

19a-D2-10

メニスカス力による大面積転写技術を用いて形成された PET 基板上単結晶シリコン膜の密着性改善

Improvement of Adhesion of Single Crystalline Silicon Films on PET Substrate
Formed by Using Meniscus Force-Mediated Large Area Layer-Transfer Technique

広大院先端研 °中村 将吾, 酒池 耕平, 赤澤 宗樹, 東 清一郎
Graduate School of Advanced Sciences of Matter, Hiroshima University
°S. Nakamura, K. Sakaike, M. Akazawa, and S. Higashi
E-mail : semicon@hiroshima-u.ac.jp

序>これまでに、メニスカス力を用いた大面積中空構造 SOI 層の低温転写(MLT)技術を提案し、ポリエチレンテレフタレート(PET)基板上に単結晶シリコン(c-Si)膜(30 mm × 30 mm)が転写前の形状を完全に維持したまま転写可能であることを報告してきた[1,2]。しかしながら、本転写技術により形成された c-Si 膜は PET 基板と密着性が弱く転写 Si 膜をデバイス応用する為には、密着性改善が必要である。本研究では PET 基板上に転写形成した c-Si 膜のポストアニール(PA)による密着性改善及び PET/c-Si 界面での化学結合状態を確認したので報告する。

実験>SOI 層(c-Si(100)膜)をフォトリソグラフィ、ドライエッチング(CDE)により $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ の開孔を距離 $22\ \mu\text{m}$ の間隔で千鳥状に配置した形状にパターンニングした。次に、25 %の HF で SiO_2 を等方性エッチングすることにより SiO_2 柱に支えられた中空構造 SOI 層を作製した。この中空構造 SOI 層と PET 基板間に純水を介在させ、ホットプレートを用いて $90\ ^\circ\text{C}$ で 10 分間加熱した。この時、中空構造 SOI 層が PET 基板に転写することを確認している。その後、密着性改善を目的に PET 基板上転写 c-Si 膜をガラス転移温度(110°C)以上で加熱した。PET 基板はガラス転移温度以上で基板表面に存在する芳香環が再配列することが報告されている[3]。この性質を利用して転写後に PET 基板上 c-Si 膜をガラス転移温度以上で再加熱することにより、PET/c-Si 界面の化学結合状態が変化し、PET 基板と c-Si 膜の密着性改善に期待ができる。最後に、基板を分離した。

結果及び考察>PA 前後での c-Si 膜と PET 基板との密着力をテープ試験(粘着力: $0.27 \sim 3.92\ \text{N}/10\ \text{mm}$)により確認した。PA 前では、粘着力 $0.27\ \text{N}/10\ \text{mm}$ のテープを用いた場合、c-Si 膜は PET 基板から完全に剥離した。一方、ガラス転移温度以上で PA を行ったサンプルでは粘着力 $3.92\ \text{N}/10\ \text{mm}$ のテープを用いた場合でも c-Si 膜は剥離しなかった。これらの結果から、PA をすることにより c-Si 膜と PET 基板の密着性は大幅に改善することがわかった。次に、PA 後における PET/c-Si 界面の化学結合状態をフーリエ変換赤外分光分析全反射(FTIR-ATR)法により調査した。測定前に Si プリズムと PET 基板間に水を介在させ過熱することで密着性が向上したサンプルの状態を模擬的に再現すると、Si プリズムと PET 基板は転写膜の場合と同様に強く密着していることが確認された。この状態で Fig. 1 に示すようにサンプルを測定した。Fig. 2 に Si プリズムと PET 基板との間に水を介在させ加熱処理 ($90\ ^\circ\text{C}$ 10 分間 + $150\ ^\circ\text{C}$ 60 分間) をした後、水を介在させずに加熱処理をした後、及び水を介在させずに加熱処理も行っていない状態でのスペクトルをそれぞれ示す。これらスペクトルはリファレンス試料として酸化膜の付いた Si プリズムを用いている。Si プリズムと PET 基板との間に水を介在させ加熱処理をした後のスペクトルでは他の条件と比較して Si-H ピークの強度が減少していることがわかる。一方、 $1000 \sim 1100\ \text{cm}^{-1}$ 付近の Si-O-C ピークが増加していることがわかる。これは、加熱処理前に表面が C=O 及び Si-H 結合であった PET 基板及び Si プリズムが水を介在させ加熱処理を行うことで PET 基板の C=O の二重結合が切れ、Si-O-C 結合に変化した可能性を示唆しており(Fig. 3)、PA 後における密着性の改善はこの結合が形成されたためだと考えられる。

結論>転写形成したPET基板上c-Si膜をPET基板のガラス転移温度以上でPAをすることで、密着性の改善を確認した。また、PET/c-Si界面では加熱処理をすることによるSi-O-C結合の形成が確認された。

謝辞>本研究の一部は広島大学ナノデバイス・バイオ融合科学研究所の施設を用いて行われ、最先端・次世代研究開発支援プログラム(NEXT プログラム)の下に行われた。文献>[1] 中村 他, 第 74 回秋季応用物理学会学術講演会, 18a-A4-3. [2] S. Nakamura, et. al., Technical digest of 23rd PVSEC (2013) 1-O-33. [3] J. F. Silvain, et. al., Thin Solid Films 221 (1992) 114 -119.

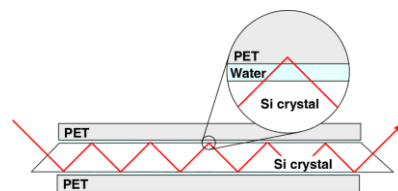


Fig. 1. Schematic illustration of infrared measurement optical path.

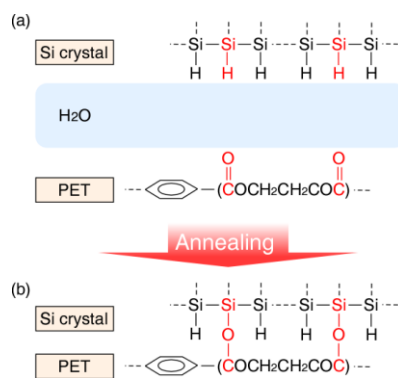


Fig. 3. Schematic illustration of possible mechanism of surface chemical interaction (a) before and (b) after annealing.

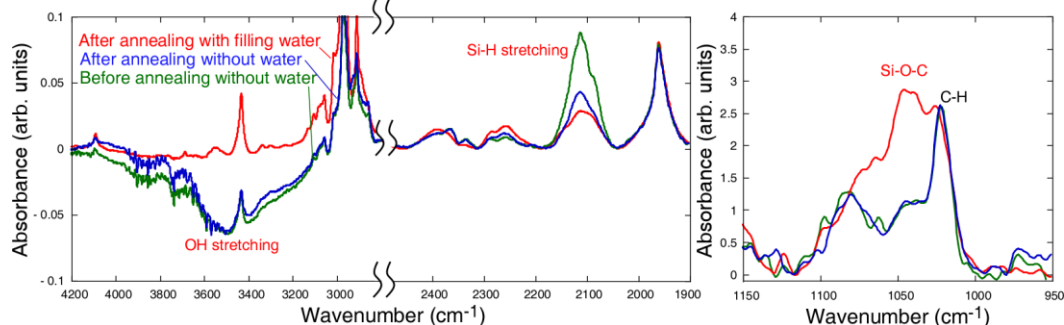


Fig. 2. FTIR-ATR spectra after annealing ($90\ ^\circ\text{C}$ for 10 minutes and $150\ ^\circ\text{C}$ for 60 minutes) with filling water between Si crystal and the PET substrate, after annealing without water, and before annealing without water.