考えられる。

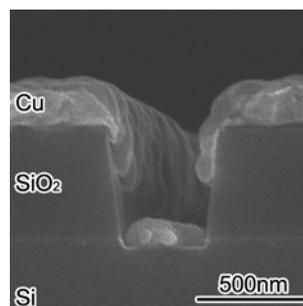


Fig. 1 Cu films in trench having 500 nm opening after scCO₂+H₂ annealing.

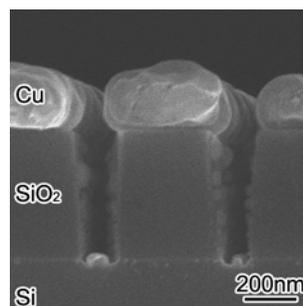


Fig. 2 Cu films in trench having 200 nm opening after scCO₂+H₂ annealing.

【参考文献】

- [1] E. Kondoh, H. Kato, *Microelectron. Eng.* 64 (2002) 495.
- [2] E. Kondoh et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* 49 (2010) 05FA07.
- [3] K. Ueno et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* 49 (2010) 05FA08.