

マグネトロンスパッタ法で堆積した Ni 薄膜の電気的特性と構造の評価

高知工科大学 電子系電子工学専攻

八田・古田研究室 1130159 松本 康平

【背景】

本研究室では、1nm 以下の厚さの Ni 触媒を使用することでカーボンナノチューブの構造を制御することに成功している。しかし、従来の SEM などの物理的構造解析では、1nm 以下の金属極薄膜の物理的構造は知ることが困難である。

【目的】 Ni 薄膜のコンダクタンスの測定、SEM 観察、及び可視吸収分光測定を行い、薄膜構造について情報を得る。

【実験方法】

ガラス基板上に間隔 2mm で長さ 12mm の金電極を形成し電極間に堆積した膜の抵抗をスパッタ装置内でその場測定した。成膜はマグネトロンスパッタ装置を用いてターゲットは Ni、放電電流 20mA、スパッタ圧力 8.0×10^{-3} Pa、Ar 流量 10sccm の条件でスパッタ時間 5s、待ち時間 10s を繰り返して、電極間の抵抗値を待ち時間中に測定した。

図 1 のより、スパッタ時間が 45 秒付近までは、コンダクタンスはほとんど 0 で、45 秒から 150 秒の間では急激に上昇した。150s 以降はスパッタ時間にほぼ比例して増加した。45 秒までは連続膜にならず、その後連続膜になって、膜厚増加とともにコンダクタンスが増加したと考えられる。次にコンダクタンスの変化率を見ると 150 秒で最大となった後、徐々に減少していることがわかる。コンダクタンスの変化は必ずしも成膜量に比例していない。

図 2 は各成膜時間で観察した Ni 表面の SEM 像である。150 秒と比べ 300 秒では粒子径が大きくなり、粒子数密度が減少した。150 秒以降により大きな粒状に成長したため、変化率が低下したと考えられる。CNT 成長に用いる 1nm 以下の Ni は成膜時間 15 秒に相当することからガラス基板上では分散した粒子状であることがわかる。

同条件の Ni 触媒により熱酸化 Si 基板上に合成した CNT の SEM 像を図. 2 中に示す。スパッタ時間 45s のコンダクタンスが非常に低い時は細い CNT の成長が確認できた。75s~300s ではカーボンナノファイバーが確認され、Ni 堆積時間が長くなるにつれカーボンナノファイバーの直径が増大する傾向がみられた。これは堆積量の多い Ni 触媒による CNT 合成ではアニールにより凝集した触媒の粒が大きくなり、より直径の大きいカーボンファイバーが成長したと考えられる。

触媒構造を評価するために、Ni 触媒薄膜の断面 SEM を測定したところ、75 秒は、150 秒は膜厚の評価が可能であったが、45 秒は SEM

の空間分解能の限界を下回り、明確な断面画像を得ることが出来なかった。今回、コンダクタンスの評価により、カーボンナノチューブの成長が得られた 45 秒堆積極薄 Ni の電気的特性評価が可能となったことは、Ni 極薄触媒薄膜のあらたな構造評価手法として提案できると考えられる。

今回示した手法は、CNT 成長に適した触媒微粒子が形成される瞬間を、薄膜成膜中の導電率その場評価で特定する可能性を示していると考えている。

【まとめ】

コンダクタンスの時間変化より、成膜初期には分散した粒状と考えられること、連続膜になった後も粒状成長することが分かった。カーボンナノチューブが成長する極薄 Ni 薄膜の構造の推定について、電気的特性評価によりおこなう手法を提案した。

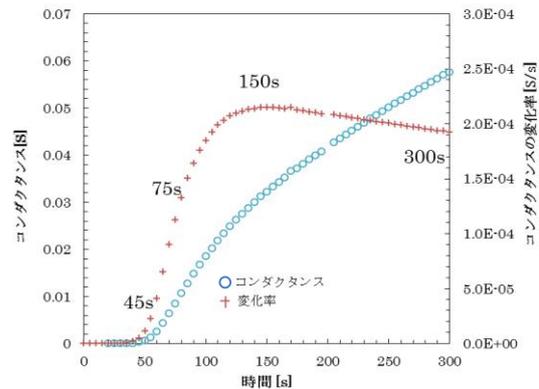


図 1 コンダクタンスとスパッタ時間の関係

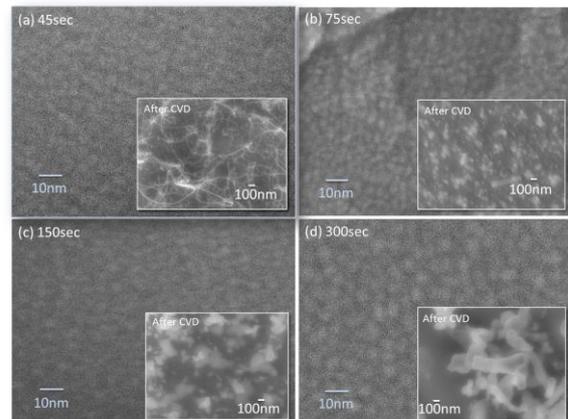


図 2 Ni 薄膜表面と CNT 成長の SEM 画像