



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	フロンガスによる炭素鋼の反応性スパッタ・エッチングの研究：酸素ガス混合の効果について
Author(s)	勇田, 敏夫; 小山内, 潤; 佐藤, 敏一 他
Citation	北海道大学工学部研究報告, 128, 51-55
Issue Date	1985-10-31
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/41959
Type	departmental bulletin paper
File Information	128_51-56.pdf



フロンガスによる炭素鋼の反応性スパッタ・エッチングの研究 ——酸素ガス混合の効果について——

勇田 敏夫 小内山 潤* 佐藤 敏一 高橋 達男**

(昭和60年6月30日受理)

A Study of Reactive Sputter Etching for Carbon Steel by Freon Gas —— On the Effect of Oxygen Gas Mixture ——

Toshio YUHTA, Jun OSANAI, Toshikazu SATOH and Tatsuo TAKAHASHI

(Received June 30, 1985)

Abstract

A study on reactive sputter etching of carbon steel using freon gas was conducted. This was test the dry etching as a new method for the processing of micro mechanical parts.

This study was investigated through etching experiments on the improvement of etching characteristics using an oxygen gas mixture in the reactive gas.

The results obtained were as follows ; improvement of etching characteristics was made, the decrease of etch rate was not large, but with a low value of the mixture ratio (0.09), the improvement of surface roughness was remarkable. But the applicable region was limited. When the mixture value exceeded 0.09, the etch rate rapidly decreased and the surface roughness approached that of pre-machined surface.

1. 緒 言

近年、各種電子素子部品の低コスト化、高能率化を目指して、電子素子の微細化が進み、それらの加工法として、特に集積回路製造過程におけるドライエッチング技術が確立されつつある。^{1), 2), 3)}

一方、機械部品のマイクロ化も急速に進み、宇宙工学、航空工学の分野は言うに及ばず、医療工学とも言うべきメディカル部門においても、マイクロ化が著しい。しかしこれらのマイクロパーツの加工は、絶対寸法が小さいため、また時にはサブミクロンのオーダーの加工が必要とされるため、切削や研削加工ではその工程の中で多くの困難さを伴い、また出来上った製品は加工変質層などの影響を受けやすいため、従来の機械加工にかわる加工法の出現が待たれている。

筆者らは機械部品等のマイクロ加工に対する新しい加工法として、ドライエッチング加工法を応用するため、機械部品の基本的な材料である鋼材を対象として、S 55 Cのフロンガスによる

精密工学科 精密加工学第二講座

* セイコー電子株式会社

** 苫小牧工業高等専門学校

反応性スパッタ・エッチング（反応性イオン・エッチングとも呼ばれる）を行ない、鋼の加工特性について実験・検討を行なった^{4),5)}。これらの結果によると、炭素鋼はフェライトとパーライトの組織から成り、それらの組織各々の加工速度が異なるため、表面あらさが改善されないものと考えられる。SEMの観察によると、加工表面で小山のように盛上った部分に、パーライトのラメラ組織が観察されることから、パーライトの組織中のセメンタイトがフェライトに比べて、塩素ラジカルと結合しにくく、そのため除去され難いと考えられる。したがってセメンタイト中で鉄と結合している炭素を何らかの方法で分離させると、反応ガス中に酸素が存在しているならば、CO または CO₂ になり排気され、その結果鉄と反応種との結合が容易になり、加工特性の向上が見られるものと考えられる。

本研究は、反応ガス（フレオン-12）に酸素ガスを混合させて、S 55 C を反応性スパッタ・エッチングした場合の加工特性について実験的に検討した結果について報告する。

2. 実験方法

実験に使用した装置は二極平行平板型高周波スパッタ・エッチング装置で図1にその概略を示す。装置は大別して、(A)ベルジャ部、(B)電源部、(C)排気系および真空計、(D)ガス供給部に分けられる。ベルジャはパイレックスガラス製で、直径300 mm、電極直径は80 mmで、下部電極は水冷されている。ガスはフレオン-12（純度99.5%以上、ほくさん製）と酸素ガス（純度99.999%、日本酸素製）を使用した。

実験は下部電極に試料をセットして、ベルジャ内を 1×10^{-4} Torr まで排気した後、フレオンガスと酸素ガスを導入して所定の混合比に設定した後、高周波電力（13.56 MHz）を印加して放電させ加工を開始した。なおフレオンガスと酸素ガスの混合で、混合比は各ガスの分圧で制御し、全圧は20mTorrと一定にした。試料は表面あらさ $R_{max} \approx 0.1 \mu\text{m}$ になるようにエメリー仕上げした後に、アセトンで10分間超音波洗浄した。実験条件は表1に示す。エッチング速度は、試料面上に細片を載せてスパッタ・エッチングを行ない。エッチ部とマスク部の高低差から求めた。エッチ速度と表面あらさは、東京精密製表面粗さ形状測定機300 Bで測定し、また、加工表面の観察は日本電子(株)製 JSM-T20 型走査電子顕微鏡を使用した。

表1 実験条件

試料	炭素鋼 (S55C)
反応ガス (酸素ガス分圧比)	CCl ₂ F ₂ +O ₂ 混合 (0~1.0)
ガス全圧	20 mTorr
R F 電力	200 W
電極間距離	50 mm
加工時間	2 時間
加工面積	6.15 cm ²

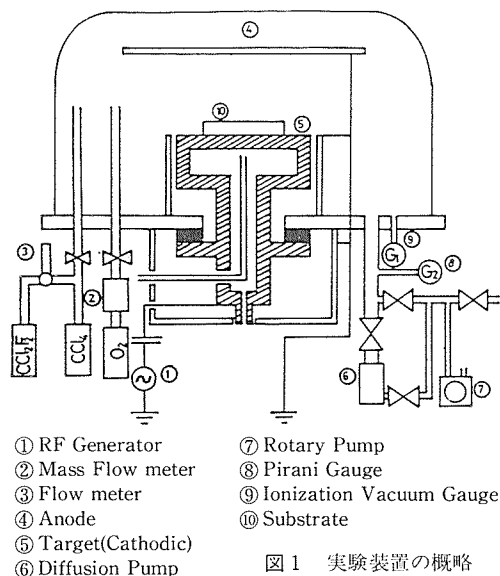


図1 実験装置の概略

3. 実験結果と考察

フロン-12 と酸素ガスの混合比とエッチ速度並びに表面あらさの関係を図2に示す。エッチ速度は混合比0.09を超えると急激に減少し、混合比が0.42以上になるとエッチ速度はほぼゼロになる。酸素を用いた純鉄のイオンビーム加工で、スパッタ作用による加工が報告されているが⁶⁾、本実験ではエッチ速度の大きい領域について検討しているため、混合比0.42以上におけるエッチ量をゼロとした。弗化炭素系のガスに酸素を混合した、SiやSiO₂のドライ

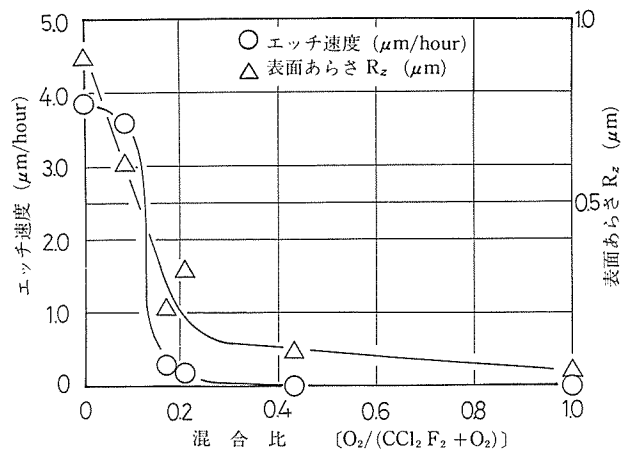


図2 酸素ガス混合比に対するエッチ速度と表面あらさの関係

エッチングで、エッチ速度増加例が報告されているが^{7), 8), 9)}、これは例えばフロン-14 と酸素混合ガスの場合、プラズマ中で酸素混入によりエッチャントである F* の解離が促進され、プラズマ中の F* 絶対量が増加するため、エッチ速度が増加するとされている。本実験では、酸素混合比の増加に従いエッチ速度が低下するのは、第一にフロン-12 の絶対量の減少があげられるが、混合時におけるフロン-12 の分圧と同一圧力のフロン-12 単一ガスにおけるエッチ速度の方が大きいことから、酸素ガスを混入して放電するとつぎの反応 $\text{CCl}_2\text{F}_2 + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2 + 2\text{Cl}^* + 2\text{F}^*$ が起こり、S 55 C における反応性スパッタ・エッチングのイオン衝撃効果と、表面におけるセメンタイトの鉄と炭素の原子間結合を切断するのに寄与する CClF_2^+ などのイオンが、減少するためと考えられる。

つぎに表面あらさは、混合比0.2まで急激に改善されるが、混合比が0.42以上になるとエッチ速度がゼロになるので、試料表面はほぼ前処理面の表面あらさになる。酸素ガス混合により表面あらさが改善される理由として、試料表面のパーライト組織におけるセメンタイトの鉄と炭素の結合が、イオン衝撃により切断され、鉄は Cl^* と反応し、炭素が酸素と結合することにより一酸化炭素、二酸化炭素に成り排気されて、パーライトの加工がより促進されるため、フェライトとのエッチ速度差が小さくなり、表面あらさが改善され则认为られる。

図3は、酸素ガス混合比と単位エッチ速度当りの表面あらさの関係を示す。図から明らかなように、エッチ速度に対する表面あらさの最も小さい酸素混合比の0.09の条件が、加工能率を下げずに仕上面あらさをよくする最良の条件であると考えられる。

つぎにエッチングされた試料表面を観察するとフロン-12 ガス中で反応性スパッタ・エッチングされた炭素

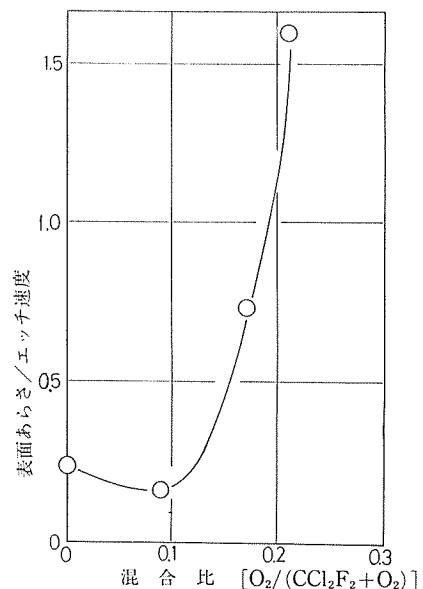


図3 酸素ガス混合比と単位エッチ速度当りの表面あらさの関係

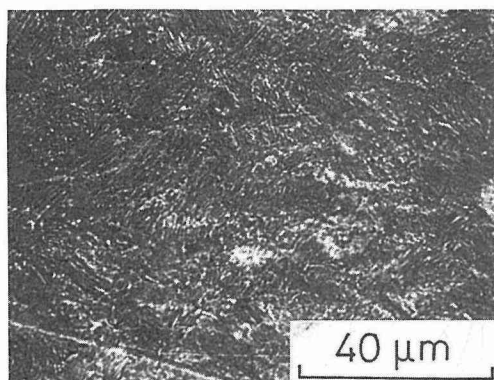


図4 酸素ガス混合比0の条件における加工表面のSEM写真

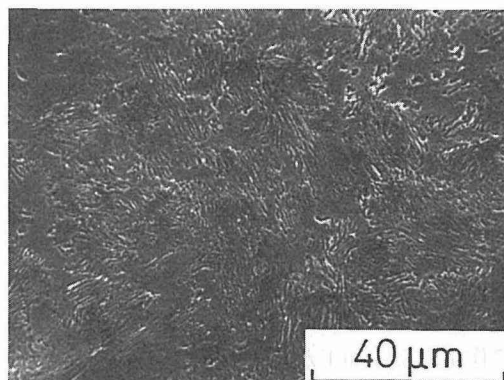


図5 酸素ガス混合比0.09の条件における加工表面のSEM写真

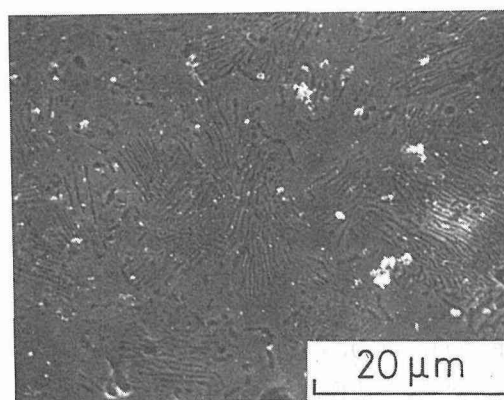


図6 酸素ガス混合比0.2の条件における加工表面のSEM写真

鋼表面は、生成された塩化鉄により茶褐色に変色するが、酸素ガスを混合してエッチングすると、混合比が高くなると塩化鉄の茶褐色を呈せず、青味がかった濃いねずみ色を呈しているが、エッチング表面をキムワイプ等で拭い取ると、Ar ガスで処理した後⁴⁾のように白い金属色があらわれる。

図4は、フロン-12 ガスと酸素ガスの混合比がゼロの条件における、エッチング後の加工表面のSEM写真である。明らかにパーライトの部分が盛り上っており、これらが表面あらしを悪くしている。

図5は、酸素ガスの混合比の0.09の条件における加工表面のSEM写真で、図4と比べるとフェライトとパーライトの間の高低差が小さくなっており、表面さらさの改善が見られる。

図6は、酸素ガスの混合比が0.2である、加工表面のSEM写真で、加工表面の著しい凹凸がなくなり、パーライトのラメラ組織が平坦化されて、まるで結晶粒界のように観察される。

このようにフロン-12 ガス中に酸素ガスを混合して反応性スパッタ・エッチングを行なうと、イオン衝撃によりセメンタイト中で鉄と炭素の結合が解放され、つづいてプラズマ中に発生した酸素ラジカルが、パーライト組織中のセメンタイトの炭素と結合して、鉄と塩素ラジカル⁴⁾の結合を助ける作用をすると考えられ、またイオン衝撃による酸化もあると考えられる。つぎに混合される酸素の量が増すにしたがい、表面あらしは改善されるが、ガス全圧を一定にした本実験では、

あまり酸素の量が多くなると、フロン-12 ガスの絶対量の減少に加えて、加工表面の酸化が進み、酸化膜の被膜のために鉄と塩素ラジカルが反応がおさえられ、エッチ速度の急激な減少をもたらすものと考えられる。

4. 結 論

本研究はフロンガスによる炭素鋼の反応性スパッタ・エッチングを行ない、その反応ガス中に酸素ガスを混合することによる効果について、実験検討した結果、つぎのような結論が得られた。

- (1) フロン-12 ガスと酸素ガスの混合比が 0.09 を越えると、急激にエッチ速度が減少し、混合比が 0.4 以上になるとエッチ速度はほぼゼロになる。
- (2) 加工面の表面あらさは酸素ガス混合比が 0.2 までの間、ほぼ直線的に急激に減少するが、混合比が 0.4 を越えると表面あらさは前加工面あらさに近づく。
- (3) フロン-12 ガスに酸素ガスを混合して炭素鋼を反応性スパッターエッチングする場合、加工能率を下げずに表面あらさを改善する混合比は 0.09 の値であることを見出した。

参 考 文 献

- 1) 伏木薫：日経エレクトロニクス, Vol.1, No.10 (1977)
- 2) S.Krongelb : J.Vac. Sci.Technol. Vol.16, No.2 (Mar/Apr. 1979)
- 3) T.T.Foxe : J.Vac. Sci. Technol. Vol.19, No.4 (Nov/Dec, 1981)
- 4) T.Yuhta, M.Nakajima and T.Satoh : Bull. JSPE Vol.17, No.1 (Mar.1983)
- 5) T.Yuhta, J.Osanai and T.Satoh : Bull. JSPE Vol.19, No.1 (Mar.1985)
- 6) K.Tsunoyama : J.J. Appl. Phys Vol.15, No.2 (Feb.1976)
- 7) K.M.Eisele; J.Electrochem. Soc; January. (1981)
- 8) Daniel.L.Flamm : Solid State Technology/April (1979)
- 9) 三宅正二郎：精密機械 48 巻 2 号