

## ケニックス株式会社 企業紹介

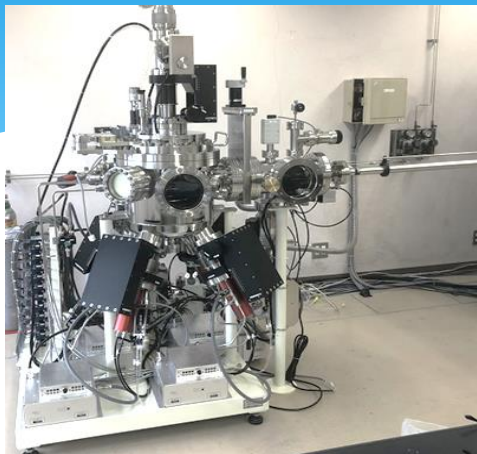


- 弊社の製品紹介
- プラズマ橋掛け研究会派生技術紹介
- 開発経緯と今後の取り組み

ケニックス株式会社 米澤 健



# 製品紹介(1)



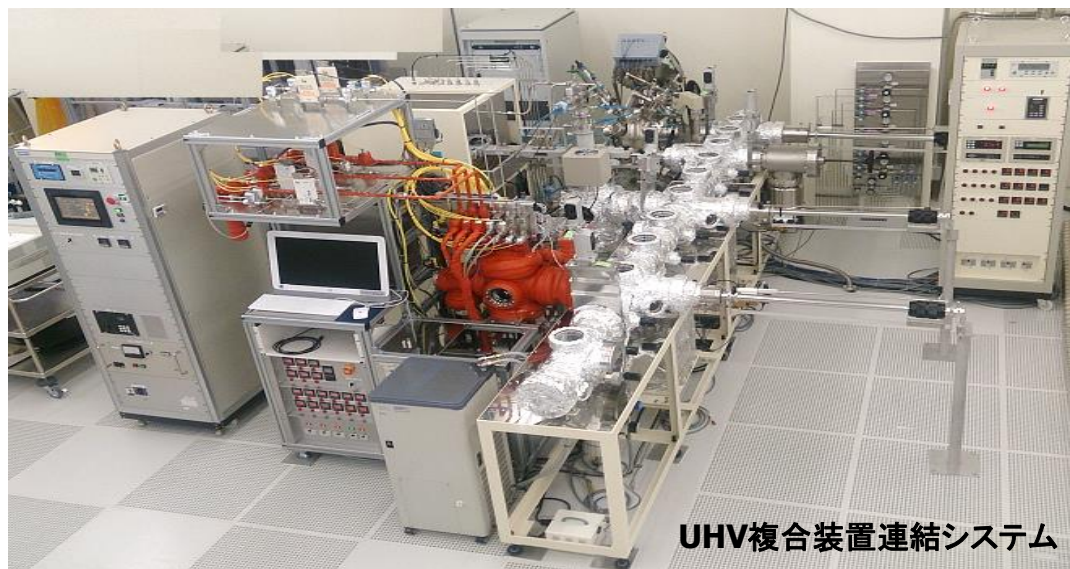
2インチ4源スパッタ装置



HiPIMSスパッタ装置

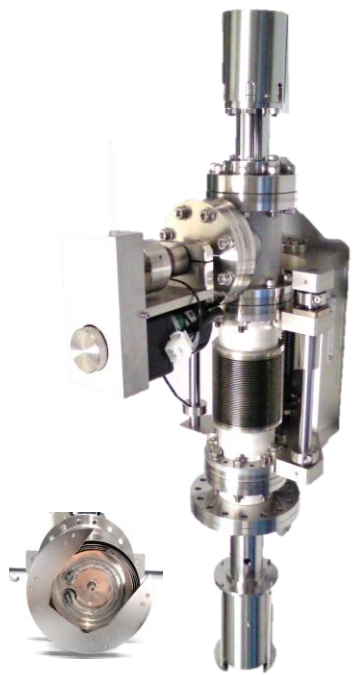


プラズマCVD装置



UHV複合装置連結システム

# 製品紹介(2)



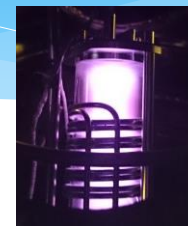
基板加熱・回転ホルダー



スパッタカソード



ヒーター・プラズマ電極



高周波誘導プラズマ源

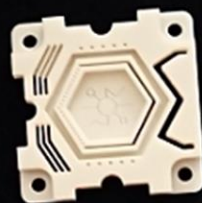


# 製品紹介(3)

## 硬脆材料の研削・微細加工・接合



パイレックス-SUS接合



アルミナ微細加工

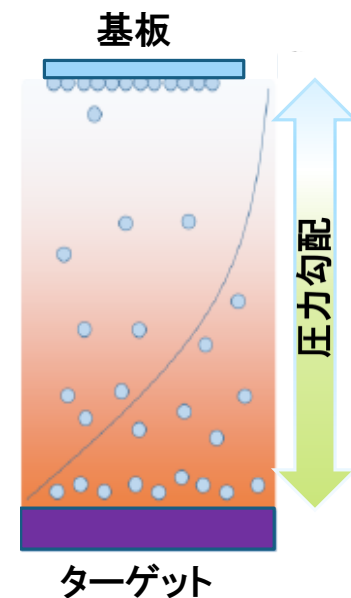
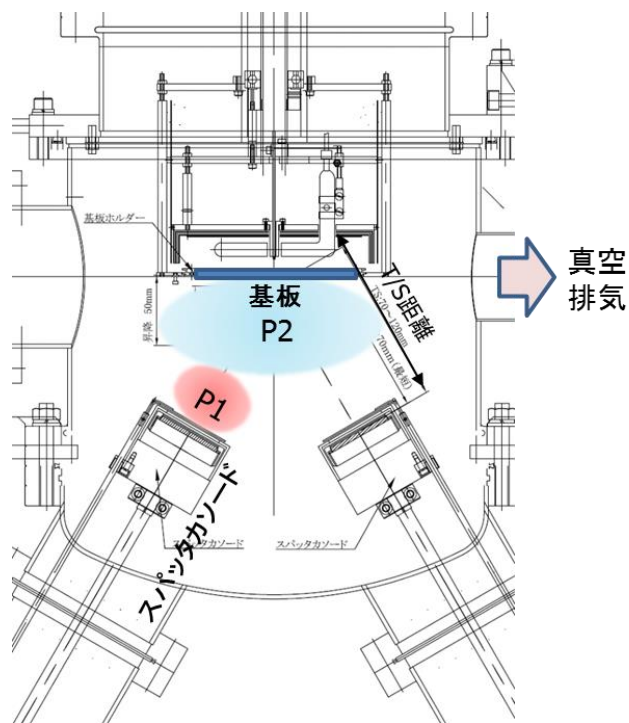
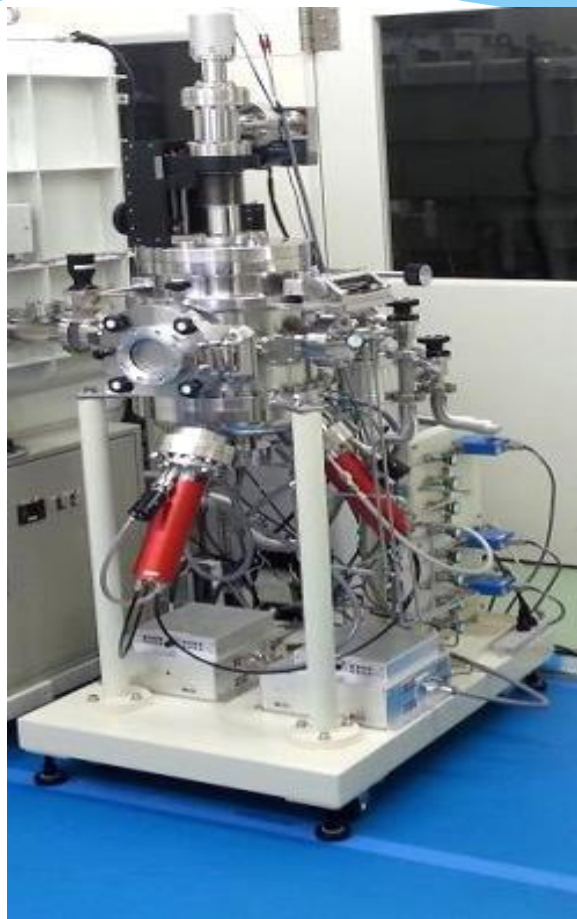


石英微細加工



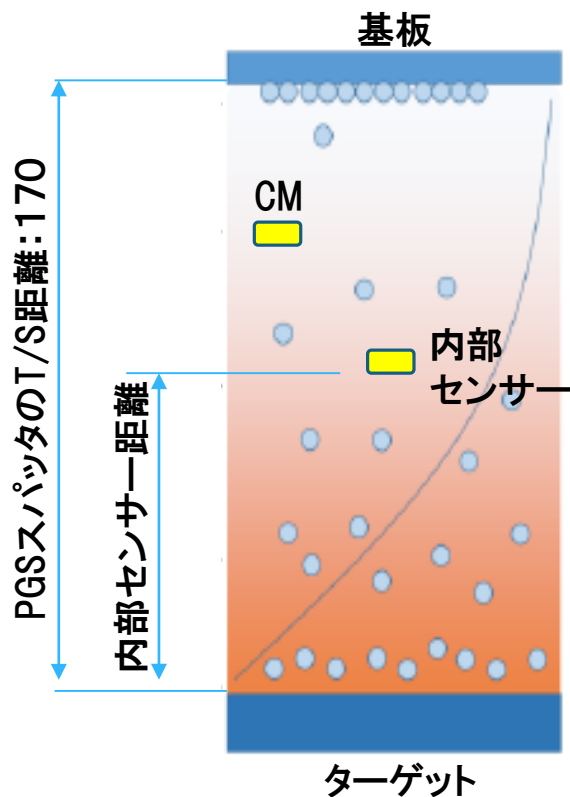
石英-SUS接合

# プラズマ橋掛け研究会により生まれた技術 【圧力勾配スパッタ】



# 空間の圧力勾配測定

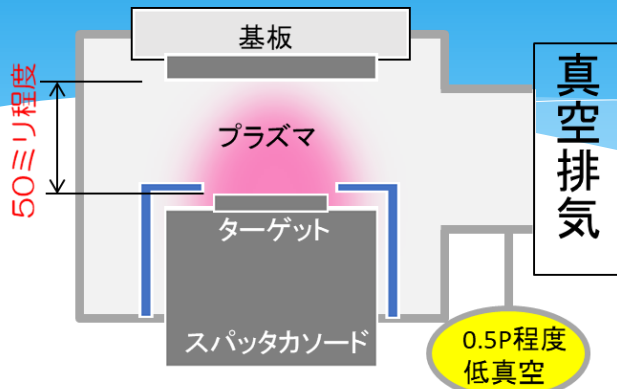
より少ないガス流量でプラズマ放電可能なカソードの開発が必要



センサー間距離 (mm)	Ar5sccm		Ar10sccm		Ar20sccm	
	内部真空計 (Pa)	CM真空計 (Pa)	内部真空計 (Pa)	CM真空計 (Pa)	内部真空計 (Pa)	CM真空計 (Pa)
0	0.120	0.040	0.230	0.052	0.440	0.074
25	0.057		0.114			
50	0.053		0.097			
75	0.051		0.097			
100	0.047		0.091			
125	0.046		0.089			
150	0.046		0.089			
170	0.046		0.089			

# 圧力勾配スパッタ装置の技術的ポイント

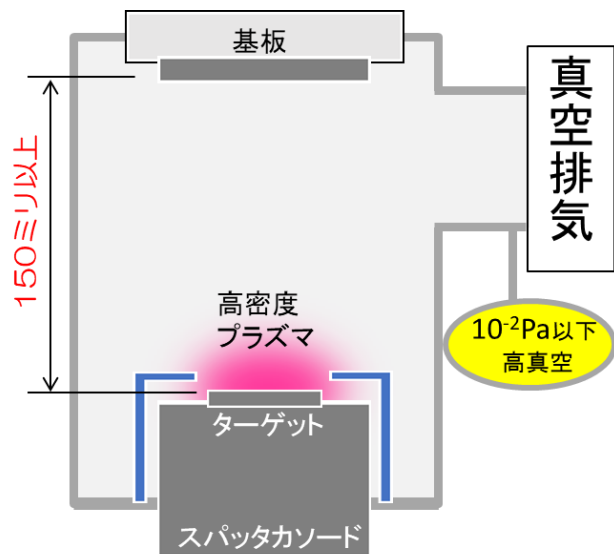
従来スパッタ



## ●従来スパッタの技術課題

1. プラズマダメージ
2. 成膜速度
3. 成膜品質

圧力勾配スパッタ



橋掛け研究会  
にて仮設紹介

共同研究で  
現象確認

特許共同出願

## ●課題解決の方法

### 1) 高密度プラズマ生成スパッタカソード

高真空域 ( $10^{-2}$  Pa以下) で安定プラズマ生成  
可能なスパッタカソード開発

### 2) 真空容器内圧力勾配の生成

真空容器内で圧力勾配が得られる条件を発見

## 圧力勾配式スパッタの開発

上記2つの開発技術の相乗効果により、従来  
スパッタの技術課題解決を達成し得る...

## 類似技術、従来技術との比較

### 【圧力勾配スパッタの特徴】

- ① ターゲット上に高密度プラズマを生成できる。
- ② スパッタ容器内に圧力勾配状態を生成できる。
- ③ 平均自由行程が長くなり、成膜速度が速くなる。
- ④ プラズマダメージ低減と成膜品質向上効果がある。



比較する技術要素	一般(従来)スパッタ	圧力勾配式スパッタ
☞ 圧力勾配	無し	有り
基板周辺圧力	5~0.5Pa	10 <sup>-2</sup> Pa以下
ターゲット表面圧力	5~0.5Pa	0.4Pa
☞ 平均自由行程	短い	長い
基板~ターゲット距離	50mm	150~200mm
☞ プラズマ密度	低い	高い
成膜速度	遅い	従来スパッタの2倍強
基板のプラズマダメージ	多い	少ない
成膜品質		結晶性向上(XRC半値幅測定)



## スパッタ装置の開発経緯・まとめ

ご協力頂いた先生方、大変ありがとうございました。

### 【経緯】

1. 平成24年 スパッタ電極(カソード)の開発(初期オリジナル)
2. 平成26年 スパッタ装置(社内機)の完成
3. 平成29年 学振153委員会の橋掛け研究会で仮設発表・議論開始
4. 平成29年 九州大学、名城大学、岡山理科大学と共同研究開始
5. 平成30年 特許共同出願 (共同研究開始の半年後)
6. 平成30年 関連国際会議で発表(ISPlasma、PSE)
7. 令和元年 応物ランチョン、国際会議(ISSP)発表

### 【プラズマ橋掛け研究会の先生方との共同開発を振り返って・・・】

1. 技術力や資金の不足を補う技術支援が得られ、速く成果が得られた。
2. 共同研究により得られたデータ・分析結果の信頼性が高い。
3. シーズとニーズの積極的な相互発信の重要性を深く認識した。
4. 現在・今後 デバイス比較データを揃え、成果発表・技術普及していく。

## まとめ 今後説明すべき内容

膜質評価	プラズマダメージ影響 不純物混入 結晶性
圧力勾配	装置構造依存性 排気能力依存性 カソードトップ構造最適化
量産対応	カソードトップ構想最適化

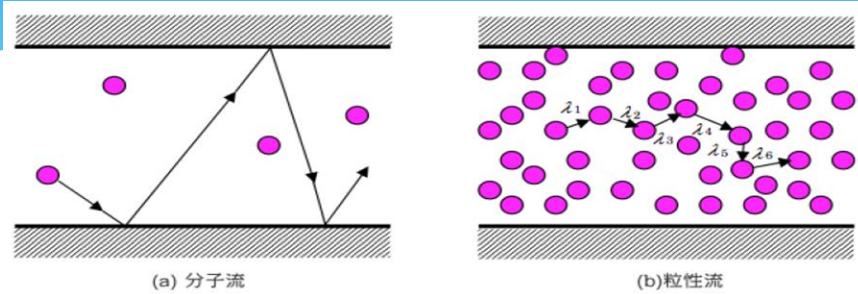
## 技術データ

- ① 平均自由工程とスパッタ圧力
- ② 成膜速度比較(Al:アルミ)
- ③ 成膜品質評価(AIN:窒化アルミ)
- ④ 膜厚分布測定(AIN:窒化アルミ)
- ⑤ 極薄膜 成膜速度測定(Fe:純鉄)
- ⑥ 高蒸気圧材料の低出力成膜実験(Bi:ビスマス)
- ⑦ 酸素依存による膜色変化(CN:窒化炭素)

国際会議 成果発表  
追加資料(製品紹介、産学連携事例、  
今後のPGSスパッタ取り組み)

技術データ①

# 平均自由行程とスパッタ圧力



平均自由行程とは、一定の空間に存在する気体分子が、直線運動できる距離のことです。

上図の粒性流域は残留分子密度が高いため平均自由行程は短く、分子流域では密度が低いため平均自由行程は長くなることを示します。

右図の通り、圧力が低くなるほど平均自由行程は伸びます。

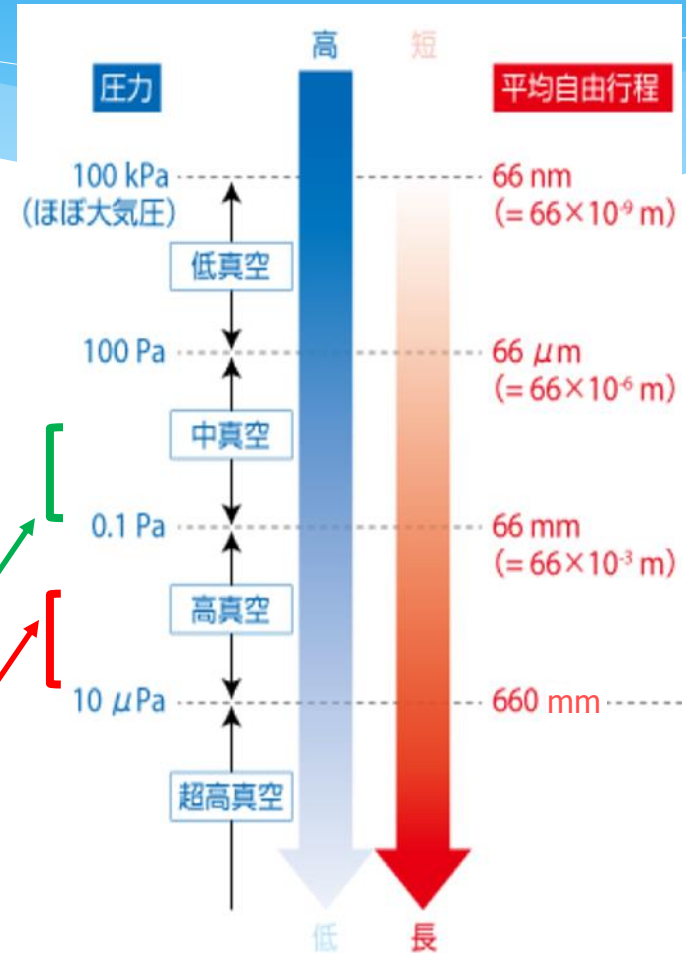
1Paでは0.7mm

10<sup>-1</sup>Paでは7cm

10<sup>-2</sup>Paでは70cm

10<sup>-3</sup>Paでは7m

※残留ガス・分子種類により誤差が生じます。



従来(一般)スパッタ圧力

圧力勾配スパッタ圧力



## 成膜速度比較(AI:アルミ成膜)

実験場所											ケニックス(株)	
従来スパッタと圧力勾配スパッタによるAl(アルミ)成膜速度比較												
	ターゲット	T/S (mm)	Ar (sccm)	RF出力 (W)	時間 (min)	CM圧力 (Pa)	CC圧力 (Pa)	ST圧力 (Pa)	TG圧力 (Pa)	膜厚 (nm)	成膜速度 (nm/min)	特記
従来(一般) スパッタ	Al(アルミ) 2インチ	170	20	100	20	0.5	0.4	0.8	0.8	36.2	1.8	従来スパッタに対し、 圧力勾配スパッタの 成膜速度が2倍に なった
圧力勾配 スパッタ						$3.7 \times 10^{-2}$	0.1	0.16	0.41	75.2	3.8	
						キャパシタ ンスマノ メータ計測 値	フルレンジ コールドカ ソード計測 値	基板圧力 計測値	ターゲット 圧力計測値			

その他、反応スパッタによるAIN成膜で(002)配向確認のうえ、**従来スパッタ比 5倍の成膜速度**が得られた。

## 成膜品質評価(AIN:窒化アルミ成膜)

反応性スパッタによるAIN(窒化アルミ)成膜												
No.	ターゲット	基板	T/S (mm)	事前到達圧力 (Pa)	Ar (sccm)	N2 (sccm)	スパッタ圧力 (Pa)	RF出力 (W)	時間 (min)	基板加熱 (°C)	膜厚 (nm)	特記
1	Al 5N	Si (100)	120	$6 \times 10^{-5}$ Pa	12	8	0.25	200	360	400	4500	AIN(002)確認 XRC半値幅15°
2							$7 \times 10^{-2}$ (CM表示値)				3600	

XRC計測より、No.2サンプルは(002)以外のピーク強度が弱くなることを確認

**結果: 圧力勾配スパッタによる高真空(10<sup>-2</sup>Pa)成膜により、AIN結晶性の向上が確認された**

## 技術データ④

## 膜厚分布測定(AIN:窒化アルミ成膜)

2114 Å

2115 Å 2113 Å 2113 Å

2117 Å 2116 Å 2112 Å

2110 Å 2109 Å 2114 Å

2108 Å

基板サイズ:2インチ  
 ターゲット:2インチ  
 測定方法:エリプソメーター

計算式: (Max-Min)/平均値

膜厚分布計算値: **±0.3%以下**

客先要求値  
 2インチ基板で  
 ±3%以下

## 反応性スパッタによるAIN(窒化アルミ)成膜

No.	ターゲット	基板	T/S (mm)	事前到達圧力 (Pa)	Ar (sccm)	N2 (sccm)	スパッタ圧力 (Pa)	RF出力 (W)	時間 (min)	基板加熱 (°C)	膜厚 (nm)
1	Al 5N	2" Si (100)	170	$3 \times 10^{-4}$ Pa	12	8	$7 \times 10^{-2}$ (CM表示値)	100	20	400	50

結果:T/S距離:170による圧力勾配スパッタにより、±0.3%の驚異的な膜厚分布が得られた

# 極薄膜 成膜速度測定(Fe:純鉄)



膜厚センサー表示

客先要求値  
Feスパッタにより  
15 Å/min以下の  
成膜速度制御

磁性材料(Fe:純鉄)の低成膜速度成膜										
No.	ターゲット	事前到達圧力 (Pa)	Ar (sccm)	N2 (sccm)	真空度 (Pa)	RF出力 (W)	時間 (min)	基板加熱 (°C)	成膜レート (Å/min)	※ 備考
1	Fe φ2"×0.5t	5 × 10 <sup>-4</sup> Pa	20	—	0.5	25	—	—	6.5※	膜厚センサー計測値を ツーリングファクター補正

**結果:MRAM(次世代磁気メモリー)に求められる、磁性材料で極薄膜厚:数nmの膜厚制御性に対し、圧力勾配スパッタによる極薄膜厚の制御性を確認した**



## 技術データ⑥

## 高蒸気圧材料の低出力成膜実験(Bi:ビスマス)

客先要求性能: BiをRF: 5W以下で安定プラズマ維持

- ターゲット : Bi (2インチ)
- スパッタ圧力 : 0.481Pa
- Arガス流量 : 50sccm
- RF出力 : 5W



Biターゲットスパッタ状態

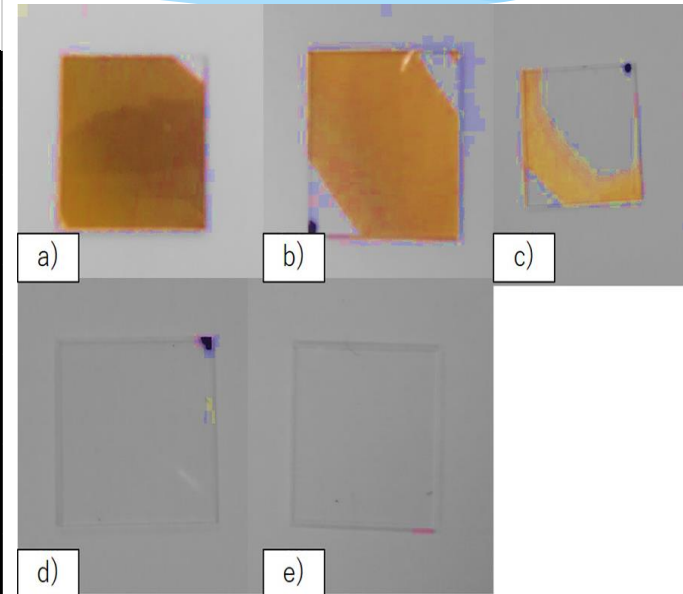
スパッタ後のBiターゲット

変換エネルギー材料(太陽電池や熱電材料)やトポロジカル半導体として近年注目されながら、  
**高蒸気圧材料特性のため薄膜作成制御が非常に困難なBi(ビスマス)を、**  
**圧力勾配スパッタにより低出力(RF: 5W出力)で安定プラズマ生成と薄膜形成を確認した**

## 技術データ⑦

## 酸素依存による膜色変化(CN:窒化炭素)

実験場所 ケニックス㈱										
反応性スパッタによるCNX(窒化炭素)成膜										
No.	ターゲット	基板	T/S	事前到達圧力 (Pa)	O2 (sccm)	N2 (sccm)	スパッタ圧力(Pa)	RF出力 (W)	時間 (min)	基板加熱(°C)
(a)	カーボン	15×15 石英	50	$5 \times 10^{-4}$	0	20	$9 \times 10^{-2}$	100	30	無し
(b)					0.5	19.5				
(c)					1	19				
(d)					1.5	18.5				
(e)					2	18				



理論上、ダイヤモンドより硬いといわれるCN(窒化炭素)膜のスパッタプロセスに酸素を微少混入し、**色変化とともに完全透明膜を確認した**。今後、膜硬度とバリア特性評価を実施する計画。

# 国際会議成果発表

## ISPlasma2018@nagoya, Japan

## PSE2018@Garmisch, Germany

05P87

10<sup>th</sup> Anniversary International Symposium on Advanced Plasma Science and Its Applications for Nitrides and Nanomaterials  
11<sup>th</sup> International Conference on Plasma-Nano Technology & Science, Meijo Univ., Nagoya 4-8 March 2018



### Pressure Gradient Sputtering to Achieve High Deposition Rate for Metal Thin Film

<sup>1</sup>Hiroki Oota, <sup>1</sup>Kiyomi Takahashi, <sup>2</sup>Jun-Seok Oh, <sup>3</sup>Kazunori Koga, <sup>4</sup>Tatsuyuki Nakatani, <sup>2</sup>Masafumi Ito, <sup>3</sup>Masaharu Shiratani, and <sup>1</sup>Ken Yonezawa

<sup>1</sup> Kenix Corporation, 2-15-501 Hoiyoguchi, Himeji, Hyogo 670-0935, Japan (e-mail: kenix@eto.eonet.ne.jp)  
<sup>2</sup> Department of Electrical and Electronic Engineering, Meijo University, 1-501 Shiogamaguchi, Tempa-ku, Nagoya 468-8502, Japan  
<sup>3</sup> Graduate School of Information Science and Electrical Engineering, Kyushu University, Fukuoka 819-0395, Japan  
<sup>4</sup> Research Institute of Technology, Okayama University of Science, 1-1 Ridachi, Kita, Okayama700-0005, Japan

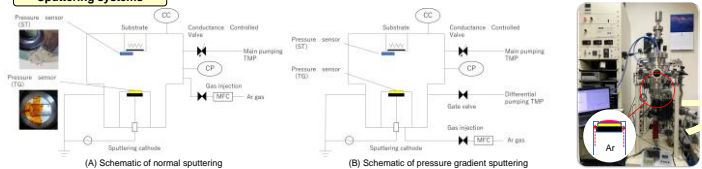


#### Introduction

As plasma sputtering is widely used in thin film deposition process. During the deposition, operating pressure is very important as well as base pressure because the pressure directly affects the deposition rate of thin film. The sputter gas (Ar), for an example, collides sputtered atoms and / or molecules flight from target to substrate. On the view point of plasma operation, low pressure is not suitable to generate stable plasma. Probably, very high input power is necessary. Thus, the optimized pressure and input power conditions are existed in each sputtering system.

We therefore investigated the effect of operating pressure on the deposition rate using differential pumping system which generates a pressure gradient in the chamber, especially, between the sputter target and substrate. Here, we discuss the both sputtering systems in terms of plasma (optical emission intensity) and thin film.

#### Sputtering systems



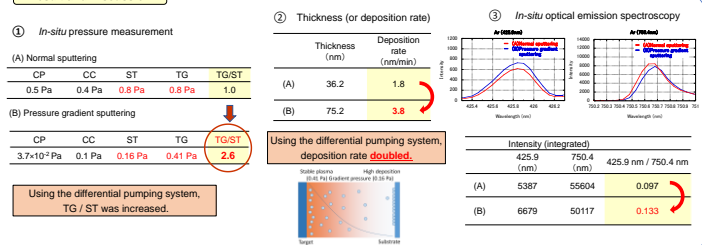
#### Experimental

We compared (A) normal sputtering and (B) pressure gradient sputtering in the following experiment.

- In-situ pressure measurement on the sputter target and substrate
- Thickness of deposited thin films (deposition rate)
- In-situ optical emission spectroscopy (OES)

	(A) Normal sputtering	(B) Pressure gradient sputtering
Pressure in chamber	0.5 Pa	No adjustment (Main Valve is full OPEN)
Differential exhaust	x	o
Ar flow rate	20 sccm	20 sccm
RF PWR	100 W	100 W
Deposition time	20 min	20 min
Target material	Pure Al metal $\Phi$ 50.8×3 t	Pure Al metal $\Phi$ 50.8×3 t
T-S distance	170 mm	170 mm

#### Result and Discussion



#### Summary

- We compared normal sputtering and pressure gradient sputtering methods in pressure, deposition rate, and OES measurements.
- Using the differential pumping system, pressure at the substrate is lower and the deposition rate was increased about double of normal sputtering.

J-S Oh and M Ito thank to the financial support by the MEXT-Supported Program for the Strategic Research Foundation at Private Universities (S1511021).

16th International Conference on Plasma Surface Engineering, Congress Center, Garmisch-Partenkirchen, Germany, 17-21, September, 2018



### Pressure Gradient Sputtering to Achieve High Deposition Rate for Metal Thin Film

PO4009  
Kenix

<sup>1</sup>Hiroki Oota<sup>1</sup>, <sup>1</sup>Kiyomi Takahashi<sup>1</sup>, <sup>2</sup>Jun-Seok Oh<sup>2</sup>, <sup>3</sup>Kazunori Koga<sup>3</sup>, <sup>4</sup>Tatsuyuki Nakatani<sup>4</sup>, <sup>2</sup>Masafumi Ito<sup>2</sup>, <sup>3</sup>Masaharu Shiratani<sup>3</sup>, and <sup>1</sup>Ken Yonezawa<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Kenix Corporation, 2-15-501 Hoiyoguchi, Himeji, Hyogo 670-0935, Japan (e-mail: kenix@eto.eonet.ne.jp)  
<sup>2</sup> Department of Electrical and Electronic Engineering, Meijo University, 1-501 Shiogamaguchi, Tempa-ku, Nagoya 468-8502, Japan  
<sup>3</sup> Graduate School of Information Science and Electrical Engineering, Kyushu University, Fukuoka 819-0395, Japan  
<sup>4</sup> Research Institute of Technology, Okayama University of Science, 1-1 Ridachi, Kita, Okayama700-0005, Japan

#### Introduction

Plasma sputtering is widely used in thin film deposition process. During the deposition, operating pressure is very important as well as base pressure because the pressure directly affects the deposition rate of thin film. The sputter gas (Ar), for an example, collides sputtered atoms and / or molecules flight from target to substrate. On the view point of plasma operation, low pressure is not suitable to generate stable plasma. Probably, very high input power is necessary. Thus, the optimized pressure and input power conditions are existed in each sputtering system. We therefore investigated the effect of operating pressure on the deposition rate using Kenix PSG system associated with a differential pumping system which generates a pressure gradient in the chamber, especially, between the sputter target and substrate. Here, we discuss the both sputtering systems in terms of plasma (optical emission intensity) and thin film.

#### Sputtering systems

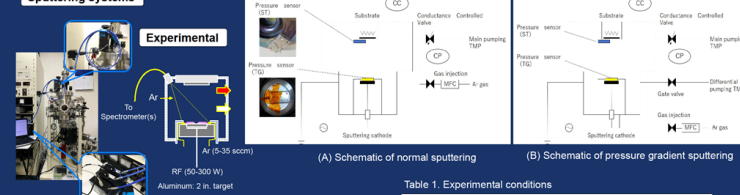
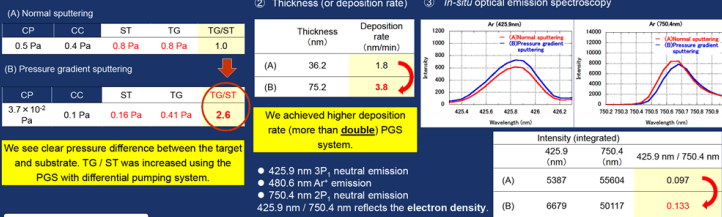


Table 1. Experimental conditions

	(A) Normal sputtering	(B) Pressure gradient sputtering
Pressure in chamber	0.5 Pa	No adjustment (Main valve was fully opened.)
Differential exhaust	x	o
Ar flow rate	20 sccm	20 sccm
RF PWR	100 W	100 W
Deposition time	20 min	20 min
Target material	Pure Al metal $\Phi$ 50.8 × 3 t	Pure Al metal $\Phi$ 50.8 × 3 t
T-S distance	170 mm	170 mm

#### Results and Discussion



#### Summary & Future work

- Herein, we compared normal sputtering system and Kenix PSG sputtering system. Using the Kenix PSG sputtering system, we realized the pressure at the substrate is high enough to sustain high density plasma, the pressure at the substrate is lower to achieve high deposition rate.
- In this study, we have confirmed that the advantage of Kenix PSG sputtering system in 1) pressure difference (gradient) by direct measurement of the pressure, 2) high density plasma by OES measurement, and 3) high deposition rate by thickness measurement, respectively.
- In the future study, we will carry out 1) spatial pressure measurement and simulation of pressure distribution in Kenix PSG sputtering system, 2) the absolute electron density estimation using OES measurement which needs to calibrate using a standard lamp.

J-S. Oh and M. Ito acknowledge the MEXT-Supported Program for the Strategic Research Foundation at Private Universities (S1511021).