

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

—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における雰囲気ガスの影響—

国立東京工業高等専門学校 ○丸田修平, ◎角田陽

要旨

機能表面のひとつとして、表面の微細な規則形状によってさまざまな効果が得られることが知られている。一部では実用化が進んでいるが、さまざまな産業応用を可能にするためには、より多種多様の微細形状の創成手法の開発が必要である。本研究では MBE という半導体製造などに用いられる成膜技術の応用により、新たな表面微細形状の創成技術の確立をめざしている。本報では、主として成膜中に含まれる雰囲気ガスの影響について調べた。

1. はじめに

自然界には表面に微細な構造を持つことにより、さまざまな機能を持つ動植物が数多く存在する。例えば、ハスの葉の表面上は小さな凹凸形状が形成されており、その構造ゆえに撥水性を得る。こうした面をマイクロ機能表面と呼び、人工的に作製し利用できれば、省エネルギーや資源の有効活用などが可能になる。しかしマイクロ機能表面の代表寸法は nm から μm と小さく、現状では機械的加工による作製は困難である。

本研究では、ある単結晶基板面に対し、1 分子層ごとの単結晶成膜面を均一に作製することが可能な分子線エピタキシ法(以下 MBE : Molecular Beam Epitaxy)によるエピタキシャル成長を機能表面の作製手段として応用を図っている。しかし、その加工プロセスには未だ不明確な点も多い。そこで本研究では、さまざまな条件下での MBE による微細構造作製実験から、その条件が創成表面構造に及ぼす影響とメカニズムを明らかにし、機能表面作製技術確立に資する知見を得、応用をめざしている。本報では、主として成膜中に含まれる雰囲気ガスが形状創成に及ぼす影響を調べた。

2. MBE の概要

MBE とは、超高真空環境下において、単結晶基板上に飛来・付着した原子(分子)を基板と同じ結晶方位の単結晶薄膜として成膜させる技術である。すなわち、基板に付着した原子は、加熱された基板からのエネルギー等により、基板上を表面拡散する。このとき基板上の穴や段差部などは、ポテンシャルエネルギーが低く安定した位置であるため、拡散原子はそこで捕捉されるとどまりやすい。これが形状を作る核となり、複数の原子が集まることになるが、その形状はポテンシャルエネルギー場にもとづく規則的な形状となりやすく、これらが繰り返されることにより規則的なマイクロテクスチャ面となりうる。MBE によりできるこれらの形状やその大きさは、基板面方位、基板温度、成膜量などのさまざまな条件に依存する。

MBE では 1 分子層ごとに均一な成膜がおこなえる他、結晶の創成が自律的に行われるという長所があるが、膜の成長速度が遅い、結晶の創成条件に不明な点が多いといった問題点もある。

現状では、MBE によるテクスチャ創成メカニズムは未だ不明な点が多いが、先行研究では溝パターンを付加した(111)単結晶 Si 基板において三角穴形状を整列させるなど、いくつかの種類の単位規則形状候補の現出を見出している^{1),2)}。また、MBE をおこなう際にはその環境を超高真空状態にするが、その中に含まれるガス(以下雰囲気ガス)の成分により、規則形状の創成に影響を与えることが示唆されている³⁾。

3. 実験方法

本報では、表面拡散する分子を捕捉するためのプレパターン形状をフォトリソグラフィやドライエッチング(RIE)を用いてあらかじめ付与した(100)単結晶 Si 基板に対して、MBE によるエピタキシャル成長を行い、創成される形状の位置や形状の制御の実験をおこな

った。以下に作製工程の概要を示す。

3.1 プレパターンの作製

使用する基板は直径 100mm の市販の(100)Si 基板である。Si 基板を洗浄した後、ポジ型フォトリソレジスト材 OFPR-800 を塗布し、フォトリソグラフィによりプレパターンを転写する。このレジストパターンをマスクにしてドライエッチングを行い、基板にパターンを転写する。Fig.1 にその一例を示す。これは、幅 $4\mu\text{m}$ 、ピッチ $20\mu\text{m}$ の直線溝パターンである。

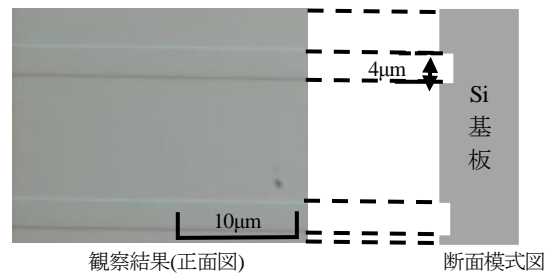


Fig. 1 Example of pre-pattern on Si substrate

3.2 MBE によるテクスチャ創成

Si 基板を MBE 装置に搬入し、エピタキシャル成長をおこなう。MBE 装置の構成を Fig. 2 に示す。高真空中の環境下で Si 基板はヒータによって加熱される。飛来分子線源としてはヘリコンスパッタリング分子線源を用いた。

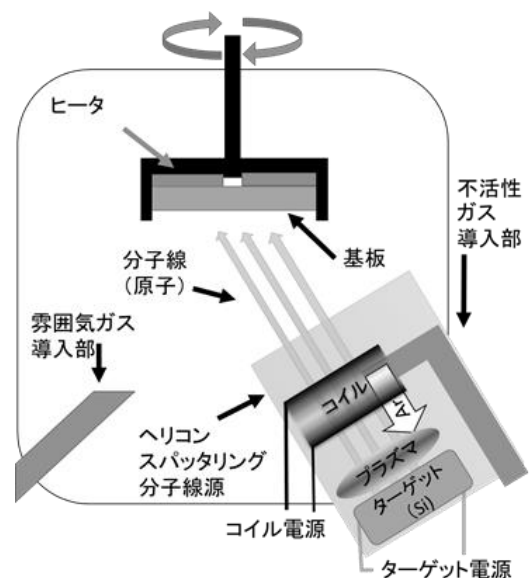


Fig. 2 Configuration of MBE device

スパッタリングとは、Arなどの不活性物質を対象となる固体(ターゲット)に高速で衝突させ、ターゲットを構成する原子を飛び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、飛び出した原子が基板上に付着・堆積して膜が形成される³⁾。本報でのMBEの加工条件をTable 1に示す。雰囲気ガスとしてアセチレン(以下C₂H₂)の含有量の影響を0, 0.2, 0.4, 0.8, 1.5sccmの5とおりで調べた。実験MBE工程の概略をFig. 3に示す。成膜前に基板を900℃まで加熱し基板表面の自然酸化皮膜を除去してから成膜をしている。

Table 1 Experimental condition of MBE

MBE条件	基板温度	800 °C
	成膜時間	60 min
ヘリコン スパッタ リング 条件	Ar	35/34.8/34.6/34.2/33.5 sccm
	Target	150 W
	Coil	100 W
雰囲気ガス	C ₂ H ₂	0/ 0.2/ 0.4/ 0.8/ 1.5 sccm

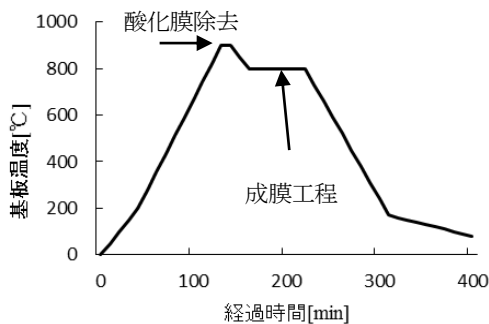


Fig. 3 Substrate temperature and elapsed time

4. 実験結果

成膜面の観察には、微分干渉顕微鏡と原子間力顕微鏡(以下 AFM という)を用いた。

観察結果の一例を Fig. 4 及び Fig. 5 に示す。同図において、(a)は比較実験として C₂H₂ 添加をしていないもの、(b)は C₂H₂ を 1.5sccm 添加した場合のものを示している。観察した場所は幅 4μm、ピッチ 20μm の直線プレパターンがつけられた場所である。

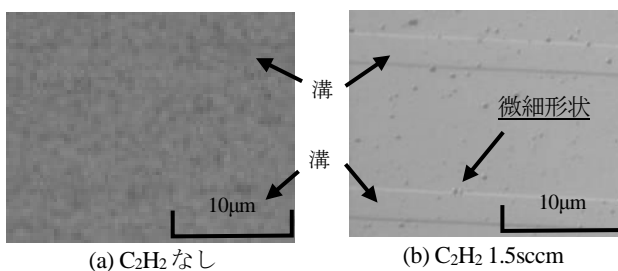


Fig. 4 Observation result by optical microscope

これらの結果から、C₂H₂ を添加した場合は基板表面に微細形状が現れることが確認できた。この形状はプレパターン部の段差部に比較的多く見られる。Fig. 5 の AFM 観察結果は Fig. 4 における同一位置の AFM による観察結果を示す。

これらから Fig. 4 にて観測できた形状は、微細孔であると推測できる。それらの拡大観察結果の一例を Fig. 6 に示す。この微細孔は 1 辺が 200nm で深さが 70nm 程度の四角錐であった。これらをプレパターン部によって整列できれば、新たなテクスチャ面となりうる。

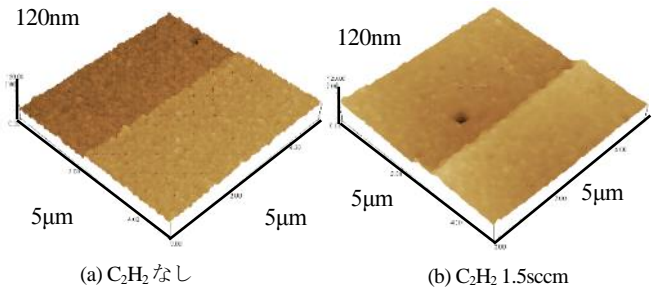


Fig. 5 Observation result by AFM

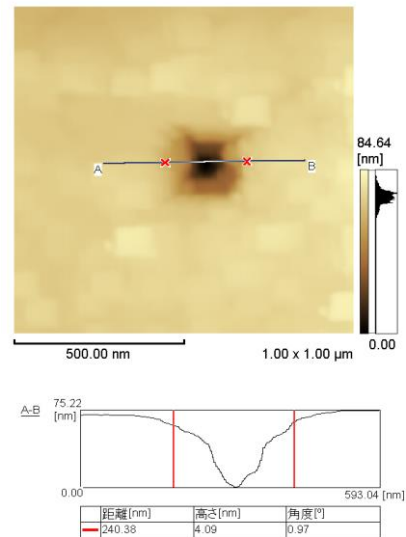


Fig. 6 Observation result of micro-shape by AFM

5. 考察

(111)単結晶 Si 基板を用いた先行研究では¹⁾、三角形の孔や凸形状が確認されたが、今回用いた(100)Si 基板では、四角形孔形状が現れた。これは面方位により、形状を制御しうることを示している。

雰囲気ガスを用いない実験ではこの微細形状はほぼ発生しないのに対し、C₂H₂ を添加した場合は光学的微分干渉顕微鏡で見つけられるほどに多数発生するため、雰囲気ガスによる規則形状の創成への影響は大きいといえる。したがって、雰囲気ガスにより、こうした形状の現出を制御し、基板面方位によって規則的形状を制御し、その位置をプレパターンによって制御できれば、さまざまなテクスチャ創成技術になりうる。

6. まとめ

MBE における雰囲気中の C₂H₂ の含有量による微細形状の変化についての調査をおこなった。詳細の調査を継続していきたい。また、Si 基板上的特定のプレパターンに今回観測された形状が集中しやすい可能性があるため、より各パターンの観察を継続していく。

参考文献

- 1) 平 直樹: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, 精密工学会春季大会学術講演会論文集, (2015), 817.
- 2) 川上 俊介:分子線エピタキシャル結晶成長を用いた表面創成, 第 24 回精密工学会学生会員卒業研究発表講演会論文集, (2017), 60.
- 3) 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.