

分子線エピタキシャル結晶成長を用いた表面創成 ～ヘリコンスパッタリング分子線源を用いた Si-Si ホモエピタキシャル成長～

国立東京工業高等専門学校 ○川上 俊介, ◎角田 陽

要旨

本研究では、分子線エピタキシ(Molecular Beam Epitaxy: MBE)における自律的な薄膜成長技術を応用したナノレベルの超平滑面やテクスチャ面の創成技術の確立をめざしている。本報では、(100)単結晶 Si 基板を用い、分子線供給方法にヘリコンスパッタリング分子線源を利用した MBE により Si を自律的成長させて表面を創成した場合において、分子線源の条件を変えて得られる創成表面性状について、金属顕微鏡や原子間力顕微鏡を用いて観察・解析した結果を述べる。

1. 緒言

1.1 研究背景・目的

近年パソコンや携帯電話などの身近な電化製品がよりいっそう小型化・軽量化しており、材料をさらに精密かつ微細に加工する技術が重要になっている。例えば、半導体集積回路素子の高集積化が進むにつれて、表面粗さの向上は素子の信頼性を高める上での重要な技術のひとつとなっている。また、機械部品においても微細化・精密化がますます進んでおり、より微細な面を創成する技術が重要になっている。

そこで本研究では、従来にない微細な表面創成技術の確立に資する知見を得るために、単結晶 Si 基板に対して分子線供給方法にヘリコンスパッタリングを用いた分子線エピタキシ(Molecular Beam Epitaxy: MBE)によるホモエピタキシャル成長を応用した表面創成の実験的な検討の実施を目的とする。

1.2 エピタキシャル成長

エピタキシャル成長とは、基板表面に堆積する原子や分子が基板結晶の結晶軸に沿って規則正しく整列して薄膜結晶成長をすることである。本研究では基板結晶の上と同じ材料を成長させるホモエピタキシャル成長を対象とした。ホモエピタキシャル成長は、基板と堆積材料とで結晶の格子定数が一致しているため、適切な条件下では欠陥の少ない良質の薄膜結晶を得ることができる¹⁾。

1.3 MBE

本研究で扱う MBE とは、超高真空環境下において、適切な温度に加熱された基板表面に、成長物質を方向の揃った分子線にして供給してエピタキシャル成長させる加工技術である。MBE では成長速度が十分に遅いため、層の厚みを原子・分子層レベルで制御でき、基板表面に分子を高精度かつ高純度に積み重ねることが可能である。

分子線供給方法としては気体を用いるほか、固体に対するスパッタリングや EB ガンによる方法などがある。EB ガンを用いる場合、局所的なエネルギーを与えて蒸発させるため、突沸が発生することなどで創成面に影響を及ぼすことがあり、慎重な扱いが必要である。

そこで本研究ではヘリコンスパッタリング分子線源を用いる。同源は、安定的な分子線の供給が可能であり、基板に飛来する原子が高いエネルギーをもつことで、他の方法よりも成長物質が付着しやすいという特徴がある²⁾。

MBE による平滑面創成原理は以下のとおりである。模式図を Fig. 1 に示す。超高真空環境下で、固体成長物質の熔融蒸発やスパッタリングなどによって発生した分子線が加熱した基板に入射する。入射した分子は基板表面に付着し、基板から熱エネルギーを得て表面を拡散する。表面拡散分子は、基板表面の凹部などのポテンシャルエネルギーの低い位置で捕捉されていく。そうした位置では、分子が衝突するなどして成長核を形成する。この核が成

長することにより結晶成長が進行する。この結果、ポテンシャルエネルギーが一定の面となっていくため、平滑な面が創成される。

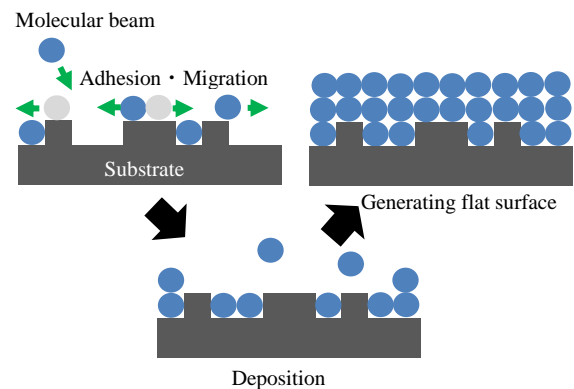


Fig. 1 Schematic of Generating flat surface by using epitaxial growth process

1.4 ヘリコンスパッタリング

スパッタリングとは、Ar などの不活性物質を高速で対象となる固体(ターゲット)に衝突させ、ターゲットを構成する原子を飛出させることをいう。この際にターゲットに向かい合わせて基板が置かれていると、飛出した原子が基板上に付着・堆積して膜が形成される。

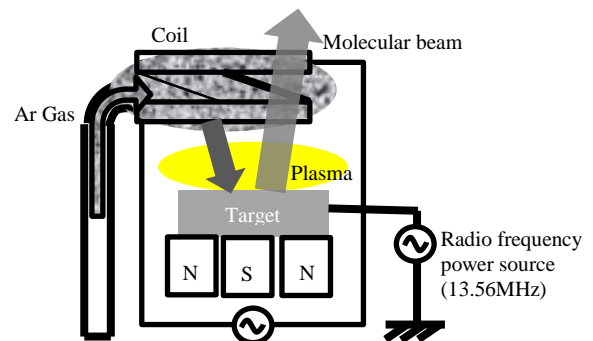


Fig. 2 Concept diagram of helicon sputtering molecular beam source

本研究で用いるヘリコンスパッタリング分子線源(Fig. 2)とは、ヘリコン波と呼ばれる現象によりプラズマを発生させる。ヘリコン波は磁場と平行に電磁波が進むとき、その電磁波の右回り偏向波と同じ方向に運動するプラズマ中の電子が結合して発生する波のことである。本研究では、直流磁界発生用コイルで直流磁界を発生させ、ヘリカルアンテナに高周波電界(RF:13.56MHz)を印加してヘリコン波を励起させてプラズマを発生させる。低電力で

高密度プラズマが生成でき、高密度のプラズマが不活性物質をトラップすることでターゲットとの衝突回数を増やすため、堆積速度が速いという特徴をもつ。

2. 実験方法

2.1 微細形状付加工工程

基板には、市販の片鏡面仕上げされたφ100mmの(100)単結晶Si基板を用いた。基板上での平滑化過程を観察しやすくするための目的で、あらかじめいろいろな仕様の微細形状を基板に付与した。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た。すなわち、基板上にレジスト材(OFPR-800)を塗布し、マスクを通して露光と現像を行う。その後CF₄ガスによるドライエッチングで基板への形状転写を行った。その後、基板観察を経て、大気中での汚染を防ぐため、HF水溶液を用いて基板表面の自然酸化膜を一度除去し、改めて極薄の清浄な酸化膜を形成し、MBE装置に搬入した。

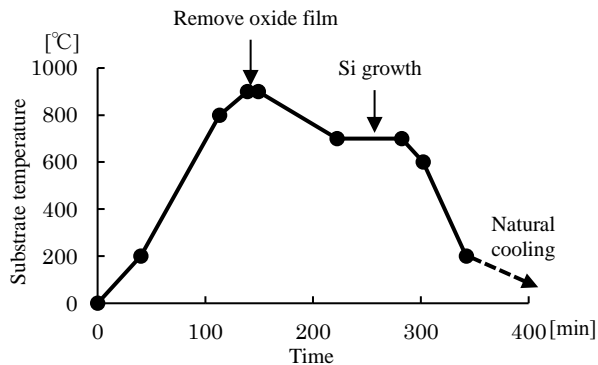


Fig. 3 Example of thermal process

2.2 MBE 工程

成膜工程と装置の構成を Fig. 3 と Fig. 4 に示す。超高真空環境下でヒータによって Si 基板を加熱し、スパッタリングで発生させた分子線を基板に入射させて、エピタキシャル成長を行った。加工条件には基板温度、成長速度、成膜量、成膜時間、成長室内の真空度、Ar 流量、ターゲット電力、コイル電力などがある。

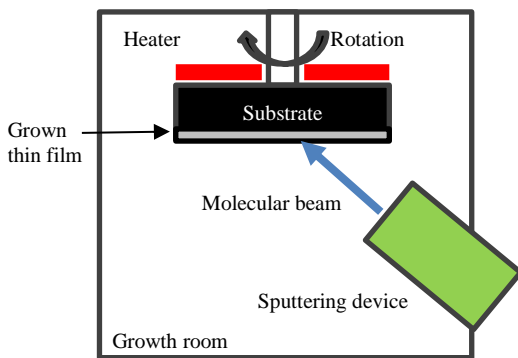


Fig. 4 Apparatus of MBE in this study

Table 1 Experimental conditions of MBE

No	Substrate temperature [°C]	Ar flow rate [sccm]	Target power [W]	Coil power [W]	Grown time [min]
1	700	35	150	150	60
2			100		
3			50		
4	No MBE				

3. 結果

加工条件のうち、ターゲット電力を変えた場合について実験を行い、成膜前後の創成面を微分干渉顕微鏡や原子間力顕微鏡 (AFM) で観察した。加工条件を Table 1 に示す。

微分干渉顕微鏡の観察では MBE 後の創成面に特に特徴的な形状などは観察されなかった。AFM では、表面観察のほか、断面形状および面粗さなどの測定を行った。一例として、あらかじめφ4μm、深さ10μmほどの円などを付与した位置を観察した結果を Fig. 5 に示す。また、パターン形状の内部とそうではない位置について、□2μmの範囲の面粗さを測定した結果を Table 2 に示す。

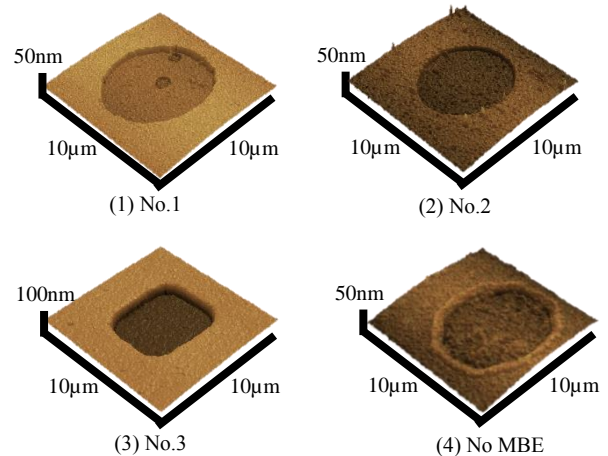


Fig. 5 AFM observation results of epitaxial grown surface

Table 2 Arithmetic average surface roughness

No	Arithmetic average surface roughness	
	Pattern [nm]	Not Pattern [nm]
1	0.627	0.643
2	0.587	0.561
3	0.833	0.818
No MBE	0.941	0.741

4. 考察

AFM の観察結果から、いずれの結果も成膜していないものよりも成膜をしたもののほうが形状が整っているといえる。これは、ドライエッチングを行ったことで荒れてしまった Si 基板表面が、エピタキシャル成長の作用により改善したためだと考えられる。

Table 2 より、MBE による粗さの改善効果が見受けられ、条件によって粗さが異なっていることがわかる。これは、ターゲット電力を変化させることで Ar 原子の衝突する際のエネルギーが変化し、Si 原子が吸着する際のエネルギーに変化が生じるためと考えられ、粗さ改善に適切なターゲット電力が存在することを示唆していると考えられる。

5. 結言

ターゲット電力を変化させることで Si 基板表面の粗さが変化する可能性を示した。また、本実験においては、ターゲット電力が 100W のものが最も平滑であることを示した。

参考文献

- 1) 中島一雄 責任編集; エピタキシャル成長のメカニズム, 共立出版株式会社, (2002) 71.
- 2) A. KAKUTA; Surface Properties of SiC Layer Grown by Molecular Beam Epitaxy (MBE) with Helicon Sputtering Molecular Beam Source, JSME International Journal, 47, 1 (2004) 123.