

シリコンオイル酸化 Si 薄膜膜質へのアニールガスの加湿効果
Humidification effect of annealing gas on quality of silicone-oil Si oxide film

北陸先端科学技術大学院大学 [○]辻埜 太一，堀田 將

Jpn. Adv. Inst. Sci. & Tech. (JAIST) Taichi Tsujino and Susumu Horita

E-mail: s1030052@jaist.ac.jp

はじめに

これまで我々は、シリコンオイル(S.O.)とオゾンガス(O₃)との熱分解反応を利用した常圧 CVD 法による酸化 Si 薄膜の低温作製とその膜質について報告してきたが^[1]、膜中にある残留 OH 基量の充分な除去には、400 °C 以上の高温処理が必要となる。そこで、より低温で簡便な熱処理法として、加湿した N₂ ガスアニールを検討したので、その結果について報告する。

実験方法

図 1 に、実験装置の模式図を示す。酸化 Si 薄膜の堆積は、堆積装置内に 200 °C で加熱した n 型(111) Si 基板上に、N₂ (1.2 l/min) のキャリアガスにより輸送した 120 °C の S.O. 蒸気と、O₂ ガス(1.0 l/min) をオゾナイザーにより生成した数 % の O₃ ガス(100 g/m³) とともに常圧で吹き付けることにより行った。堆積膜厚は 30 nm 程度とし、堆積後に FT-IR 測定を行った後、再度、チャンバー内に試料を入れ、乾燥 N₂ ガス、または純水(H₂O) をバブリングした加湿 N₂ ガスにより、1 時間ずつ、計 3 時間まで 200 °C アニールを行った。なお、加湿 N₂ アニールの場合は、前半 30 分を加湿 N₂、後半 30 分を乾燥 N₂ とした。また、アニールガス温度による膜質への影響を見るために、N₂ ガスが通るチャンバー内のシャワーヘッド部の温度(T_h)を 80、150 °C の 2 条件で行った。FT-IR 測定はアニール 1 時間毎に行い、そのスペクトルからの (Si-OH)/(Si-O-Si) ピーク積分強度比を算出して、膜中の OH 基量を相対的に評価し、各条件での値を比較した。

実験結果

図 2 に、 $T_h = 80, 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ における、乾燥および加湿 N_2 アニール 3 時間後の酸化 Si 薄膜の FT-IR スペクトルを示す。 1070 cm^{-1} 付近のピークは、Si-O-Si 結合に起因するものであり、 940 cm^{-1} 付近は Si-OH 結合に起因するものである。

図3に、(Si-OH)/(Si-O-Si)ピーク積分強度比のアニール時間依存性を示す。白塗印は乾燥、黒塗印は加湿 N_2 アニールのものであり、また、四角形は $T_h = 80^\circ C$ 、三角形は $T_h = 150^\circ C$ のものである。乾燥 N_2 アニールに関しては、 $T_h = 80^\circ C$ 、 $150^\circ C$ では、値は多少異なるものの、ほぼ同じような傾向を示しており、 N_2 ガスを加熱した有意な効果はないものと考えられる。それに対し、加湿 N_2 アニールの場合では、図中の矢印で示しているように、加熱温度を $80^\circ C$ から $150^\circ C$ に上げると、わずか1時間で乾燥 N_2 に比べて急激に積分強度比が減少していることがわかる。 $80^\circ C$ では、加湿により乾燥のものに比較して逆にアニール効果が低くなるが、 $150^\circ C$ では、3時間後の値自体は乾燥のものと同程度のもので、より短時間での膜中 OH 基の脱離には大きな効果を示している。このことから、 T_h をさらに高温にすれば、この効果がより促進され、より短時間での OH 基量の除去が期待できる。

おわりに

当日の講演では、 T_h をさらに高温にした場合の (Si-OH)/(Si-O-Si)ピーク積分強度比などについても報告する。

参考文献

[1] 辻埜 太一ら: 2012 年春季応用物理学会学術講演会 15p-GP1-3.

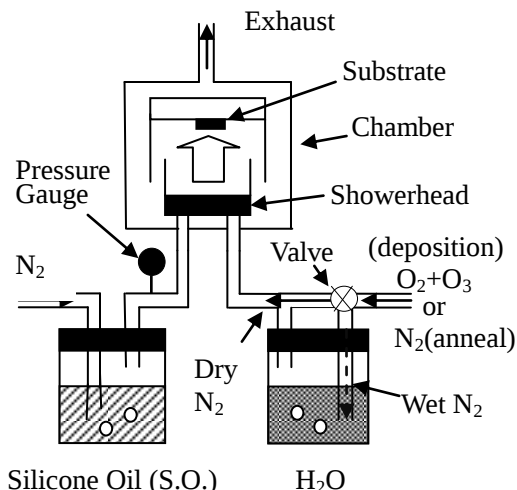


図 1 堆積装置の模式図

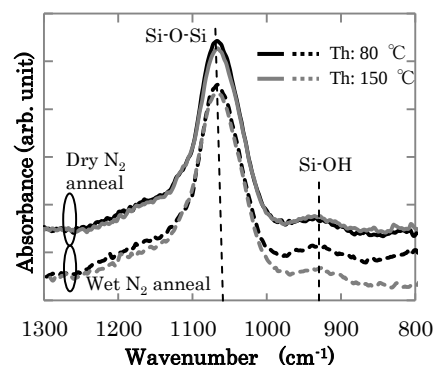


図2 3時間アニール後のFT-IR
スペクトル

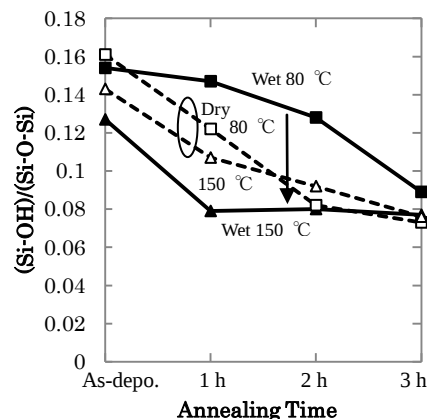


図3 (Si-OH)/(Si-O-Si)ピーク
積分強度比のアニール時間
依存性