

熱 CVD 法によるモリブデン坩堝上へのイリジウム成膜とその評価

Preparation and characterization of Iridium films

by thermal CVD method on Molybdenum crucibles

東北大学 NICHe¹, (株)三幸², (株)TUP³, 東北大学金属材料研究所⁴

○佐藤 浩樹^{1,2,3,4}, 後藤 孝¹, 奥野 敦^{2,3}, 横田 有為⁴, 鎌田 圭^{1,4}, 黒澤 俊介^{1,4}, 大橋 雄二^{1,4},
豊田 智史^{1,4}, 吉野 将生⁴, 山路 晃広^{1,4}, 花田 貴⁴, 吉川 彰^{1,4}

NICHe, Tohoku Univ.¹, SANKO Co., Ltd², TUP Inc.³, IMR, Tohoku Univ.⁴

○Hiroki Sato^{1,2,3,4}, Takashi Goto¹, Atsushi Okuno^{2,3}, Yuui Yokota⁴, Kei Kamada^{1,4},

Shunsuke Kurosawa^{1,4}, Yuji Ohashi^{1,4}, Satoshi Toyoda^{1,4}, Masao Yoshino⁴, Akihiro Yamaji^{1,4},

Takashi Hanada⁴, Akira Yoshikawa^{1,4}

E-mail: h.sato@imr.tohoku.ac.jp

【研究の背景】 Chemical vapor deposition (CVD) 法は、半導体製造プロセスや工具用コーティング、各種材料合成等、幅広い分野に応用されている。セラミックス・金属など、様々な実用化材料が存在するが、白金族元素は、その熱的および化学的安定性から、宇宙環境や過酷な環境下の保護膜としてCVD法の成膜技術検討がなされている^[1,2]。一方、白金族元素の一つであるイリジウム (Ir) は、LiTaO₃、シンチレータ結晶、レーザー結晶等の機能性酸化物単結晶育成用のルツボ材として広く用いられているが、近年のIr地金の価格高騰、およびレアメタル使用量削減の世界的な流れから、Ir代替技術が望まれている。そこで本研究では、ルツボ材として用いるIr量低減を目的に、熱CVD法によるモリブデン (Mo) 等の高融点金属元素へのIr成膜技術検討を行っており、2019年秋の応用物理学会にて、Ir-Mo傾斜膜生成について報告した^[3]。本講演では、実際に小型Mo坩堝への成膜試験を行ったので報告する。

【実験方法】 実験には、コールドウォール型の熱 CVD 法を用いた。基板として、サイズ φ10 mm×3mmH の Mo りつぽを使用し、カーボン抵抗加熱ヒーターにより、900~1,350 °Cに加熱した。有機金属原料として、Ir(III)アセチルアセトネート (Ir(acac)₃) を使用し、原料蒸発部に 1.0 gr 投入し、所望の温度に加熱した。雰囲気ガスには、アルゴン+3%水素を用い、チャンバー内を 100~500 Pa で制御し、各条件で1時間の成膜を行った。

【結果】 成膜結果を Fig.1 に示す。成膜温度を変化させることで、膜の状態が大きく変わり、900~1,100°Cでは、Ir(acac)₃原料分解時に生成するカーボン不純物の混入が見られたが、1,050°C以上では、金属光沢を有する膜となった。この膜のSEM・EDX分析結果、900~1,100°Cでは多量のカーボン不純物が存在したが、温度を上げることでカーボン不純物は低減した。一方、膜中のIr量も温度を上げることで低減し、1,050~1,200°C程度が最適値となった。これは、温度を上げることで、原料ガス成分が坩堝に到達する前に分解しているためと考えられる。本講演では、Ir成膜Mo坩堝の詳細な評価結果、および今後の展開について議論する。

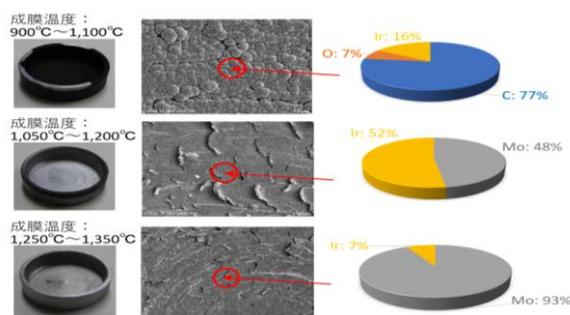


Fig.1. Ir films obtained by the thermal CVD method under Ar+H₂ atmosphere at the pressure of 200 Pa.

[1] J. R. Vargas Garcia and T. Goto, *Materials Transactions* 44 (9) (2003) 1717.

[2] S. Yang, *et al.*, *Applied Surface Science* 329 (2015) 248.

[3] 佐藤他、第80回応用物理学会秋季学術講演会 18a-E207-8 (2019)