

エピタキシャル薄膜成長を利用したマイクロテクスチャ面の創成 ～(100)Si 基板への極低速成長による創成～

国立東京工業高等専門学校 ○尾方 博紀, ◎角田 陽

要 旨

本研究では、分子線エピタキシ(MBE)における自律的な薄膜成長技術を応用し、規則的マイクロテクスチャ面の創成技術を確立することをめざしている。本報では、(100)単結晶 Si 基板上にフォトリソグラフィなどによりパターン形状を付加した後に極低速で Si を自律的成長させた場合について、付加形状と創成テクスチャ形状の関係を実験的に解明し、任意のマイクロテクスチャ面創成技術を確立するための基礎的な知見を得ることを目的とする。

1. はじめに

本研究におけるマイクロテクスチャ面とは、代表寸法が μm 程度オーダーの単位規則形状が規則的に整列した表面のことである。このような規則形状の表面は、はっ水効果、氷雪の付着防止や摺動面での摩擦制御、光の波長反射の制御による太陽電池の高効率化など、さまざまな分野での応用が期待できる。

本研究では分子線エピタキシ(MBE)によるエピタキシャル成長を用い、機械的加工によらないマイクロテクスチャ面の創成技術の確立をめざしている。エピタキシャル成長とは、基板表面の結晶軸に沿って分子オーダーで堆積をさせる結晶成長のことをいう。

本研究で扱うMBEとは、超高真空環境下において、成長物質を方向の揃った分子線にして基板表面に供給し、エピタキシャル成長させる加工技術である。MBEによる成長原理(Fig. 1)は以下のとおりである。(1)固体材料等の熔融、蒸発によって発生した分子線が超高真空環境下で加熱した基板に入射する。(2)入射した成長分子は基板表面に吸着し、付着した分子は、(3)基板から熱エネルギーを得て表面を拡散する。そして表面拡散をしている分子は、(4)表面から真空中に脱離するものもあるが、(5)ステップなどの原子オーダーの段差のようなポテンシャルエネルギーの低い位置に捕捉され、また他の分子に衝突するなどして基板上で成長核を形成する。この核やステップが成長することにより結晶成長が進行する。本研究は、この成長過程や形状をテクスチャ創成として応用するものである。MBEでは、基板表面に分子を高精度かつ高純度に積み重ねていくことが可能であり、また成長速度が十分に遅いため、成長膜の厚さを原子・分子層単位で制御できる特徴をもつ。成長条件としては真空度、基板温度、成膜量、面方位などがある。

MBEを平滑基板に対して行った場合、成膜途上でみられるマイクロテクスチャ単位規則形状候補はランダムに現出する(Fig. 2下)。これに対して、フォトリソグラフィと反応性イオンエッチング(RIE)によりパターン形状をあらかじめ付加した基板に対して、適切な加工条件のもとでMBEによるエピタキシャル成長を行うと、その付加形状により、創成される単位規則形状の位置制御や形状制御ができる可能性がある(Fig. 2上)。現状では、付加したパターン形状とMBE条件、創成テクスチャ面の関係の解析が十分ではないため、任意のマイクロテクスチャ面の創成までには至っていない。

そこで本報では、先行研究¹⁾を基礎として、(100)単結晶 Si 基板上に付加したパターン形状により、MBE 結晶成長時の単位規則形状の位置、大きさを制御し、任意のマイクロテクスチャ面創成技術を確立するための知見を得ることを目的とする。

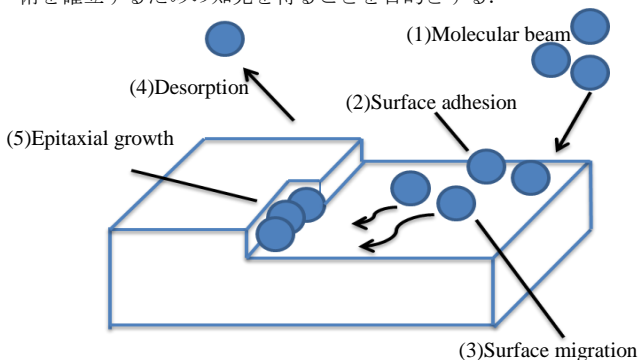


Fig. 1 Model of epitaxial growth process

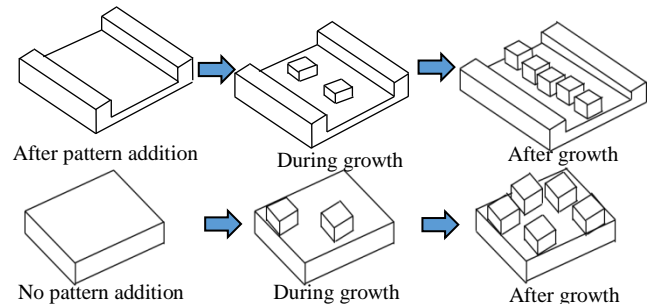


Fig. 2 Generation example of epitaxial growth

2. 実験方法

2.1 微細形状付加工程

微細形状の作製には、フォトリソグラフィおよびエッチングを用いる。形状付加工程の流れをFig. 3に示す。

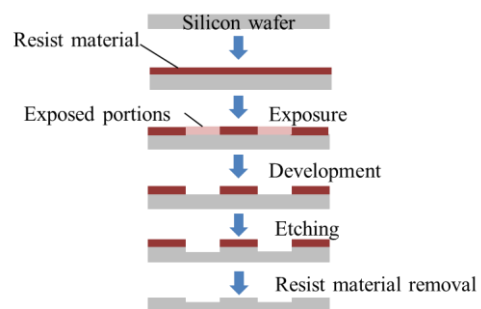


Fig. 3 Process of lithography and etching

単結晶 Si 基板上にレジスト材 (OFPR-800) を塗布し、マスクを通して露光、現像を行う。その後ドライエッチング (CF₄, 10W, 5min) により、Si 基板への形状転写を行う²⁾。付加形状の高さは 25nm 程度である。付加するパターン形状の仕様を Table 1 に示す。

Table 1 Mask pattern

mask pattern	groove width, diameter	pitch
line and space 	10	20
	5	10
	2	4
circle 	10	20
	5	10
	2	4

2.2 MBE工程

本実験に使用したMBE装置の構成をFig. 4に示す。超高真空環境下でSi基板を加熱(最高1000°C, 基板回転有)し, 電子線蒸発源(最高加速電圧10kV)によってSiを熔融蒸発することで分子線とし, エピタキシャル成長を行う。成長は加熱温度, 温度上昇速度などを定め, 常に一定の加工条件で行えるようにした。成長温度は800°C, 成長速度は0.3nm/sとした。パターン付加後の基板は, 装置搬入前にフッ酸洗浄, 装置搬入後に基板加熱900°C, 10minの加熱処理を経てから実際のSi成膜を行った。実験は成膜量を30nm, 45nm, 60nmと離散的に変化させることで, 形状創成過程を観察した。

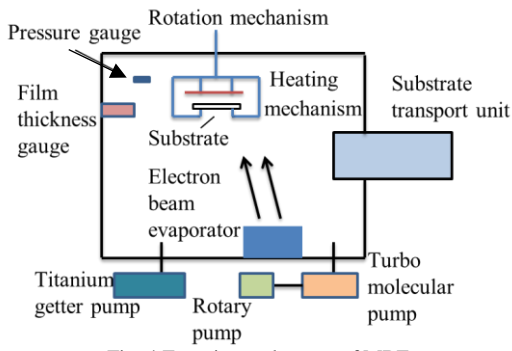
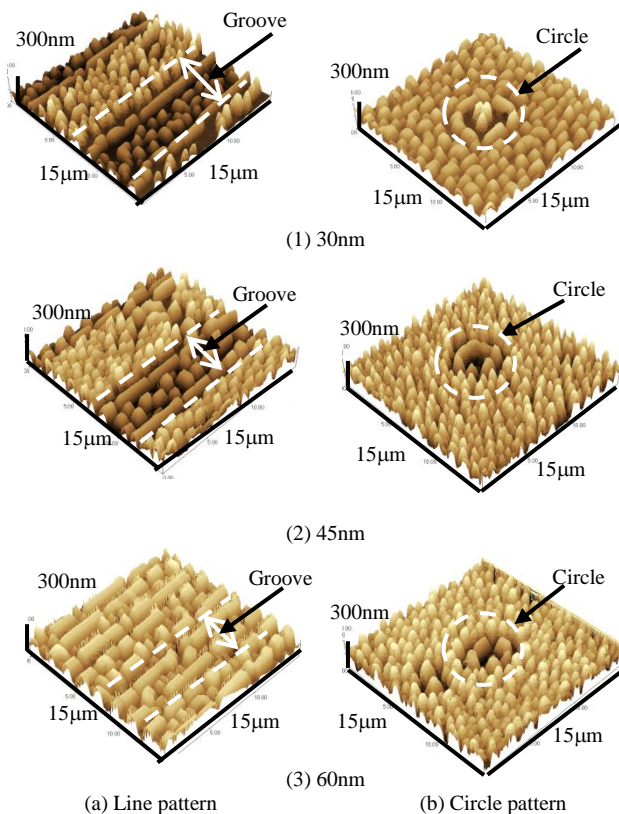


Fig. 4 Experimental set-up of MBE

3. 実験結果

Fig. 6にMBE後の溝幅5 μm の成膜量30nm, 45nm, 60nmでの各付加パターン形状近傍におけるAFM(原子間力顕微鏡)による観察結果を示す。



(a) Line pattern (b) Circle pattern

Fig. 6 AFM observation result of epitaxial growth surface

Fig. 7, Fig. 8にそれぞれの成膜量での溝幅5 μm の直線パターン, 直径5 μm の円パターンにおける規則形状の大きさの評価結果を示す。評価は, 15 \times 15 μm 範囲のAFM観察像の4箇所において, 規則形状のサイズを測定し, それらの平均値を示している。

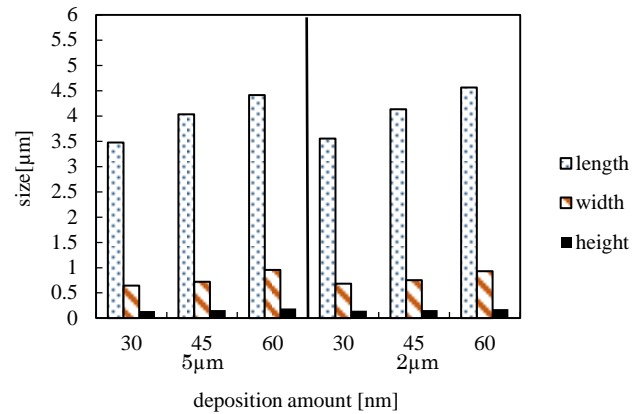


Fig. 7 Average value for regular shape in the epitaxial growth of line pattern of 5 μm and 2 μm

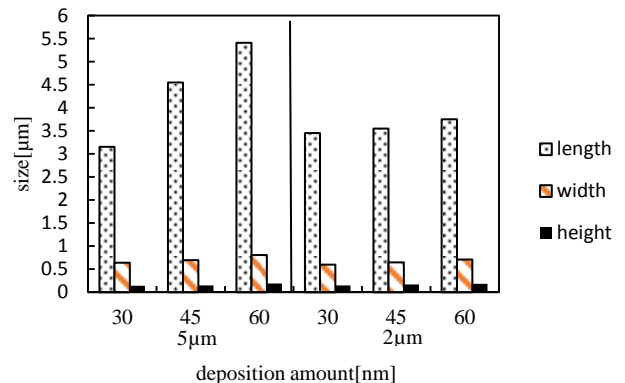


Fig. 8 Average value for regular shape in the epitaxial growth of circle pattern of 5 μm and 2 μm

AFM観察像から, いずれの成膜量においても, 溝の稜線部に単位規則形状が並んで出現していることがわかる。成膜量が増えていくにつれ, 単位規則形状の縦と横の大きさは大きくなるが, 高さにはあまり変化していない。あらかじめ付加した溝形状の幅が変化しても, 単位規則形状の大きさにあまり変化はみられなかった。

Fig. 7, Fig. 8の結果から, 溝幅5 μm での直線パターン, 円パターンにおいて, 本実験条件内では成膜量が増加しても規則形状の大きさに変化は見られなかった。

Fig. 8より, 2 μm の円形状付加部では, 円周の長さまで単位規則形状が成長したため大きさに変化がなかったと考えられる。

これらのことから, 本実験条件内においては, 付加形状が線の場合は溝幅を, 円の場合は直径を変えることで単位規則形状の位置や大きさを制御できる可能性があるといえ, 規則的マイクロテクスチャ面創成に応用できる。

4. まとめ

微細形状をあらかじめ付与した(100)Si基板への極低速成長MBE成長により, 創成される単位規則形状の位置や大きさを制御できる可能性を示した。

しかし, 溝内部や外部に出現する単位規則形状のメカニズムを解明する必要がある。

参考文献

- 1) 平直樹ら: エピタキシャル成長によるマイクロテクスチャ面の創成, 精密工学会学術講演会講演論文集(2015), CD-ROM
- 2) 市橋健吾ら: 異方性エッチングによる規則的マイクロテクスチャ面の創成(第2報), 精密工学会学術講演会講演論文集, (2013) CD-ROM
- 3) 金子新ら: エピタキシャル成長における3次元島形成を利用したナノテクスチャ創成に関する研究, 精密工学会誌 Vol. 71, No. 6, (2005), p.p. 744-749