

超水素高感度昇温熱脱離分析装置の開発

Development of highly hydrogen-sensitive thermal desorption spectroscopy system

東工大フロンティア研¹, 東工大元素戦略セ², 物材機構³

○平松 秀典^{1,2}, 半那 拓², 坂口 勲³, 細野 秀雄²

MSL, TITech¹, MCES, TITech², NIMS³, °H. Hiramatsu^{1,2}, T. Hanna², I. Sakaguchi^{1,2}, H. Hosono²

E-mail: h-hirama@mces.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} cm^{-3} 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 (図 1)】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^{-10} Pa 台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 ($1 \text{ L/s (N}_2)$) 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、 H_2 および D_2 ガスを用いて作製した。 $m/z = 2$ 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} cm^{-3} 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 $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ を含むアモルファス InGaZnO_4 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 [6]。

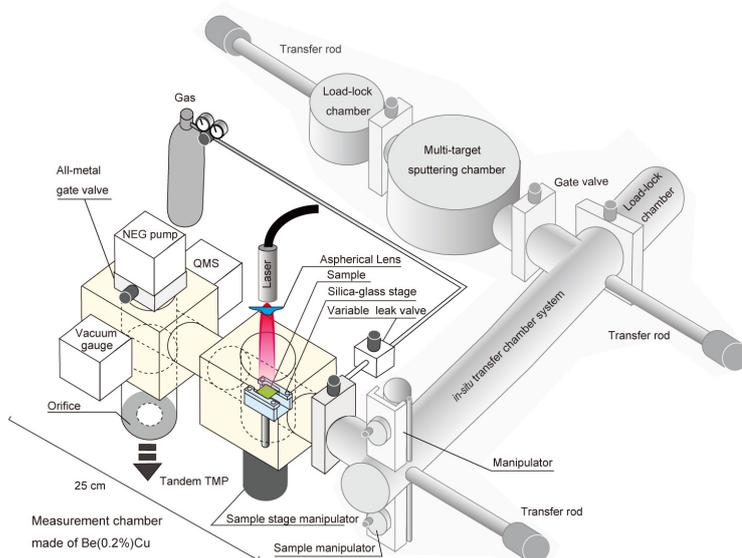


Fig. 1. Schematic illustration of the HHS-TDS system, to which an in situ transfer chamber, manipulators, and an rf magnetron sputtering deposition chamber are connected.

[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). [6] T. Hanna, H. Hiramatsu, I. Sakaguchi, and H. Hosono, *Rev. Sci. Instrum.* 88, 053103 (2017).