

液体前駆体を用いた ALD 法による二硫化タングステン薄膜成長 (2)

Thin film growth of tungsten disulfide by ALD using liquid precursors (2)

埼玉大院理工 [○]池田 幸弘, 上野 啓司Saitama Univ. [○]Yukihiro Ikeda and Keiji Ueno

E-mail: y.ikeda.583@ms.saitama-u.ac.jp

【序論】金属を M (M = Mo, W), カルコゲンを Ch (Ch = S, Se, Te)とした時, 組成式 MCh_2 で表される層状物質である 6 族遷移金属ダイカルコゲナイドは, その多くがバンドギャップを持ち, 低消費電力 FET 等の素子応用を目指した研究が幅広く行われている。それらの中で, 本研究では二硫化タングステン WS_2 の薄膜成長を, 比較的安全な液体前駆体を用いた原子層堆積(ALD)法により試みている。前回^[1]に引き続き, 今回は成長条件の改善や, ラマン分光等の詳細な解析について報告する。

【実験】 WS_2 の ALD 成長では, W 前駆体として $(t\text{-BuN})_2W(NMe_2)_2$, S 前駆体として $(t\text{-C}_4\text{H}_9)_2S_2$ を用いた。ALD 装置は前回の報告と同一である。W, S 各前駆体容器は 80°C と 60°C に, 配管系は 140°C に加熱した。予め洗浄とオゾン処理を施した 285 nm 酸化膜付 $p^+\text{Si}$ 基板を ALD 成長炉に入れ, 400°C に加熱した後 ALD サイクルを開始し, WS_2 薄膜を堆積した。ALD サイクルは, W 前駆体パルス供給 (150 ms), S 前駆体パルス供給 (800 ms), 真空引き (10000 ms), Ar + H_2 パージ (1000 ms), 真空引き (25000 ms) の条件で, 250 サイクル行った。また確実に二つの前駆体を基板の上に堆積させ, お互いを反応させるために, 前駆体パルス供給中, そして供給後 25 秒間は真空排気を閉じた。ALD サイクルが終了した後, 全装置を常温まで自然放冷し, 基板を取り出した。得られた WS_2 薄膜は, 光学顕微鏡, 顕微ラマン分光, 原子間力顕微鏡 (AFM) 及び X 線光電子分光 (XPS) により評価した。

【結果・考察】得られた薄膜のラマンスペクトルを Fig. 1 に示す。ピークが 353 cm^{-1} と 417 cm^{-1} に観測され, 既報告^[2]の WS_2 単結晶膜の $2LA(M)/E^{1_{2g}}$ モードと A_{1g} モードに一致している。両ピーク半値幅は前回報告より減少しており, 今回の条件でより結晶性に優れた WS_2 が成長していることがわかる。この WS_2 薄膜の内殻励起 XPS スペクトルを Fig. 2 に示す。ピーク解析から, W, S とともにほぼ単一の化学状態であり, また薄膜の組成比が $W:S:N = 31.8 : 66.6 : 1.6$ で, ほぼ化学量論比の WS_2 薄膜成長が実現していることが判明している。当日は ALD 成長薄膜を用いた FET 素子形成についても報告する。

[1] 2017 年 第 78 回応用物理学会秋季学術講演会, 6p-C16-16.

[2] Q. V. Le et al., *Phys. Stat. Solidi RRL*, 2014, **8**, 390.

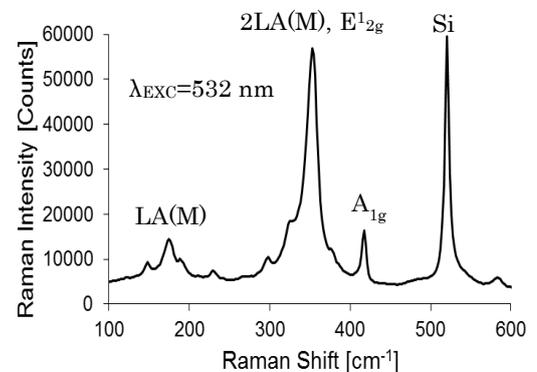


Fig. 1 Raman spectrum of a WS_2 thin film grown by ALD.

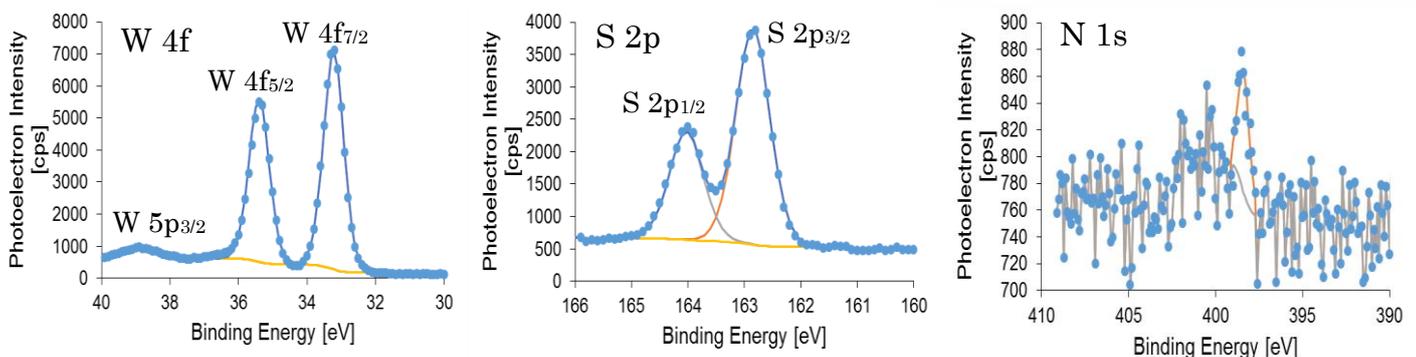


Fig. 2 Core excitation XPS Spectra of a WS_2 film grown by ALD.