

HC-PECVD 成膜された SiO₂ 薄膜の残留応力と赤外透過率測定

Residual Stress and IR Transmittance of SiO₂ Thin Films Coated with HC-PECVD

光融合技術協会¹, 宇都宮大学工², [○]大谷 毅¹, 大桐 巧², 依田 秀彦²

AIOT¹, Utsunomiya Univ.², [○]Tsuyoshi Otani¹, Takumi Ogiri², Hidehiko Yoda²

E-mail: totani@mti.biglobe.ne.jp

1. はじめに

HC(Hollow Cathode)-PECVDを用いて高密度 SiO₂ 膜の成膜条件を検討している. スパッタ同等の高密度膜を成膜するには, 膜内の残存炭素量に対シリコン原子数比 2%程度以下にする必要があることを報告した¹⁾. 一方, 高密度かつ高硬度な膜は残留応力が大きくなるため, 薄いプラスチックフィルムへの成膜が難しくなる.

今回, 屈折率が顕著に異なる2条件で SiO₂ 膜を成膜し, 残留応力の関係, 膜内原子の化学結合状態について分析したので報告する.

2. SiO₂ 成膜および測定結果

(a) SiO₂ 成膜条件

前回の報告¹⁾で屈折率(膜充填率に相当)と膜硬度の違いが顕著であった2つの成膜条件, および膜物性を, 表1に示す. O₂ガスと TMDSO ガスの流量比(①600/12, ②600/30)を変えて, 2試料を作製した.

Table 1 Characteristics of SiO₂ Coated on Glass substrate

試料	O ₂ (sccm)	TMDSO (sccm)	圧力 (Pa)	放電電力 (kW)	屈折率	鉛筆硬度 (H)	XPS分析 C/Si (%) O/Si (%)
00/12	600	12	1.5	3.0	1.461	9	2.3 217
00/30	600	30	1.5	3.0	1.438	7	5.6 206

(b) 残留応力測定

短冊状のガラス基板(50mm×5mm×0.03mm¹, SCHOTT社製 D263T, ヤング率 72.9 kN/mm², ポアソン比 0.208)上に, 表1の条件にて SiO₂ 膜(500nm¹)を成膜した. 次に成膜試料の反り量を片持ち梁法²⁾にて測定し, 残留応力に換算した. 残留応力の経時変化を Fig.1 に示す. 残留応力は成膜直後の数時間中に変化し, 24 時間以降ほぼ一定となった. 試料 600/12 では -80MPa(圧縮応力), 試料 600/30 では +20MPa(引張応力)にて安定した. PECVD で成膜した SiO₂ 膜の残留応力値は, スパッタ SiO₂ 膜や蒸着 SiO₂ 膜の値より一桁以上小さい.

(c) 赤外スペクトル測定および化学結合同定

Si 基板(0.53mm¹)上に, 表1の条件にて SiO₂ 膜(600nm¹)を成膜した. FT-IR を兼ねた赤外分光エリプソメータ(J.A. Woollam 社, IR-VASE)にて Si 基板と SiO₂ 膜/Si 基板の各透過スペクトル $T_{\text{sub}}(\lambda)$, $T_{\text{SiO}_2}(\lambda)$ を測定した. さらに透過率比 $T_{\text{SiO}_2}/T_{\text{sub}}$ に換算し, 吸収ピークから化学結合の同定を行った. 結果を Fig. 2 に示す. なお化学結合の同定には, PECVD で成膜された SiO₂ の赤外吸収スペクトルに関する先行研究³⁾を参照した.

Fig. 2 のスペクトルより以下の傾向が見られる:

- 1) 試料 600/12 の Si-O-Si 吸収は(試料 600/30 より)強く, 試料 600/12 の屈折率も高い(表 1). Si-O-Si 吸収と屈折

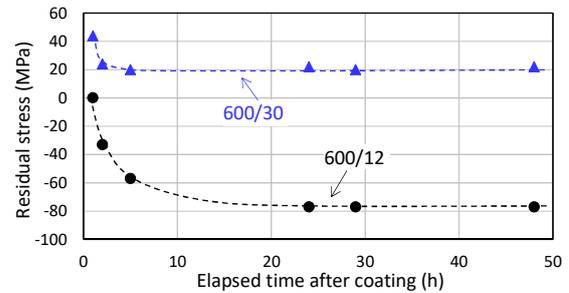


Fig.1 Time dependence of residual stress of SiO₂ coated on glass substrate.

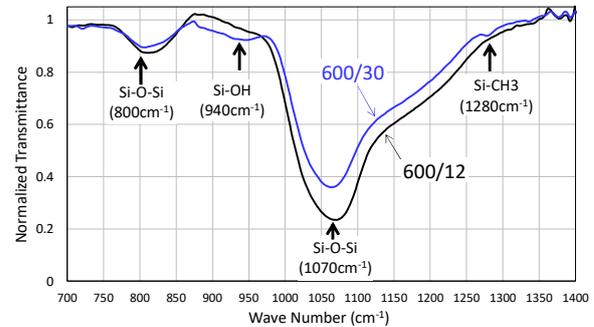


Fig.2 IR transmittance spectra of SiO₂ coated on Si substrate.

率とに相関がみられる.

- 2) 試料 600/30 の Si-CH₃, Si-OH 吸収は(試料 600/12 より)強く, 特に Si-CH₃ 吸収は試料 600/12 に存在せず 600/30 にのみ検出された.

3. 残留応力と化学結合についての考察

試料 600/30 の SiO₂ 膜では, ①残留応力が小さく引張応力であり, ②Si-CH₃ 吸収が検出され, ③Si-OH 吸収が比較的強いことがわかった. また表 1 より, ④屈折率が低く, ⑤膜硬度が小さく, ⑥XPS 分析による残留炭素量が多い.

SiO₂ 膜内に含まれる Si-CH₃ や Si-OH が, 残留応力の発生, 屈折率(膜充填率), 膜硬度に関連していると考えられる. 井上ら⁴⁾によれば, Si-CH₃, Si-OH は酸素プラズマにより酸化あるいは脱水縮合反応を起こす. HC-PECVD において TMDSO 流量, 酸素プラズマ流量, 成膜時圧力を最適化し, Si-CH₃, Si-OH の生成を制御できれば, 膜応力や膜質の制御もより可能になるだろうと考える.

参考文献

- [1]大谷, 依田, 応物学会春季学術講演会, 18a-Z17-11 (2021).
- [2]小島, “現場のスパッタリング薄 Q&A,” 日刊工業新聞社.
- [3]Y. Inoue, et al., Thin Solid films, vol. 341, pp. 47 - 51 (1999).
- [4]井上, プラズマ・核融合学会誌, 76(10), pp. 1068 - 1073 (2000).