

高感度水素検出用昇温脱離ガス分析装置の開発 — 酸化物半導体薄膜中の微量水素濃度決定への適用 —

Development of high hydrogen-sensitive thermal desorption spectroscopy system

- Application to quantitative analysis of low hydrogen-concentration in oxide semiconductor thin films -

○半那 拓¹、平松 秀典^{1,2}、坂口 勲³、細野 秀雄^{1,2}

(1. 東工大 元素戦略研、2. 東工大 フロンティア材料研、3. 物材機構)

○Taku Hanna¹, Hidenori Hiramatsu^{1,2}, Isao Sakaguchi³, Hideo Hosono^{1,2}

(1. MCES, Tokyo Tech, 2. MSL, Tokyo Tech, 3. NIMS)

E-mail: taku@lucid.msl.titech.ac.jp

【背景・目的】半導体中の水素は、物性に大きな影響を及ぼすことから、これまで様々な定量分析が行われてきた [1,2]。近年、酸化物半導体「薄膜」中の水素は、薄膜トランジスタ特性との関係が注目され始めており、2 次イオン質量分析法 (SIMS) や昇温脱離ガス分析装置 (TDS) による定量が既に行われている [3]。しかし、薄膜試料中の高感度な水素の定量分析に適用される SIMS や共鳴核反応法などは、約 10^{18} atom/cm³ が検出限界であり [4,5]、現在制御可能な試料中の最低濃度を上回っている。そのため、より水素高感度な分析手法の開発が急務である。本研究では、水素高感度でかつ定量分析が可能な革新的な TDS 装置の開発を行ったので報告する。

【装置開発と性能】従来の TDS における水素の検出限界は、主に (i) 測定室中の高い残留水素分圧と、(ii) 質量分析器の低い検出感度によって決まっていた。そこで、まず (i) の低減のため、(i) 測定室の材料 (BeCu 製) の選定、(ii) 超低ガス放出質量検出器 (WATMass, 真空実験室製) の採用、(iii) 加熱ステージの最適化を行い、測定室の到達真空度が 10^{-9} Pa 台以下の低残留水素化に成功した。そして、(ii) については、(ii)だけでなく、(iv) 測定室の小型化、(v) 真空排気速度の抑制 (1 L/s (N₂)) によって克服した。

定量分析のための検量線は、水素をイオン注入した Si 基板と、H₂ および D₂ ガスを用いて作成した。

$m/z=2$ シグナルの S/N 比から見積もった本 TDS 装置の水素感度は、従来の市販の TDS と比較し 1300 倍以上高く、この結果は $1\ \mu\text{m}$ 厚の「薄膜」試料から、 10^{16} atom/cm³ の水素の定量分析が可能であることを示しており、本 TDS 装置の高い水素検出感度と定量精度を実証した。

【実験】実際に SIMS では検出限界以下の水素濃度である 5.5×10^{17} atom/cm³ を含むアモルファス InGaZnO₄ 薄膜中の水素濃度の定量分析に成功し、その性能を証明した (図 1)。

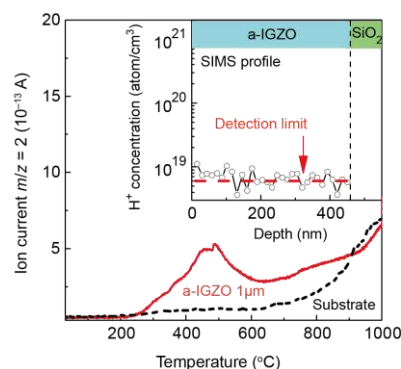


Figure 1. TDS (main) and SIMS (inset) spectra of an amorphous InGaZnO₄ thin film with low H₂ concentration.

【参考文献】 [1] T. Shimizu, J. Non-Cryst. Solids 59, 117 (1983). [2] M. H. Brodsky et al. PRB 16, 3556 (1977). [3] T. Miyase et al. ECS J. Solid State Sci. Technol. 3, Q3085 (2014). [4] M. H. Brodsky et al. APL 30, 561 (1977). [5] G. J. Clark et al. APL 31, 582 (1977).