

K115

超臨界流体を用いたSiO₂製膜における酸化剤効果

(BEANSプロジェクト)○(正) 山田英雄* (BEANSプロジェクト/東大生研) (正) 百瀬健
(デンソー) 北村康宏・川原伸章 (東大院工) (正) 杉山正和・(正) 霜垣幸浩

1. 緒言

デバイスなどの高集積化に伴い、高アスペクト比のトレンチや孔への埋め込みや均一製膜が求められている。その方法として、溶解性に優れ、低粘性、高拡散性の特徴を有する超臨界二酸化炭素を溶媒として使用する超臨界製膜が注目されており、金属や酸化物の製膜が報告されている[1,2]しかし、Tetraethyl-orthosilicate (TEOS) を用いた熱分解反応による製膜の場合、製膜が不安定かつ製膜速度が遅いという問題があった。そこで本研究では、TEOSを用いた超臨界製膜において、O₂を酸化剤として添加し、製膜の安定性および製膜速度の高速化の可能性を検討した。

2. 実験

本実験はコールドウォール・バッチリアクターを用いて製膜を行った。図1に装置の配管略図を示す。酸化剤となるO₂はボンベ圧で直接チャンバーに導入する構造となっている。実験は、装置全体を真空引き後、O₂とTEOS 1mlをチャンバーに導入し、CO₂で全体を6MPa@50℃に保持して、基板温度を400℃に昇温し、10分間製膜を行った。酸素添加量は、添加なし、0.5MPa、1.0MPaの3条件で比較した。基板には未加工のSi基板とトレンチを作製したSi基板を用いた。

3. 結果・考察

基板温度は約5分で400℃に到達し、製膜後のチャンバー内の圧力は約8MPa、流体温度は約150℃になった。図2にバッチ式実験におけるO₂添加量と膜厚の関係を示す。O₂添加を行わなかった場合、SiO₂の製膜は確認されなかった。それに対し、O₂添加を行った場合、安定してSiO₂が製膜されており、TEOSを用いた超臨界製膜の場合、O₂が酸化剤として有効であることがわかった。また、O₂添加により製膜速度は最大で90nm/min以上となり、金属製膜の製膜レート約10nm/min[1]と比較して高速製膜を実現した。しかし、O₂添加により流体中反応も誘起され、SiO₂の粉体が発生した。O₂添加量0.5MPaに対して1.0MPaの方が、膜厚が薄いのは、流体中反応がより促進され粉体生成に原料のTEOSが消費されたためと考えられる。今後、フロー式製膜を行うことで流体温度の上昇を抑え流体中反応を抑制することにより、O₂添加量に比例して製膜レートが速くなると考えられる。

図3にトレンチ内部へ製膜した様子を示す。A.R.約20のトレンチ内部に製膜できていることが確認された。ステップ

カバレッジは約63%であった。この原因は、トレンチ内での原料の拡散速度に対して反応速度が速いためである。原料濃度やO₂添加量を制御し、反応速度を最適化することで改善できると考えられる。

4. 謝辞

この成果は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の委託業務の結果得られたものです。

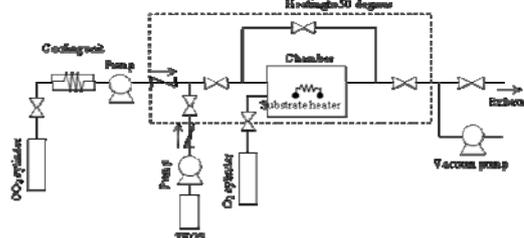


図1. SiO₂製膜装置の配管略図

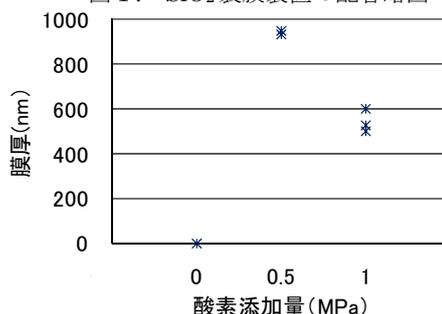


図2. バッチ式実験におけるO₂添加量と膜厚の関係

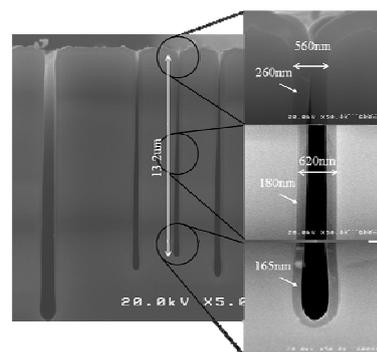


図3. SiO₂製膜をしたSiトレンチの断面SEM写真

[1] 百瀬, 杉山, 霜垣; 化学工学会第74年回研究発表講演要旨集(2009) A218.

[2] 山田, 百瀬, 和戸, 竹内, 川原, 霜垣 化学工学会第74年回研究発表講演要旨集(2009) K317

*e-mail:hyamada@beanspj.org