

## 最近の技術から

# a-Si 系薄膜気相成長の *in-situ* エリプソメトリー

畑 中 義 式

静岡大学電子工学研究所 〒432 浜松市城北 3-5-1

### 1. はじめに

最近プラズマを利用した薄膜の堆積またはエッチングの技術が実用的な見地から実を結び、多く利用されるようになってきている。また、MBE等、超高真空下での薄膜成長の過程はRHEED等によって広く研究が展開され、明らかとなってきている。しかし、プラズマを利用した薄膜の堆積に関してはプラズマの存在によるプロービングの制限から、ほとんど明らかにされていない。低温プラズマ中での薄膜の成長過程を知るのに使うことのできるプローブとしては光を用いるのが唯一の手段といつてよい。そこで、われわれはエリプソメトリーを用いて、プラズマ中での薄膜の堆積過程を「その場」で観察することを試みた。この方法を用いれば薄膜の初期堆積数十Åの領域の観察により内部と界面の組成物性的な違いの一部を明らかにすることができ、とくにa-Si系薄膜で、TFT等、開発面で益するところが大きいものと思われる。

### 2. エリプソメトリー

エリプソメトリーは光の偏光状態の反射における変化を計測するものであり、測定方法は、消光法(NE)<sup>1)</sup>回転検光子法(RAE)<sup>2)</sup>、回転位相子法(RPE)<sup>3)</sup>がある。最近プラズマ中での「その場」測定の要求から、RAE、およびRPEを用いた研究例がある<sup>4,5)</sup>。エリプソメトリーは装置の設定にきわめて高い確度を要するものであり、とくに上記二つの方法はその影響を受けやすい。われわれは古典的ではあるが、各素子の絶対方位設定誤差や、位相素子の系統誤差などが打ち消される4ゾーン消光法を用いたエリプソメトリーを採用し、堆積装置に設置した。

### 3. 光学素子の検討と測定の自動化

エリプソメトリーでは反射面に対してS偏光とP偏光の反射係数比と位相差より、膜厚( $d$ )と屈折率( $n$ )を知ることができる。装置の光路の設定の関係より入射角

は固定であり、光源としてGaAs半導体レーザー( $\lambda=780\text{ nm}$ )を用いた。これはa-Si:H膜での屈折率の虚数項(吸収係数)をほぼゼロとし、 $n$ と $d$ とを明確に求められるように考えたためである。偏光子、検光子はグラントムソンプリズム(GTP)を用いた。消光比は $10^{-5}$ 以下であり、挿入による楕円率はBSCの位相差と方位角から $0.1^\circ$ 以下と求められ、本測定に十分使用可能である。近赤外用ポラロイド板偏光子は本実験に使用するに十分な値を得ることができなかった。また真空容器への窓ガラスは厚さ $10\text{ mm}$ で $\lambda/10$ の平行平板を使用した。実験条件内で窓ガラスの影響はまったく現れなかった。

自動化に対しては、図1で示されるように、偏光子(PL)、検光子(AL)および位相子(PH)がコンピュータ制御下でモーターで回転されるものとした。PLとALはパルスモーターで角度を設定し、PHは直流モーターで連続回転し、その消光点の角度を読み取ることにした。すなわちPLを $+45^\circ$ または $-45^\circ$ に角度設定し、PHの半回転ごとに2回の光強度の極小値が現れるが、その一つの極小値が最小になるようなALの値から、楕円偏光の二つのパラメータを決定する。「その場」測定において、薄膜の成長過程を追従測定を行う場合、4ゾーン測定は時間的に困難であり、初期において

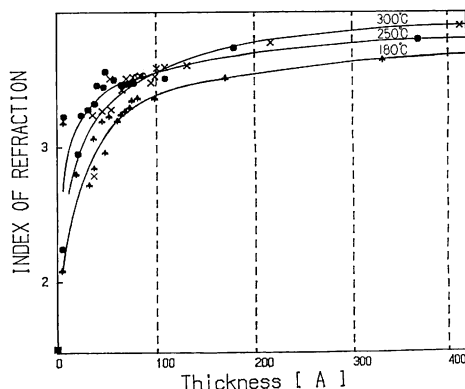


図1 *In-situ* エリプソメトリー装置の概要

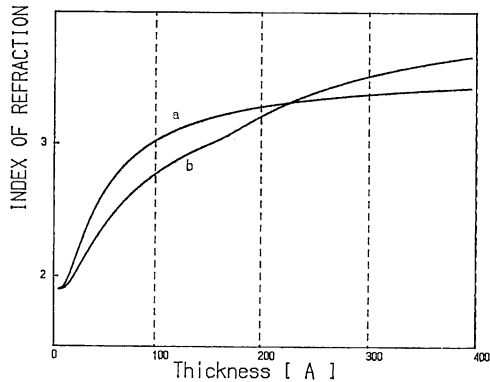


図 2 ガラス基板上的 a-Si:H 薄膜の屈折率の膜厚依存性

4ゾーン測定により設定値の確認を行った後、1ゾーンで追従させ、必要に応じて随所で4ゾーン測定を挿入する等を行うこととした。測定時間は、1ゾーンの1ポイントで1秒以内であるが4ゾーンでは約4分程度を要し、改善の余地は残されている。

#### 4. 薄膜成長のモニター

##### 4.1 ガラス基板上に a-Si:H

図2にはガラス基板上に a-Si:H を堆積させたときにおける厚さに対する屈折率を求めたものである。これは時間に対し厚さと屈折率がそれぞれ見積もられたものを膜厚に対してプロットしなおしたものである。実線は屈折率勾配を仮定し、実測値に合うようにフィットさせたものである。膜のごく薄い部分では測定誤差も大きくなるが、20 Å ぐらい十分評価できる値である。a-Si:H の基板温度をパラメータとしているが高い温度で水素の含有が少なく  $n$  値が大きい。界面では  $n$  値の減少が見られ、約 50 Å の領域で影響が現れている。これは水素含有の増大か、または基板からの酸素の混入か、あるいは、膜構造に関するものか、この限りでは不明である。

##### 4.2 透明電極上への a-Si:H

ITO または SnO<sub>2</sub> をエリプソメトリーで測定しようとするとき、これらは多結晶であるために、その表面が完全に平滑ではないので、単純に適用することはむずかしい。われわれは ITO はスパッタ法で作られたもので Å オーダーで平滑なもの、SnO<sub>2</sub> はとくに薄く、平滑性の良いものを用いた。図3で(a)、(b)カーブはそれぞれ SnO<sub>2</sub> と ITO 上に a-Si:H を堆積したものに対応する。ガラスの上の場合よりもはるかに大きく下地の影響があらわれており、ITO では約 200 Å にわたって屈折率の低下が見られる。これらについて、基板上的透明電

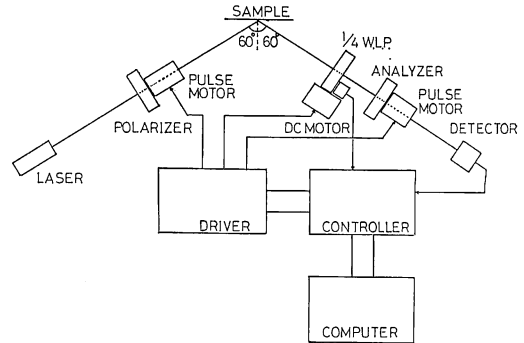


図 3 透明電極 (SnO<sub>2</sub>(a), ITO(b)) 上の a-Si:H の屈折強度の膜厚依存性

極の成分が堆積膜中へ混入するためであることは、別に XPS の測定を通して確かめられている<sup>6)</sup>。

## 5. む す び

CVD 等の薄膜堆積を光をプローブとしてエリプソメトリーにより測定する手段は、膜厚と屈折率の二つの値が同時に得られ、界面での膜物性と、初期の堆積機構を調べるのに有用な手段であることを実証することができた。

最後に本装置の試作は修士課程密岡久仁彦君と、大桑政幸君の健闘の成果であり、また本測定法に関し、山口十六夫教授の良き助言により実を結ぶことができた。ここに謝意を表します。

## 文 献

- 1) R. A. Archer: "Determination of the properties of film on silicon by the method of ellipsometry," J. Opt. Soc. Am., **50** (1962) 970.
- 2) B. D. Cahan and R. F. Spanier: "A high speed precision automatic ellipsometer," Surface Sci., **16** (1969) 166.
- 3) S. N. Jasperson and S. E. Schnatterly: "An improved method for high reflectivity ellipsometry based on a new polarization modulation technique," Rev. Sci. Instrum., **40** (1969) 761.
- 4) R. W. Collins: "Interface formation and microstructural evolution in a-Si:H/a-SiN<sub>x</sub>:H," J. Appl. Phys., **60** (1986) 1377.
- 5) A. M. Antoine and B. Drevillon: "Influence of the substrate on the early stage of growth of hydrogenated amorphous silicon evidence by kinetic ellipsometry," J. Appl. Phys., **63** (1988) 360.
- 6) Y. Hatanaka, K. Mitsuoka and T. Yamaguchi: "Properties of a-Si:H based interface transient layer measured by *in-situ* ellipsometry," Appl. Surface Sci., **41/42** (1989) 591.

(1990年7月25日受理)