

超平坦 SiO<sub>2</sub>/Si 界面において非等方に変調された  
Si の逆格子マッピング測定  
Measurement of reciprocal lattice mapping anisotropically transformed on  
super-smooth SiO<sub>2</sub>/Si interface

服部 真季<sup>a</sup>, 小瀬村 大亮<sup>a,b</sup>, 武井 宗久<sup>a</sup>, 永田 晃基<sup>a</sup>, 赤松 弘彬<sup>a</sup>, 富田 基裕<sup>a</sup>, 水上 雄輝<sup>a</sup>,  
橋口 裕樹<sup>a</sup>, 山口 拓也<sup>a</sup>, 小椋 厚志<sup>a</sup>  
諏訪 智之<sup>c</sup>, 寺本 章伸<sup>c</sup>, 服部 健雄<sup>c</sup>, 大見 忠弘<sup>c,d</sup>  
小金澤 智之<sup>e</sup>, 廣沢 一郎<sup>e</sup>  
M. Hattori<sup>a</sup>, D. Kosemura<sup>a,b</sup>, M. Takei<sup>a</sup>, K. Nagata<sup>a</sup>, H. Akamatsu<sup>a</sup>, T. Tomita<sup>a</sup>, Y. Mizukami<sup>a</sup>,  
H. Hashiguchi<sup>a</sup>, T. Yamaguchi<sup>a</sup>, A. Ogura<sup>a</sup>  
T. Suwa<sup>c</sup>, A. Teramoto<sup>c</sup>, T. Hattori<sup>c</sup>, T. Ohmi<sup>c,d</sup>,  
T. Koganezawa<sup>e</sup>, I. Hirosawa<sup>e</sup>

<sup>a</sup> 明治大学, <sup>b</sup> 学振研究員,

<sup>c</sup> 東北大学未来科学技術共同研究センター, <sup>d</sup> 東北大学原子分子材料科学高等研究機構,

<sup>e</sup> 財団法人高輝度光科学センター

<sup>a</sup> Meiji University, <sup>b</sup> JSAP Research Fellow

<sup>c</sup> New Industry Creation Hatchery Center, <sup>d</sup> WPI Research Center, Tohoku University

<sup>e</sup> Japan Synchrotron Radiation Research Institute

SiO<sub>2</sub>/Si 酸化膜において界面の構造や歪の状態を明らかにするため、X 線回折法を用いて Si 110 の回折の逆格子マッピング測定を行った。Si バルクでは禁制反射の 110 通常反射は、SiO<sub>2</sub>/Si 界面の情報のみを与える。今回の測定では 110 回折ピークが 2 つにスプリットする結果が得られた。界面の 2 種類のドメインに対応すると考えられる。試料の作成条件によって、2 つのピークのスプリット幅や相対強度が異なり、これは Si (001) 基板の面法線と Si 結晶の[001]方位の角度差（傾き角）や界面での局所歪に関係あることが示唆された。

キーワード： ゲート酸化膜、in-plane XRD、逆格子マッピング

#### 背景と研究目的：

酸化プロセスは LSI を作製するにあたり、最も重要なプロセスであると言える。今日では、LSI の微細化に伴い高集積化・高性能化が求められる中、ゲート酸化膜の薄膜化は推し進められてきた。薄膜化が進むにつれて従来に比してもさらに SiO<sub>2</sub>/Si 界面特性が重要な役割を果たすようになった。今後、LSI の信頼性を維持していくためには、さらに高品質な酸化膜の形成が重要となる。そこで原子層レベルでの酸化プロセス制御が求められており、そのためには酸化過程や界面近傍の構造を明らかにすることが必要不可欠である。

#### 実験：

測定試料としては、原子層レベルで平坦な Si (001) 基板 (Ra=0.03nm) を用いた。この基板上に Ar 雰囲気中の酸素濃度 10% で、酸化温度を 900°C、1050°C でドライ酸化を行った試料と、酸素 100% 酸化温度 900°C、1000°C とした試料を用意した。更に、対照試料として O<sub>2</sub>/Kr の混合プラズマにより 400°C で形成したプラズマ酸化膜の測定も行った。なお、これらの酸化膜厚は約 7 nm である[1]。

様々な条件で酸化した SiO<sub>2</sub>/Si 酸化膜界面を in-plane XRD を用いて、φ 角を 0.001° 刻みで 0.1° の範囲を走査した 110 回折の逆格子マッピング測定を行った。SiO<sub>2</sub>/Si 界面近傍の測定であるため X 線入射角度を 0.14° (Si 侵入深さ: 約 5.1nm) とし、この時の X 線エネルギーを 10keV とした。

### 結果および考察：

図1に酸素濃度10%1050℃の試料において、110回折の逆格子マップを示す。Si 110回折は禁制反射であるが、界面の反射では反射強度がゼロにならない。その結果、界面近傍の情報のみを得ることが可能である。単結晶基板からの回折ピークは1本のみ観測されるのが一般的であるが、本測定では回折ピークが2つにスプリットする現象を観測した。この現象についてはSi (001)基板の面法線とSi結晶の[001]方位の角度差（傾き角）によるものと考えられる[2]。110の逆格子点付近の111や $1\bar{1}\bar{1}$ などの点からの逆格子ロッドが、傾き角により変調を受けるために、その差が大きいほど110点からずれて観測される。そのため、2つのピークの間隔が狭いほど傾き角は小さいと考えられる。また、逆格子マッピングの2つのピークから得られる強度比より、界面近傍に歪が存在していることを示唆している。図2は図1の逆格子マッピングのピークトップを通るような $\phi$ スキャンの回折ピークである。左右のピーク強度のどちらがどの程度強いかわかることで、圧縮歪、引っ張り歪の有無や、歪の大きさを得ることが可能である。その他の測定試料についても、2つのピークの間隔や強度比が異なっていたため、熱酸化の条件によって歪や構造が異なっていることが考えられる。

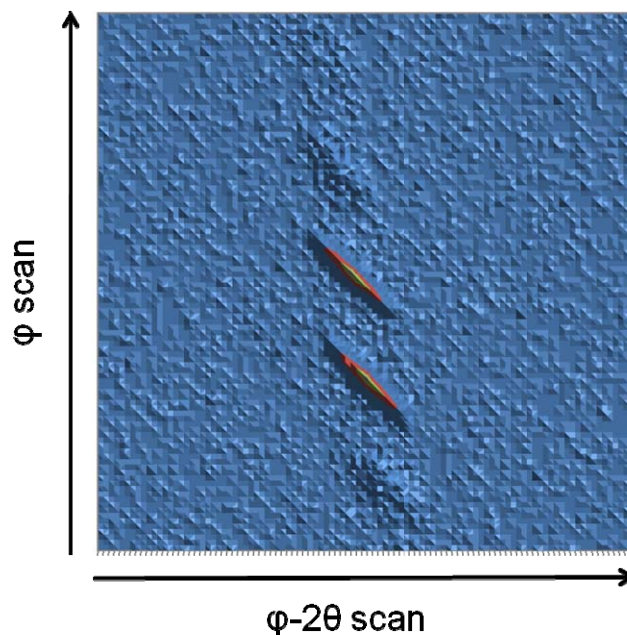


図1. 10% 1050℃の酸化膜試料によるSi 110逆格子マップ

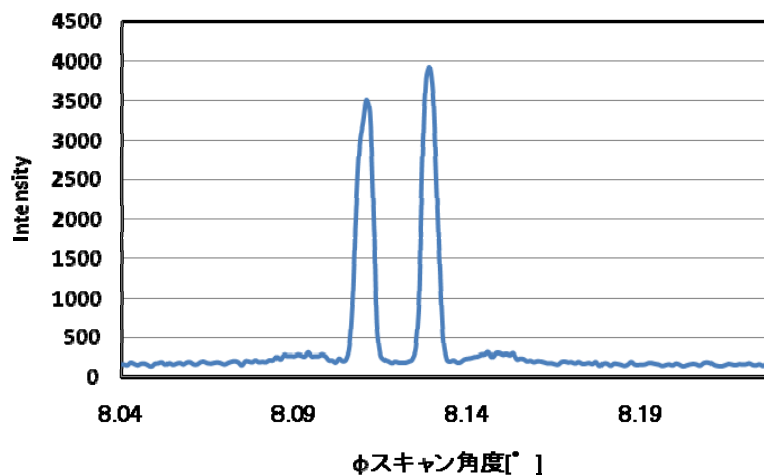


図2. 10% 1050℃の回折ピーク

#### 今後の課題：

上記において、Si 110 回折の 2 つのピーク強度比などから歪の存在が示唆されることを述べた。しかし、定量的な歪量を求めるまでには至っていない。それは、歪が微量であるために傾き角による回折への影響が大きくなるため、正確な歪量を求めるのが困難なためである。そこで、440 や 400 などの 110 以外の方位からの回折ピークや、Si 110 回折の 2 つのピーク間隔などのデータから傾き角を求めることで不確定要素をひとつ削減し、界面での定量的な歪量を求めるとともに、Si の熱酸化過程を明らかにする。

#### 参考文献：

- [1] R. Kuroda, *et al*, Extended Abstract of the International Conference on Solids State Devices and Materials, p. 706, Tsukuba (2008).
- [2] 堀尾吉巳, 表面科学, Vol. 22, No. 8, pp. 522-529, 2001.