

高圧水蒸気中での陽極酸化法によるプロセス電流評価 Process current during anodic oxidation in high-pressure steam

○¹ 堅田卓弥, 八ッ橋拓真², 呉研³, 高橋芳浩³

*Takumi Katata¹, Yatsushashi Takuma², Yan Wu³, Yoshihiro Takahashi³

Abstract: The process current during anodic oxidation in high pressure steam was investigated. An abnormally large current was measured under high steam pressure and also high applied voltage conditions. It was confirmed that worse electric properties were observed from the oxide film fabricated by the process with the abnormally current.

1. はじめに

IoT 化が進む現在の日常生活において欠かせない PC などの電子機器は、MOSFET を基本構造とした半導体集積回路により動作している。MOSFET のゲート酸化膜や層間絶縁膜などの材料として使用されるシリコン酸化膜は、一般に約 1000[°C]の高温で製膜されることから、酸化前のプロセスが制限される。更に近年、高性能化に応えるために異種材料が集積されていることや、MEMS などの耐熱性が劣る微細回路にも柔軟に対応するためにも低温酸化プロセスが要求されている。

そこで我々はこれまでに、室温の純水中での成膜が可能な陽極酸化法に着目し検討を行った。しかし、界面特性および絶縁特性は熱酸化膜に比べて劣るものであり、この原因は膜中に混入した過剰水分によるものと考えている。そこで酸化雰囲気を変化させ陽極酸化を試みた結果、Fig.1 に示すように良質な絶縁特性を有する酸化膜が成膜できることを確認した[1]。ただし、プロセス条件が製膜レートや膜の電気的特性などに及ぼす影響などは未だ不明の状態である。そこで本研究では、製膜時の圧力および印加電圧が製膜時のプロセス電流、および膜特性に及ぼす影響について評価した。

2. 実験方法

Fig.2 に高圧水蒸気中における陽極酸化装置を示す。面方位<100>、抵抗率 1~10 Ωcm の p-Si 基板に対し、基板間距離 1mm、反応圧力 0.2, 0.7, 1MPa の条件において、印加電圧の変化 (0~900V) に対するプロセス電流を測定した。また、定電圧印加時のプロセス電流の時間変化も評価し、プロセス電流が製膜レートや膜特性に及ぼす影響について評価した。なお、酸化膜の電気的特性は、直径 300μm のアルミニウム電極を有する MOS 構造を作製し、リーク電流特性、C-V 特性測定により評価した。

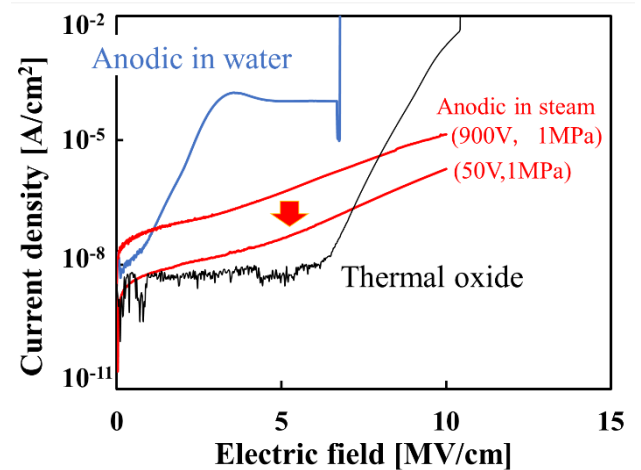


Figure1. Leakage current characteristics of MOS structures with oxide film fabricated by several process

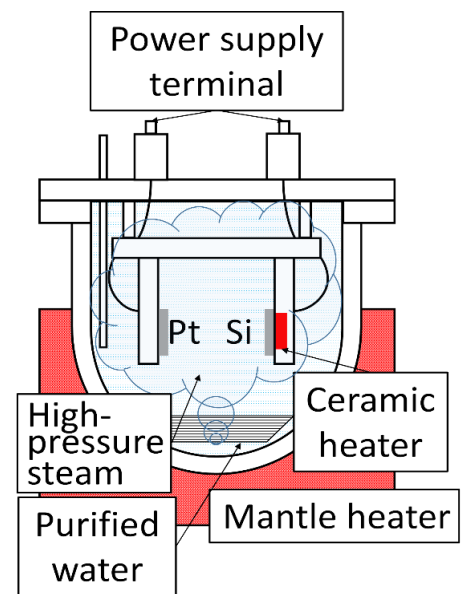


Figure2. Anodic oxidation system in high pressure steam

3. 実験結果・考察

Fig.3に、各反応圧力において印加電圧を0から900Vに60minかけて変化させながらプロセス電流を測定した結果を示す。低圧力条件下では電圧上昇と共に電流が増加するものの、高圧力になると明確な依存性を示さなくなることがわかった。更に150V程度以上の電圧印加時には、電源の最大許容電流(40mA)に近い大きな電流(以下、異常電流という)が発生することも確認した。これは、定電圧酸化プロセス中でも異常電流が発生することを示唆するものである。

そこで、反応圧力1MPaにおいて、50および900Vの定電圧印加状態で20minの酸化を実施し、その際のプロセス電流を測定した。結果をFig.4に示す。結果より、50V印加時の電流はほぼ安定しているものの、900V印加時には、ランダムに異常電流が発生することを確認した。また製膜された酸化膜厚は900V時に118nm、50V時に106nmであり、900Vにおける通過電荷量は50Vの約2倍の値を示した。純水中の陽極酸化では、膜厚は通過電荷量に比例するものの、今回の結果では通過電荷量が2倍程度異なるにもかかわらず膜厚は大きく変化しないことがわかった。原因は不明だが、異常電流が膜成長を阻害しているのではないかと予想している。

Fig.5に各酸化膜を有するMOS構造のC-V特性を、Fig.1にはリーク電流特性を示す。低電圧印加により作製した酸化膜のほうが、フラットバンド電圧が0Vに近く(固定正電荷密度が低く)、かつリーク電流密度の小さな良質な電気的特性を有することが確認された。これらの結果より、プロセス時の異常電流は酸化膜の電気的特性にも悪影響を及ぼしているのではないかと考えられる。

4. まとめ

高圧水蒸気中での陽極酸化法中のプロセス電流を評価した結果、高圧力・高電圧時には瞬間的に大きな異常電流が発生することがわかった。この異常電流が発生する条件で成膜した酸化膜は、製膜レートが低く、かつ電気的特性も劣る膜となることを確認した。今後、異常電流の発生要因、および酸化膜の電気的特性に及ぼす影響について検討し、高圧水蒸気中での陽極酸化のメカニズム解明およびプロセスの最適化を目指す。

5. 参考文献

[1] 角田 将紀: 「高圧水蒸気中での陽極酸化法により成膜したシリコン酸化膜の特性評価」, 令和元年度, 日本大学理工学部学術講演会

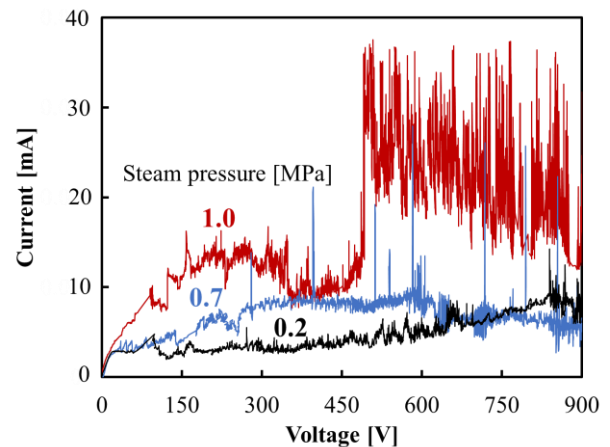


Figure 3. The process current with varying applied voltage under each steam pressure.

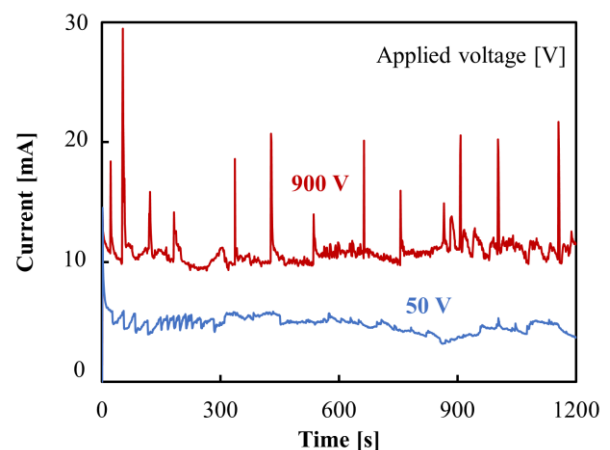


Figure 4. The process current during anodic oxidation under 1MPa of steam pressure.

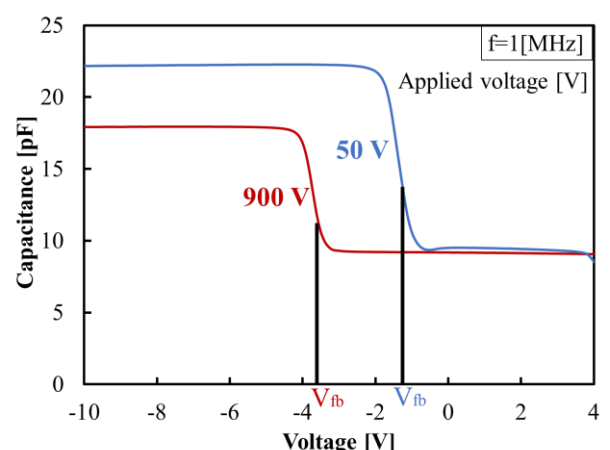


Figure 5. C-V characteristics of MOS structures with anodic oxide film fabricated in steam.