

研究種目：基盤研究 (C)

研究期間：2005～2008

課題番号：17560025

研究課題名 (和文) 半導体表面のブリスタリングの動的特性解明とナノ加工への応用

研究課題名 (英文) Understanding the dynamic behavior of blistering on the semiconductor surface and its application for nanofabrication

研究代表者

岩田 博之 (IWATA HIROYUKI)

愛知工業大学・工学部電気学科・講師

研究者番号：20261034

研究成果の概要：

水素イオンが高濃度に注入された半導体シリコンに発生する結晶欠陥の性状を透過型電子顕微鏡観察から評価し、加熱による表面薄膜切り出し後の形状との関連性を詳細に調べた。少量の異種イオンの照射を併用し、現象の低温化を明らかにした。

加熱前後の試料内水素分布と欠陥分布の変化を検出した。事前に試料表面に溝加工を施し、その後加熱処理を行うことにより、ナノオーダ精度で瞬時にナノ構造物を大量に作製する手法の取り掛かりとなる基礎的データを得た。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2005 年度	1,500,000	0	1,500,000
2006 年度	900,000	0	900,000
2007 年度	700,000	210,000	910,000
2008 年度	500,000	150,000	650,000
年度			
総計	3,600,000	360,000	3,960,000

研究分野：応用物理学・工学基礎

科研費の分科・細目：薄膜・表面界面物性

キーワード：水素イオン注入、スマートカット、透過型電子顕微鏡、ブリスタリング、結晶欠陥

## 1. 研究開始当初の背景

金属・半導体内の水素 (プロトン) の振る舞いは、古くは原子炉内の金属脆性、近年では水素吸蔵合金ならびに半導体内のドナー

の不活性化など、常に関心の高いテーマである。その中で高濃度プロトン注入したシリコン表面の薄膜剥離現象 (ブリスタリング) が注目を浴び、高集積、高速、低消費電力、

耐放射線に寄与するSOI構造（絶縁膜上半導体薄膜構造）の半導体作製プロセスとして実用化されつつある。省資源・結晶品質の点でも注目を浴び、メーカー主導により実用化への開発研究は盛んであるが、基礎的物理現象に関する解明は不十分である。特に注入条件、結晶の方位、不純物濃度、加熱条件などブリスタリングを起こすメカニズムはいまだ不明な点が多い。大手メーカーでは産業応用面に巨額と人材を投入し実用化が始まりつつあるが基礎物性分析はおざなりにされている。産業応用上、プロセス時間を縮小するイオン照射法に関していくつか報告があるが、基礎的なデータの報告は数少ない。同様の研究報告を行っているグループは、欧米を中心に4グループほど存在する。得られる結果の寄与は、1. 結晶欠陥内に貯蔵されるエネルギー量（水素ガス量・ガス圧）の結晶品質依存性等の基礎データの収集、2. SiC, ダイヤモンドなど超硬材料のマイクロ・ナノ加工技術及び他種材料の貼り合せ技術において精密性、制御性、効率に優れた要素技術の提供、3. 大電力に使用可能なSiC結晶をSOI構造形成に応用することにより飛躍的に大電力・高速・低消費電力化の進化を実現することができる。4. また従来の手法比較し作製プロセスが簡便であり、貴重な半導体結晶を研磨等により無駄に消費する量も少ない（省資源）にことも特記すべき利点である。

## 2. 研究の目的

ブリスタリングの可否と注入条件・欠陥分布の条件に着目し剥離メカニズムの詳細の解明を試みる。大きな分類として以下のものが挙げられる。

・シリコンへの水素イオン照射ドーズ量による結晶欠陥量の評価と、そのブリスタリングの形成状態に与える影響

- ・ ブリスタリング現象のシリコン結晶の結晶成長方法・ドーパント種・ドーパント量・方位への依存性
- ・ ブリスタリング現象の注入温度・注入エネルギーなど注入方法による差異の解明
- ・ SiC, Geなど他種半導体基板への応用とその特性
- ・ ヘリウム, フッ素などの不活性ガス, ボロン, リンなどドーパント注入の併用による促進効果とそのメカニズム解明
- ・ ブリスタリングを応用した半導体結晶の効率的な加工技術の確立と最適化

これらの項目についての解明を通じ、マイクロ/ナノ加工の要素技術としての確立を目指し、そのための基礎データの収集を行う。

## 3. 研究の方法

手法として顕微鏡法を主体とし、現象の動的観察から評価を行なうことが特徴である。

基礎発現メカニズムの解明では、高濃度水素イオン注入によるダメージ、特に結晶欠陥の性状・方位・分布を明らかにし、薄膜切り出し形状・深さとの関連性を TEM, AFM を用いて詳細に調べる。特にドーズ量・結晶方位・ドーパント種・キャリア濃度・電子励起状態・イオン注入温度による違いを詳細に比較する。

ブリスタリングの動的観察については、各種注入条件における試料におけるアニーリング中の欠陥挙動を観察する。TEM を用いて欠陥層の変化、特にプレートレット状欠陥の空乏・剥離への成長のその場加熱観察。その場加熱観察ホルダーを装備した光学顕微鏡およびSEMを用いた表面ブリスタリングと局所的剥離の面積・深さ・温度の精密測定を行う。

並行して、顕微鏡内にて試料に微少応力かける装置を開発作製を行った。

また、試料中の水素濃度分布と欠陥濃度分布は、外部機関にてERDA, RBS法を使用し評価した。

#### 4. 研究成果

##### (1) 基礎現象メカニズムの解明：

高濃度水素イオン注入によるダメージ、特に結晶欠陥の性状・方位・分布を透過型電子顕微鏡観察から評価し、薄膜切り出し形状・深さとの関連性を詳細に調べた。特にドーズ量・ドーパント種・キャリア濃度・イオン注入温度による違いを比較し、欠陥層内の深さ方向欠陥密度分布の差異を明らかにした。

##### (2) ブリスタリングの動的観察：

各種注入条件における試料のアニーリング中欠陥挙動を観察する。TEMを用いて欠陥層の変化、特にプレートレット状欠陥の空乏・剥離への成長のその場加熱観察。その場加熱観察ホルダーを装備した光学顕微鏡およびSEMを用いた表面ブリスタリングと局所的剥離の面積・深さ・温度の精密測定を行った。(1)の成果と合わせ剥離現象発現時の欠陥挙動を明らかにした。

##### (3) 不純物援用照射 (He, F, C, B) および SiC, Geへの応用：

少量の異種イオンを照射し、化学的作用などを併用し薄膜切り出しにおける、切り出し深さ、平坦度、アニール温度の低温化、イオン注入時間の短縮などの効果を評価する。17年度は、新たにGe結晶の3方位について剥離現象の比較を行ったが有意かつ興味深い結果は現在のところ得られていない。F, C, Bの援用照射は一定の促進効果を得たが、水素注入後のみの実験しか行ってない、逆順で作製した試料に対する実験が必要である。またデータ整理, 詳細な再実験も必要である。

2, 異種イオン照射の援用効果：少量の異種イオン (He, F等) を照射し、化学的作

用を付加し薄膜切り出しにおける、切り出し深さ、平坦度、アニール温度の低温化、イオン注入時間の短縮などの効果を評価した。特にフッ素併用注入では加熱時間の短縮効果が見られた。

6H-SiCに対して透過光を用いて光学顕微鏡観察を行った。加熱時のボイド等の凝集など動的挙動が観察された。レーザー顕微鏡を新たに使用し表面の微細な凹凸を検出した。

##### (4) 他の手法：

ラザフォード散乱 (RBS) 分光法による欠陥分布評価を開始し、注入温度依存性ドーパント量依存性についての実験が終了し実験の有効性と実験精度が確認できた、TEMによる結晶欠陥濃度評価との比較検討を行った。反跳原子検出法 (ERDA) による水素分布検出の有効性を確認し水素濃度分布の加熱による変化を定量的に検出し、RBSから得られた加熱による結晶欠陥濃度の変化とあわせ、水素と欠陥の動的挙動の様子を明らかにできた。また顕微鏡内にて、試料にピエゾ素子を用いて微少応力かける装置の開発を行ない、実用可能なレベルまで引き上げた。

##### (5) ナノ加工への応用につながる基礎実験：

集束イオンビームにより事前に試料表面に加工を施すことにより、ナノオーダ精度で瞬時にナノ構造物を大量に作製する手法の取り掛かりとなる基礎的データを得た。今後実用へ展開を行う。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 10 件)

- ① H.Iwata, M.Takagi, Y.Tokuda, "Effect of Impurity Co-implantation on Hydrogen Surface Exfoliation", JAEA Takasaki Annual Report 2006, JAEA-Review

- 2007-060, p.150, 2008, 有り
- ② Makoto Takagi, Kenji Onodera, Akihito Matsumuro, Hiroyuki Iwata, Katsuhiko Sasaki and Hiroyasu Saka, TEM and HRTEM Observations of Microstructural Change of Silicon Single Crystal Scratched under Very Small Loading Forces by AFM Materials Transactions, 49,1298-1302,2008, 有り
- ③ H.Iwata, M.Takagi, Y.Tokuda, Effect of Impurity Co-implantation on Hydrogen Surface Blistering, International Journal of Advanced Microscopy and Theoretical Calculations,1, 1262-263,2008, 無し
- ④ 岩田博之, 奥田東, 極微小電流計測型ナノプローブその場観察システムの開発, 愛知工業大学総合技術研究所研究報告, 9, 47-52, 2007, 無し
- ⑤ 吉田浩也, 松室昭仁, 岩田博之, 高木誠、SPM を用いた Si 単結晶のナノ加工と表面の構造変化, 精密工学会誌, 73, 1149-1153, 2007, 有り
- ⑥ H.Iwata, Y.Tokuda, M.Takagi, T.Imura, Effect of Boron Co-implantation on Hydrogen induced Exfoliation; Proceedings of 16<sup>th</sup> International Microscopy Congress, 3, 1352,2006,有り
- ⑦ 岩田博之, 清水孝延、横井久人、石神龍哉、伊藤慶文、徳田豊、高木誠、RBS/C を用いた水素イオン注入欠陥の評価、総合技術研究所総合報告、8、77-80, 2006、無し
- ⑧ 岩田博之、徳田豊、高木誠、井村徹, 水素ブリスタリングにおけるフッ素注入援用効果, 日本顕微鏡学会第 61 回学術講演会要旨集, 顕微鏡 Vol.40 Supplement 1 p.462, 2005, 無し
- ⑨ Aibin Ma, Kazutaka Suzuki, Naobumi Saito,

- Yoshinori Nishida, Makoto Takagi, Ichinose Shigematsu, Hiroyuki Iwata, Impact toughness of an ingot hypereutectic Al-23 mass% Si alloy improved by rotary-die equal-channel angular pressing, , Material Science and Engineering, A399 pp.181-189,2005,無し
- ⑩ Aibin Ma, Makoto Takagi, Naobumi Saito, Hiroyuki Iwata, Yoshinori Nishida, Kazutaka Suzuki, Ichinori Shigematsu, Tensile property of an Al-11 mass%Si alloy at elevated temperatures processed by rotary-die equal-channel angular pressing, Material Science and Engineering, A408 pp.147-153,2005,有り

[学会発表] (計 8 件)

- ① 岩田博之, 高木誠, 徳田豊、SiC水素ブリスタリングの注入温度依存性、日本顕微鏡学会第64回学術講演会、2008年5月、京都国際会議場
- ② 岩田博之, 高木誠, 徳田豊、光顕その場加熱観察によるSiC水素ブリスタリングの動的挙動、日本顕微鏡学会第64回学術講演会、2007年5月、新潟朱鷺メッセ,

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

岩田 博之 (IWATA HIROYUKI)

愛知工業大学・工学部電気学科・講師

研究者番号：20261034