半導体ナノスケール薄膜の歪解析

シリコン・オン・インシュレータ（SOI）基板上のシリコンナノ薄膜は次世代の半導体材料として全世界で盛んに研究が進められています．本稿では，シリコンナノ薄膜に存在する微小な歪みの分布を解析する方法と歪み分布のない均質なシリコンナノ薄膜を絶縁膜上に形成する技術を紹介します．

尾身（おみ） 博雄（ひろお）　/川村（かわむら） 朋晃（ともあき）

NTT物性科学基礎研究所

ナノ構造の歪み評価の必要性

シリコン・オン・インシュレータ（SOI）基板上の高品質シリコン薄膜（SOL）は最近大きな注目を集めています．ナノメータスケール厚さのシリコン薄膜（SNOL: silicon nano-overlayer）には低温で量子閉じ込め効果を発現することが期待でき[1]，またシリコンゲルマニウム（SiGe）薄膜の基板としてばかりでなくナノ構造の自己組織化用の基板[2]としても大きな可能性を内在しているからです．通常厚さ50 nm以下のシリコン薄膜は，厚さ数百nmのSOI基板を酸化することにより得ることができます．熱酸化により熱酸化膜が厚くなるにつれてSOL層の厚さは減少し，結果としてSiO_2/Si/SiO_2のサンドイッチ構造がSOIウエハ上に形成されます．このようにして熱酸化後にエッチングにより表面の酸化膜を除去することを繰り返すことにより，埋もれた酸化膜（BOX: buried silicon oxide layer）の上に薄膜シリコン層（厚さ50 nm以下）を作製することができます．

しかし，一般的によく知られているとおり，SiとSiO_2との熱膨張率の違いにより，SOIウエハではSi/ SiO_2界面で歪みが発生してしまいます．この歪みは，通常，欠陥（格子ゆがみ，有限サイズのドメイン，転位など）を界面や膜内に発生させ，これは最終構造の電気的・光学的特性を劣化させます．よって，熱酸化とエッチングプロセスにおいて50 nm以下の膜厚のシリコン薄膜を作製するプロセスにおいて，シリコン膜が薄くなればなるほど界面の歪みの効果が増大するので，膜内部および界面の歪みを評価することが非常に重要となります．

しかし，このようなシリコン薄膜作製において重要となる界面や膜中に存在する歪みの分布の制御やシリコンナノ薄膜の均質化のためには，ナノ薄膜中の歪み評価手段の欠如が問題となっていました．

そこで，我々は，高輝度の放射光を利用した斜入射X線回折法（GIXD）により，シリコンナノ薄膜に存在する微小な歪みを解析する研究を進めてきました．全反射角以下のすれすれの角度でX線を入射し，侵入深さの入射角依存性を利用することにより，ナノ薄膜中の歪み分布を解析することに成功しました．さらに，この歪み解析の結果に基づき，歪み分布のない均質なシリコンナノ薄膜を絶縁膜上に形成する技術も開発しました[3]．

シリコンナノ薄膜の作製

我々は大きさ15 mm × 15 mmの<001>方位のSOI基板の一種であるSIMOX基板を使いました．基板はフッ酸（HF）溶液の中でエッチングした後で，1 200 ℃，0.2%酸素/アルゴンガス雰囲気で酸化し，シリコン層上に熱酸化膜を形成しました．続いて，HF溶液でエッチングして表面熱酸化膜を除去し，斜入射X線回折の測定は，厚さ47 nmのシリコンナノ薄膜に対して行いました．

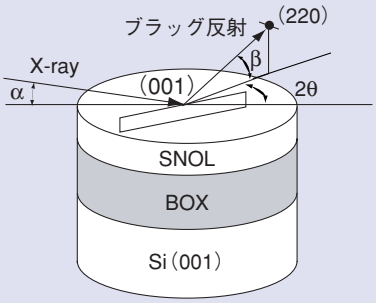

図1　斜入射X線回折の模式図

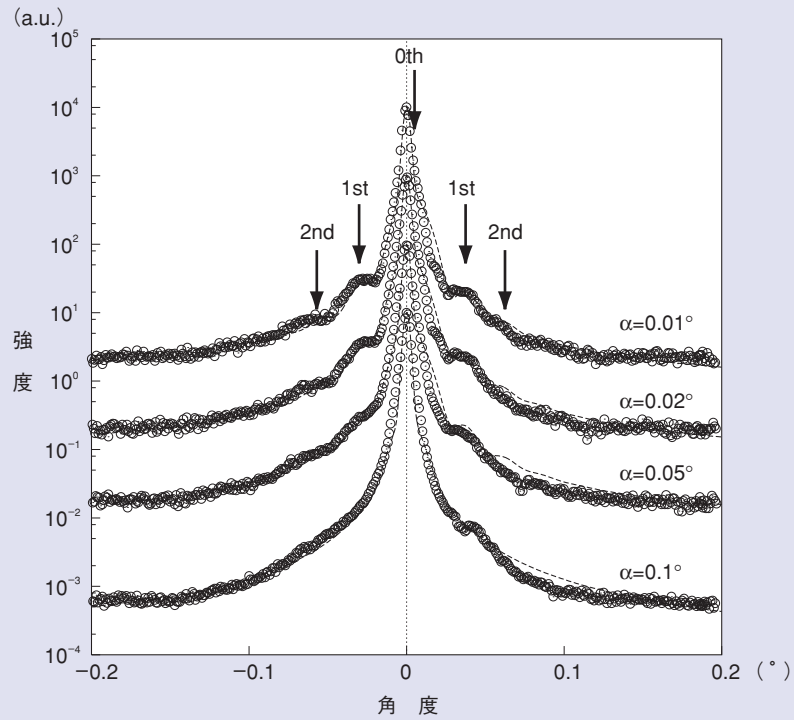

図2　シリコンナノ薄膜からの斜入射X線回折カーブ(1)

表1　フィッティングパラメータ(1)

α(°)	ε	D(nm)	σ(nm)
0.01	−0.00028	490	70
0.02	−0.00028	500	70
0.05	−0.00049	480	70
0.1	0.00000	400	120

放射光の利用

斜入射X線回折の実験は，兵庫県にある高輝度放射光施設（SPring-8）のBL24ビームラインで行いました[4]．X線の波長は0.124 nmで，入射角は0.01-0.4°の範囲で変化させました．実験の配置図を**図1**に示します．X線はゴニオメータに入る前に，単色化され，x-yスリットを使って縦0.1 mm，横1.0 mmへと集光します．試料からの回折はNaI検出器とソーラースリット（発散角0.2°）を使って測定しました．Si（220）ブラッグ反射の回りでθ-2θスキャンを異なった入射角に対して行いました．

シリコンナノ薄膜の歪み解析

厚さ47nmのシリコンナノ薄膜から異なった入射角に対して得られたSi（220）ブラッグ回折カーブを**図2**に示します．中心（θ＝0°）にある大きなピークはバルクSi（220）からの反射です．振動している付加的なサブピーク（図2で0th, 1st, 2ndと記載）がSi（220）の低角側と高角側に現れています．それらは明らかに0.01°から0.1°の入射角に対して測定されています．しかし，入射角が大きくなるにつれてそのサブピークは埋もれ，メインピークの肩で不明瞭になっています．これは，これらのピークが試料の表面にその起源があることを示唆しています．加えて，これらのピークはSi（220）反射の中心に対して非対称ですが，その非対称性は入射角が0.1°から0.01°へと減少するにしたがって明瞭になっています．このことは，サブピークの起源がSi（220）ピークとは独立であることを示唆しています．

波長0.124 nmのX線では，シリコンに対する全反射臨界角は0.18°です．この臨界角以下ではX線の侵入深さは入射角が0.01，0.02，0.05，0.1°に対して，それぞれ2，3，4，6 nmと見積もることができます．これらの見積もりによれば，入射角が0.01から0.1°では，Si（220）の主ピークはシリコン層から，付加ピークはシリコン薄膜の表面層からの回折であることを示しています．

Si（220）の主ピークの両側にある付加的な振動ピークは，X線回折の運動学理論[5]で説明することができます．実験で得られたカーブを再現するために，我々はシリコン薄膜に対して異なったレベルの歪みを持つ2層モデル（表面層とその下にも層が存在）を提案します．さらに，表面層には有限サイズのドメイン構造が存在し，その面内の歪み量はεだけ下層に対して小さくなっています．我々は，ドメインサイズに対して，平均サイズDと標準偏差σのガウス関数を仮定しました．図2の点線は異なる入射角に対する2層モデルに対する回折ピークのシミュレーションの結果です．シミュレーションは，高角側では多少の差異は見られるものの，非対称性を含めて実験結果をよく再現しています．異なる入射角に対して実験とシミュレーションをフィッティングしたパラメータ（ε，D，σ）を**表1**に示します．GIXDは表面層とその下の層と面内の歪差が10^{-4}オーダであることを示しています．また歪ドメインのサイズは平均サイズ500 nmその偏差は70 nmであることが分かりました（表1）．

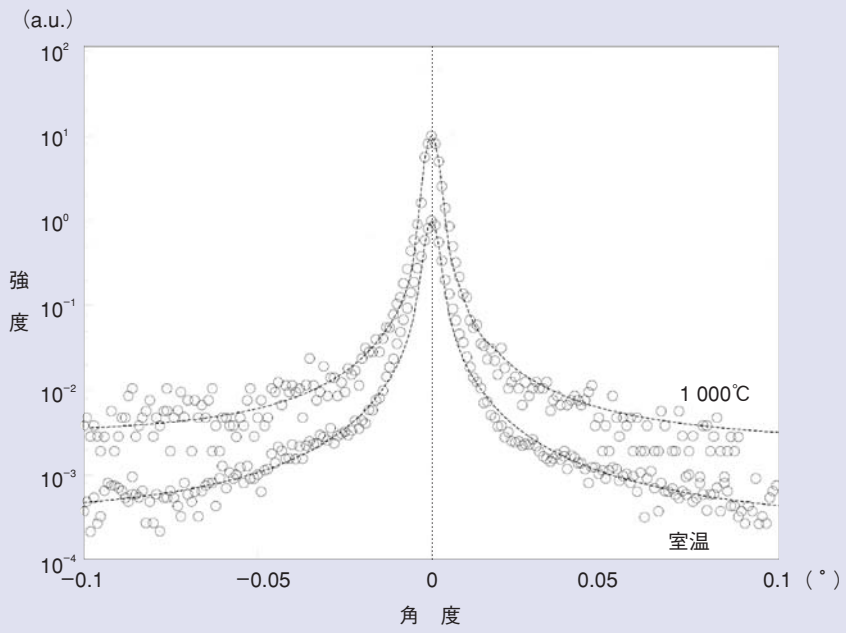

図 3　シリコンナノ薄膜からの斜入射 X 線回折カーブ(2)

表 2　フィッティングパラメータ(2)

T(℃)	ε	D(nm)	σ(nm)
1 000	−0.00028	1 800	400
RT	0.00000	2 000	400

シリコン薄膜の熱的安定性

シリコン薄膜の熱的安定性を調べるために，我々は試料を1 000 ℃でアニールし，GIXD測定を0.01°の入射角で行いました．アニール中とアニール後に室温で得たGIXDカーブを**図 3**に示します．1 000℃で，Si（220）主ピークの肩にあったサブピークが完全に消失し（図 2 と 3 を比較），反射は θ = 0°に対して対称になっています．アニール後は，ピークはシャープになり，主ピークの肩に付加的なピークが存在しません．図 3 の点線は**表 2**のパラメータを使ったシミュレーションの結果です．これらのシミュレーションは実験カーブと良い一致を示しています．表 1 と表 2 を比較すると，アニール中に歪みの差は消失し，ドメインサイズが 490 nmから2 000 nmへと増加していることが分かります．これらの結果は明らかにポストアニール処理がシリコン薄膜の結晶性向上に有効であることを示しています．

今後の展望

シリコンナノ構造形成において，シリコンの熱酸化やエッチングは，ナノシリコン技術の中では依然として重要なプロセスです．数十から数ナノへとさらに進むシリコンナノ薄膜薄層化の要請を満たすためには，今後，界面や膜の形成を原子レベルで理解し，その理解に基づいてナノ構造を形成する必要があります．しかし，現状では，膜の中に埋もれてしまうナノ構造の形成過程を観察する技術は確立されていません．そこで，今後は，熱酸化過程中のナノ構造形成をその場で観察できるX線回折装置を開発し，シリコンナノ構造の形成過程をより精密に制御する研究を展開していきます．

■参考文献

(1) Y. Takahashi, T. Furuta, Y. Ono, T. Ishiyama, and M. Tabe: “Photoluminescence from a silicon quantum well formed on separation by implanted oxygen substrate,” Jap. J. Appl. Phys., Vol. 34, pp. 950-954, 1995.

(2) H. Omi, D. J. Bottomely, and T. Ogino: “Strain distribution control on the silicon wafer for advanced nanostructure fabrication,” Appl. Phys. Lett., Vol. 80, pp. 1073-1075, 2002.

(3) H. Omi, T. Kawamura, S. Fujikawa, Y. Tsusaka, Y. Kagoshima, and J. Matsui: “In-plane strain distribution in the surface region of thin silicon overlayers on insulator,” Appl. Phys. Lett., Vol. 86, 2631112-2631114 , 2005.

(4) T. Kawamura, Y. Watanabe, Y. Utsumi, K. Uwai, J. Matsui, Y. Kagoshima, Y. Tsusaka, and S. Fujikawa: “In-situ observation of superstructures on InP(001) under hydrogen atmospheric environment with using incidence x-ray diffraction,” J. Cryst. Growth, Vol. 221, pp. 106-110, 2000.

(5) V. S. Speriosu: “Kinematical x-ray diffraction in nonuniform crystalline films: Strain and damage distributions in ion-implanted garnet,” J. Appl. Phys., Vol. 52, pp. 6094-6103, 1981.

（左から）尾身　博雄 / 川村　朋晃

表面および界面での物質の動きを原子レベルで理解することに基づき，ウエハスケールでナノ構造を自己組織的に形成する技術を，またナノ構造を放射光X線を使って精密に評価する技術を確立することに精進します．

◆問い合わせ先
NTT物性科学基礎研究所
機能物質科学研究部
TEL　046-240-3362
FAX　046-270-2362
E-mail　homi@will.brl.ntt.co.jp