

## [研究論文] スパッタ法による MgO 薄膜の作製と放電特性

三栖貴行<sup>1</sup>・杉本真教<sup>2</sup>・浪江正宗<sup>3</sup>・後藤みき<sup>1</sup>・荒井俊彦<sup>1</sup>

1 電気電子情報工学科

2 博士前期課程電気電子工学専攻 (現・株式会社アルバック)

3 博士前期課程電気電子工学専攻

## Fabrication of MgO thin films deposited by sputtering and their discharge properties

Takayuki MISU<sup>1</sup>, Masanori SUGIMOTO<sup>2</sup>, Masamune NAMIE<sup>3</sup>, Miki GOTO<sup>1</sup>, Toshihiko ARAI<sup>1</sup>

## Abstract

MgO thin films have been deposited on quartz glass substrates by RF magnetron sputtering using a MgO target in Ar/O<sub>2</sub> mixture gas. The films were evaluated using scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX). The columnar structure of cross sections for MgO films deposited by the sputtering gas of Ar/O<sub>2</sub> mixture becomes clearly with O<sub>2</sub> percentage increase. The breakdown voltages for electrodes of MgO films were measured under various Ne pressures by the V-Q Lissajous method. The breakdown voltages for MgO films deposited in Ar/O<sub>2</sub> mixture decreases with O<sub>2</sub> percentage increase.

Keywords: MgO thin films, sputtering, Breakdown voltage, Cold cathode, LCD backlighting

## 1. まえがき

液晶テレビ画面の大型化により液晶ディスプレイ用バックライト光源に用いられている冷陰極蛍光ランプの低消費電力化が望まれている。MgO はプラズマディスプレイの電極材料として用いられている。その理由は二次電子放出係数が大きく、耐イオン衝撃によることが知られている<sup>1,2)</sup>。MgO の電子放出特性に着目し、液晶バックライトの電極材料への応用を検討した。その結果電極に用いた MgO 単結晶 (111) 板の表面状態を粗くすると放電開始電圧が減少し、低電圧駆動の一つの手がかりを得た<sup>3)</sup>。

MgO 薄膜の製法で Ar/O<sub>2</sub> 混合比による MgO の堆積条件を変えたときの放電特性についての研究はほとんど行われていない。

そこで本研究では RF マグネトロンスパッタ法を用いて MgO 薄膜電極を作製し、その表面・断面形状と放電開始電圧の関係を検討したので報告する。

## 2. 実験装置および測定方法

図 1 に MgO 成膜に使用した RF マグネトロンスパッタ装置を示す。アノードとカソード直径の寸法はそれぞれ 40mm、80mm である。電極間距離は 50mm である。成膜には Ar/O<sub>2</sub> 混合ガスを使用した。ガス圧力は 0.5~10Pa、ガス流量は 5sccm とし、RF 電力は 100W を印加した。ターゲットには

MgO 焼結体を使用した。基板には 10mm 角、厚さ 0.3mm の石英板を用いた。MgO を堆積するとき基板は加熱しなかった。成膜中の基板温度は室温から約 200℃に上昇した。プラズマ中の発光スペクトル強度は光ファイバーを用いて光マルチチャンネル検出器 (HR4000) で測定した。堆積速度は堆積時間と MgO 膜厚とから算出した。透過率は分光光度計を用いて測定した。MgO 薄膜の微細構造観察は走査型電子顕微鏡 (SEM)、組成分析にはエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) を使用した。Ne ガス中での MgO 薄膜電極の放電開始電圧は電極間隔を 2mm 一定とし、V-Q リサージュ法<sup>4,5)</sup>により測定した。

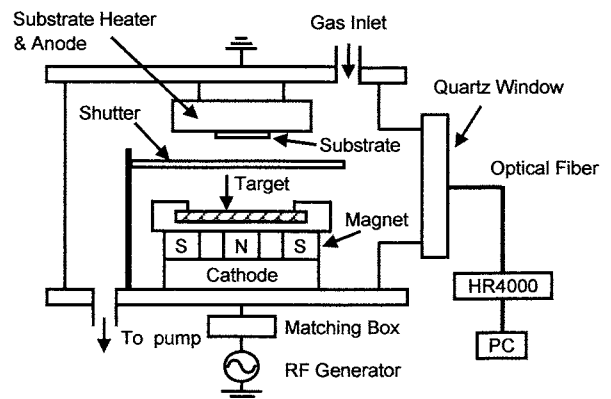


Fig.1 Schematic diagram of sputtering system.

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 MgO の堆積速度

図2はMgOの堆積速度とスパッタリングに用いたガス圧力との関係を示す。堆積速度はAr単ガスを用いたときが高くなり、ガス圧力の増加とともに減少した。

図3はAr/O<sub>2</sub>全ガス圧力0.5PaのときのMgOの堆積速度とO<sub>2</sub>濃度との関係を示す。スパッタリングガスArにO<sub>2</sub>濃度が10%以上添加でMgOの堆積速度は急激に減少した。

#### 3.2 MgO 薄膜の透過率

図4は石英基板上に500nm堆積させたMgO薄膜の可視域での透過率を示す。ガス圧力0.5PaのときのAr単ガス、Ar/20%O<sub>2</sub>混合ガス、O<sub>2</sub>単ガス中で得られたMgO薄膜である。比較するため石英基板(厚さ0.5mm)の透過率も一緒に示す。Ar/20%O<sub>2</sub>以上の混合ガスでは80%以上の透過率を示した。Ar単ガスでの得られたMgO薄膜の透過率はO<sub>2</sub>ガスを添加したものより40%減少した。

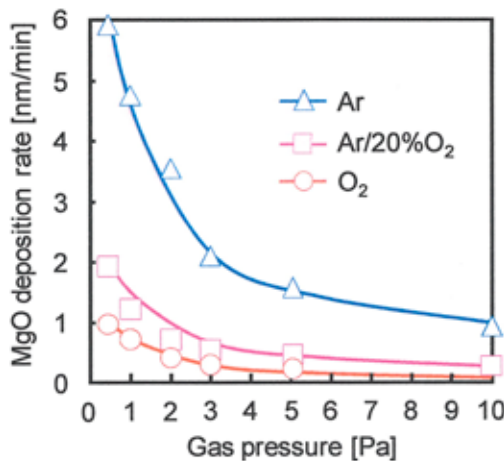


Fig.2 MgO deposition rate as a function of gas pressure.

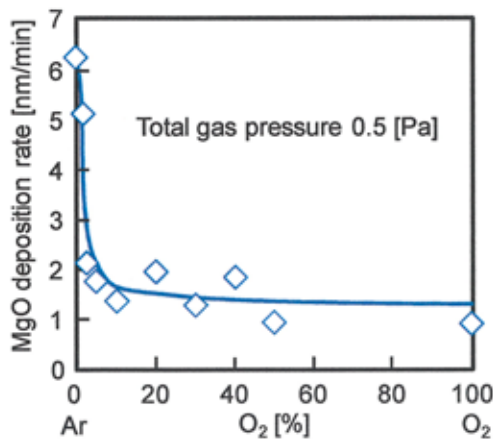


Fig.3 MgO deposition rate as a function of O<sub>2</sub> concentration.

#### 3.3 MgO 薄膜の表面・断面形状

図5はAr, Ar/20%O<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>ガスを用いてSi基板上に1~1.5 μm堆積させたMgO薄膜のSEM写真を示す。断面の柱状結晶は、O<sub>2</sub>ガス濃度の増加に伴い、その形状が明瞭になっている。この柱状結晶は基板界面から直接成長しており、O<sub>2</sub>ガス濃度が大きい方が鋭くなっている。一方、Ar単ガスでは不連続な柱状結晶が形成されている。

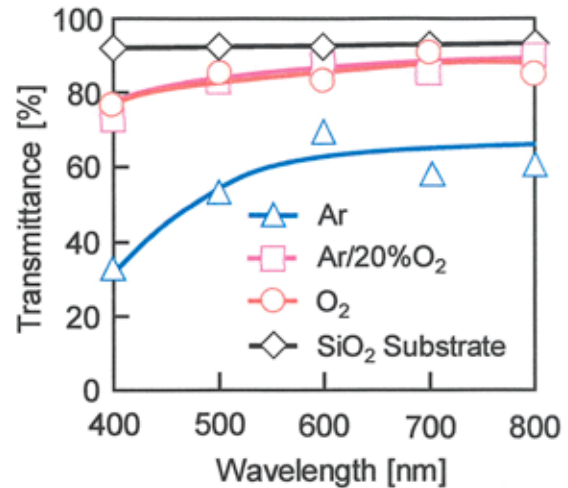


Fig.4 Optical transmittance of MgO thin films.

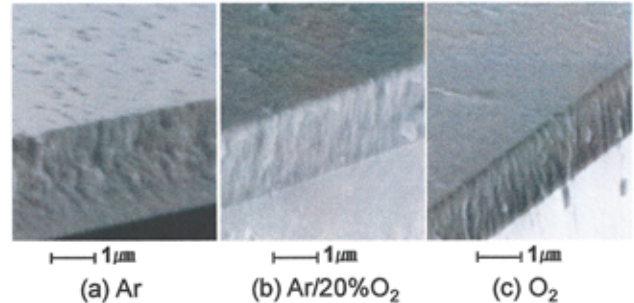


Fig.5 SEM micrographs of MgO films.

#### 3.4 膜質の検討

MgO成膜のときターゲットを止めているステンレス材料が混入するかを調べるためにスパッタリングに用いたガスプラズマの発光スペクトルを図6に示す。ターゲットを設置せずArガス放電で鉄(Fe)スペクトルが確認された。ターゲットを設置しArガス放電ではMgスペクトルが現れ、Feスペクトルも若干現れる。O<sub>2</sub>を添加すると、Feのスペクトルは検出されず、20%O<sub>2</sub>添加でMgの発光強度が1/3に減少した。O<sub>2</sub>単ガスではMgとO<sub>2</sub>スペクトルだけが測定されMg発光強度は1/6に減少した。この結果から堆積速度はMg発光強度に依存している。Ar単ガスで作製した膜は鉄などの不純物が混入していると推測できる。

図7はAr, Ar/20%O<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>ガス中でスパッタリングして得られた MgO 薄膜についてエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) による薄膜の組成比(原子量%)の比較を示す。

Ar/20%O<sub>2</sub>混合ガス、O<sub>2</sub>単ガスで成膜された MgO 薄膜は Mg と O の比率がほぼ等しかった。Ar 単ガスで成膜された MgO 薄膜では重金属 (Fe, Cr) が約 10%含まれていた。Ar/20%O<sub>2</sub>混合ガス、O<sub>2</sub>単ガスでは Ar 単ガスに比べ金属不純物の量が 1/10 以下に減少した。これは O<sub>2</sub>ガス混合によりイオンエネルギーが低下したためによるとみられる。

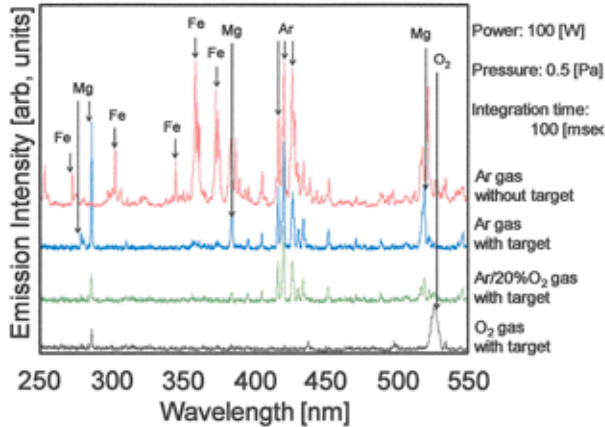


Fig.6 Optical emission spectroscopy.

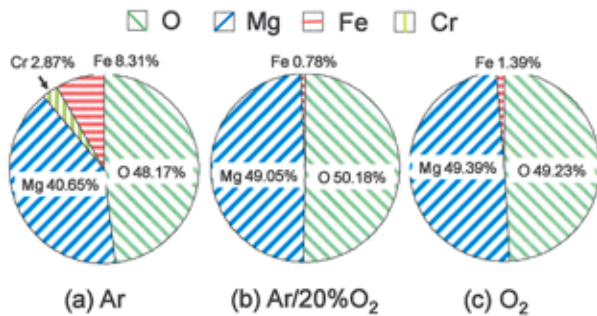


Fig.7 EDX quantitative analysis.

### 3.5 放電特性

図8はスパッタリングガス Ar に O<sub>2</sub>を添加し、作製した MgO 薄膜電極での放電開始電圧とガス圧力×電極間距離 ( $p \cdot d$ ) の関係を示す。放電に用いたガスは Ne である。放電開始電圧は各サンプル電極とも  $p \cdot d$  値が 4 Torr·cm ( $5.2 \times 10^3$  Pa·mm) で最小を示した。

図9は  $p \cdot d = 8$  Torr·cm ( $1.1 \times 10^4$  Pa·mm) のときの放電開始電圧と O<sub>2</sub>濃度との関係を示す。Ar/20%O<sub>2</sub>ガス中で得られた MgO 薄膜電極での放電開始電圧は低下し、O<sub>2</sub>単ガス中で得られたものとほぼ同じ値になった。

この結果 Ar/O<sub>2</sub>混合ガス中でスパッタリングして得られた MgO 薄膜の放電開始電圧の減少は不純物を含まない、明

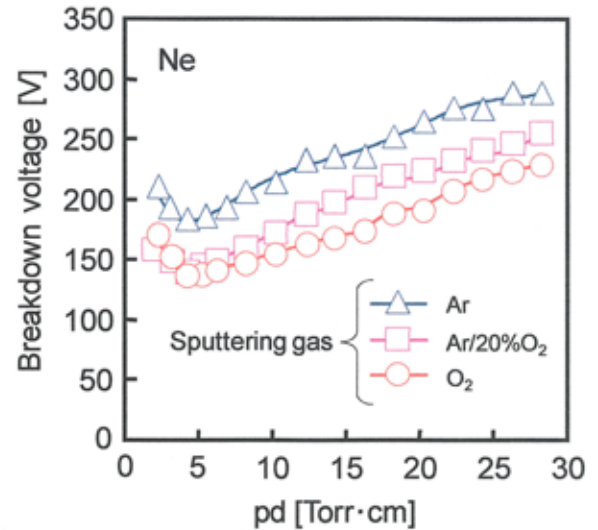


Fig.8 Breakdown voltage as a function of  $p \cdot d$ .

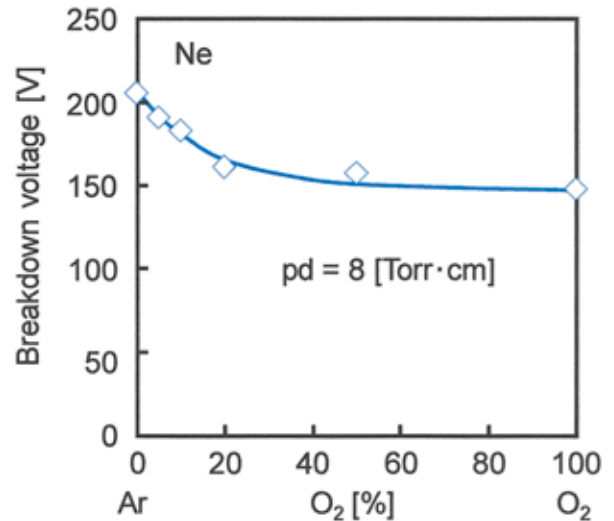


Fig.9 Breakdown voltage as a function of O<sub>2</sub> concentration.

瞭な柱状構造によるものと思われる。

### 4. まとめ

RF マグネトロンスパッタ法により MgO 薄膜を作製し、膜構造および放電特性を検討し、以下の結果を得た。

- (1) スパッタリングガス Ar に O<sub>2</sub>を添加すると成膜速度は顕著に減少し、透過率は高くなる。
- (2) O<sub>2</sub>を添加することにより、基板界面から明瞭な柱状結晶が成長する。また Fe などの不純物が混入しない。
- (3) Ar/O<sub>2</sub>混合ガス中でスパッタリングして得られた MgO 薄膜電極での放電開始電圧は Ar 単ガスのものより低下する。

## 参考文献

- [1] E.-H. Choi, J.-Y. Lim, Y.-G. Kim, J.-J. Ko, D.-I. Kim, C.-W. Lee and G.-S. Cho: Secondary electron emission coefficient of a MgO single crystal, *J. Appl. Phys.*, **86**, 6525, (1999).
- [2] G. Auday, Ph. Guillot and J. Galy: Secondary emission of dielectrics used in plasma display panels, *J. Appl. Phys.*, **88**, 4871, (2000).
- [3] T. Misu, M. Sugimoto, M. Goto and T. Arai: Discharge characteristics of MgO in Ne for liquid crystal display back-lighting electrode, *IEEJ Trans. FM*, **127**, 549 (2007).
- [4] P. K. Bachmann, V. van. Elsbergen, D. U. Wiechert, G. Zhong and J. Robertson: CVD diamond: a novel high  $\gamma$ -coating for plasma display panels?, *Diamond Relat. Mater.*, **10**, 809 (2000).
- [5] T. Tamida, A. Iwata and M. Tanaka: Discharge Measurements of ac Plasma Display Panels by V-Q Lissajous Figure, *T. IEEE Japan*, **118-A**, 353, (1998).