

電子工学科 実験報告書

実験題目： MOS 構造の作製と特性評価
担当教員： 西 敬生 教授
実験開始日： 令和 5 年 6 月 15 日
実験終了日： 令和 5 年 6 月 22 日
提出日： 令和 5 年 6 月 27 日
再提出日：

学年： 5 年
出席番号： 12
実験班： B 班
氏名： 河合 将暉

共同実験者名：

コメント欄

1 目的

トランジスタ製作の基本技術の習得と MOS トランジスタの基本特性である MOS 容量の電圧依存性, 周波数特性および酸化膜厚の参加時間依存性について学ぶ.

2 解説

2.1 MOS 構造

MOS とは Metal(金属) - Oxide(酸化膜) - Semiconductor(半導体) の頭文字の略称である. 半導体 Si の表面を酸化させ, 絶縁体酸化膜 SiO_2 が形成される. この上に金属電極を積むことで図??の MOS 構造が形成される.

2.2 作製過程

1) ウェーハ洗浄

Si ウェーハの表面は一度パッケージから出してしまうと, たとえクリーンルーム内といえども, 多かれ少なかれ汚染される. 本校クリーンルームはクラス 10000 (1 立方フィート内に $0.5\mu\text{m}$ の粒子が 1 万粒) とされ, 専門家ではない学生が扱うことを考えれば, ウェーハを扱う企業の現場 (クラス 1~100) より非常に汚染されやすい環境にある. 具体的にウェーハ表面を汚染するものや除去したいものとしては

- (a) パーティクル
- (b) アルカリ金属, 重金属
- (c) 有機物
- (d) Si 自然酸化膜

以上が挙げられる. ここでのパーティクルとは, 材質などは問わずに, 粒形が数百 nm 以上のものの総称である.

これらをウェーハ表面に物理的・科学的にダメージを与えることなく, 除去する洗浄方法が必要とされており, RCA 法など, 多くの方法が提案されている.

2) 酸化膜形成

Si の酸化膜はウェーハを, 酸素を満ちた $900\sim 1200^\circ$ の高温の炉中に入れ, 熱酸化によって形成されることが多い. 満ちた酸素の供給源としては, 乾燥した純粋な酸素 O_2 を送り込むドライ酸化と, 水蒸気または水素と酸素の混合気を送り込むウェット (水蒸気またはスチームなどともいう) 酸化がある.

酸化のメカニズムは,

- (a) 酸化種 (O_2 または H_2O) が表面で反応もしくは SiO_2 に吸着される.
- (b) 吸着された O_2 または H_2O が酸化膜 SiO_2 の中を拡散してシリコンの界面に達する.
- (c) シリコンとの界面でシリコンと反応して SiO_2 になる.

といった段階を経る。酸化速度は酸化膜 SiO_2 が薄い時には 3 の化学反応の速度で決まり、厚い時には 2 の拡散する速度によって決まる。前者の状況を反応律速、後者を供給律速という。

全体の反応を式で表すと

$$T_{OX}^2 + AT_{OX} = B(t + \tau_0) \quad (1)$$

となり、ここで A,B は温度と酸化条件で決まる定数、 τ_0 は初期の酸化膜厚に対応する定数である。酸化時間 t が長くて、 T_{OX} が厚いときには

$$T_{OX}^2 \simeq (B/A)(t + \tau_0) \quad (2)$$

となる。これらの酸化定数を表 1 に示す。

表 1: シリコンのドライ酸化時の酸化定数

酸化温度 $T [^\circ\text{C}]$	$A [\mu\text{m}]$	$B [\mu\text{m}^2/\text{h}]$	$\tau_0 [\text{h}]$
1200	0.040	0.045	0.027
1100	0.090	0.027	0.076
1000	0.165	0.0117	0.37
920	0.235	0.0049	1.40
800	0.370	0.0011	9.0

- 3) フォトリソグラフィ IC 製造において各種材料膜を所望の形状加工にするため、パターニングを施すことをフォトリソグラフィと呼ぶ。この工程は通常の写真技術の応用であり、以下の手順を踏む。

- (a) レジスト塗布 (感光剤塗布)：ウェーハ上にフォトレジストという感光性樹脂をコーティング
- (b) 露光：平面的パターンが書かれたマスクを通し、光を照射して、パターンをレジストに転写
- (c) レジスト部分除去：レジストの化学反応により変質した部分を除去することでマスクパターンと同じレジストパターンが形成される。
- (d) 加工：部分的なレジストの除去により、レジストの下層が一部分、表出。その表出部分をエッチングしたり、上から蒸着や塗布などを行ったりすることで、パターンと同じ構造を形成できる。

レジスト

レジストには光が当たった部分が残るネガ型と、光が当たった部分が解けて取れるポジ型があり、本実験ではポジ型の OFPR という商品名で、光が当たるとアルカリ溶液に可溶性となる。レジストの塗布にはスピナー (スピンコーター) と呼ばれる塗布機を用いる。これはウェーハにレジストを滴下後高速回転させることで一定の膜厚のレジストのコーティングを可能とする。

露光

マスク粗いなどと呼ばれる。マスク接触型の露光装置で行われる。光学ステージへのセットは自動で行われる。露光の高原には高圧水銀ランプから発せられる紫外線 (i 線、波長 $\lambda = 365\text{nm}$)

- 4) フォトリソグラフィ
IC 製造において各材料膜を所望の形状に加工するため、パターニングを施すことをフォトリソグラフィと呼ぶ。この工程は通常の写真技術の応用であり、以下の手順を踏む。

- (a) レジスト塗布 (感光剤塗布)
ウェーハ上にフォトレジストという感光性樹脂をコーティング

- (b) 露光
平均的パターンが描かれたマスクを通し、光を照射して、パターンをレジストに転写
- (c) レジスト部分除去
レジストの光化学反応により変質した部分を除去することで、マスクパターンと同じレジストパターンが形成される。
- (d) 加工
部分的なレジストの除去により、レジストの下層が一部分表出する。その表出部分をエッチングしたり、上から蒸着や塗布を行うことで、パターンと同じ構造を形成できる。

2.3 MOS 構造の電気的特性

1) 電圧印加による 3 つの状態

MOS 構造は、図??のように印加電圧によって電氣的に 3 つの状態に変化する。図??はプラスの電圧 V_1 を印加した状態で、酸化膜を挟んで電極下の半導体の部分に電子が引き寄せられ、多数キャリアの正孔と引き寄せられた電子が再結合し、キャリアの存在しない空乏層と呼ばれる領域が生じる。これを空乏状態という。 V_1 より大きな電圧を印加するとより多く電子が引き寄せられ、酸化膜 - 半導体界面のごく薄い部分だけ P 形から N 形に“反転”する。これを図??のように反転層といい、反転状態と呼ぶ。このように MOS 構造では、半導体の伝導型を電圧によって変化させることができる。MOS トランジスタはこれを利用している。図??は蓄積状態と呼ばれ、 V_3 を印加すると正孔を引き寄せ、その部分の抵抗率が下げられる。

2) 電圧 - 容量特性

MOS 構造は金属で絶縁体をサンドイッチしていると考ええるとコンデンサの一種と見ることもできる。空乏層という絶縁層を生じさせ、印加電圧によって空乏層幅を変化させられるため、静電容量も変えることができる。図??は MOS 構造の $C - V$ 特性で周波数によって特性が図のように変化する。

3 実験方法

3.1 使用器具

本実験での使用器具を表 2 に示す。

表 2: 使用器具

No	機器名	型番	シリアル No	備考
1	横型管状電気炉			
2	ドラフター			
3	スピンコーター			
4	ジェットオープン			
5	真空蒸着装置			
6	超音波洗浄機			
7	ホットプレート			
8	マスクアライナ			
9	顕微鏡			
10	LCR メータ			
11	定電圧電源			
12	グローブボックス			
13	シリコン基板			

3.2 実験方法

MOS 構造の作成工程を図??に示す. 図??で完成した MOS 構造の静電容量 – 電圧特性, 周波数依存性を測定した. 作成手順を以下に示す.

- 1) プライムウェーハ初期洗浄
排気装置であるドラフターの中で表 3 の手順に従って洗浄作業を行った.

表 3: 初期洗浄方法

手順	洗浄方法	時間 [分]	使用ビーカ
1	セミコクリーン 23 による超音波洗浄	5	セミコクリーン
2	純水オーバーフロー	5	セミコクリーン – H ₂ O
3	遠心乾燥	1	

- 2) 酸化膜形成
酸化膜形成の条件を以下に示す.

- 電気炉の温度: 1060°C
- レギュレータ圧力: 酸素 3 L/min, 窒素 3 L/min
- ガス流量: 酸素 1 kg/cm², 窒素 1.2 kg/cm²
- 酸化時間: 50 分, 65 分, 80 分

実際には電気炉を稼働させてから最初の 20 分は温度が安定せず, 一時的に 1160°C まで上昇した.

次に, 酸化膜形成の手順を以下に示す.

- 窒素を流すスイッチ (1 – SV) が ON で, 窒素フローメーターが 3 L/min であることを確認した.
- ウェーハを石英製ホルダーにセットし, そのホルダーごと電気炉の入口の手前 (電気炉の外) に置いた.
- 手袋をし, 電気炉の入口に石英棒で, ウェーハをゆっくりと中央に挿入し, 蓋をした.
- 酸素を流すスイッチ (2-SV) を ON, 酸素フローメーターが 3 L/min であることを確認した.
- 1 – SV を OFF, 窒素を 0 にした.
- 酸化時間後, 1 – SV を ON, 窒素フローメーター 3 L/min であることを確認した.
- 2 – SV を OFF, 酸素を 0 にした.
- 手袋をし, 電気炉の蓋を取った.
- ウェーハをゆっくりと取り出し, 入口のところで 2 分間置いた.
- 電気炉の外まで引出し, 3 分置いた後, トレイからウェーハを 1 枚取った.
- (c) に戻り, 全てのウェーハを所定時間酸化し終わるまで続けた.

- 3) 表面 Al 蒸着

ゲートとなる金属 (Al) をウェーハ表面に蒸着した. 蒸着減となるタングステンヒータと Al 塊を表 4 のように有機洗浄した. その後, 真空蒸着装置にウェーハ, タングステンヒータと Al 塊をセットし, 装置内を真空にした後, 蒸着.

表 4: タングステンヒータとアルミの有機洗浄方法

手順	洗浄方法	時間 [分]	使用ビーカ
1	アセトン	5	AL - US
2	メタノール	5	AL - US
3	アセトン	5	AL - US
4	メタノール	5	AL - US
5	ホットプレート上で乾燥		

4) フォトリソグラフィ

蒸着した Al 薄膜を 2mm 角の電極パターンとして形成するため、フォトリソグラフィを行った。使ったレジストは感光部が溶けるポジ型を使用するため、定着液も必要となった。窒素中プリベークのあと、コンタクトアライナ方式により露光され、現像後、ポストベークを行った。フォトリソグラフィの手順は以下に示す。

- (a) ジェットオープンの設定温度が 110 度、窒素流量が 5 L/min であることを確認した。
- (b) ウェーハを金属網の上に載せ、網ごとジェットオープンに入れ、3 分間ベーキングを行った。
- (c) ジェットオープンから網ごとウェーハを取り出した。
- (d) スピナーの電源が入っていること、壁にある真空弁が開いていることを確認した。
- (e) スピナーの中央部にある試料台に Al 電極面を上に向けてウェーハを置いた。
- (f) 真空チャックスイッチを ON にした。
- (g) 定着液 (OAP) をスポイトで滴下後、スピナーをスタートさせた。
- (h) ポジレジスト (OFPR - 800) をスポイトで滴下した。レジストの粘度が高いため、直径 2.5cm 程度の円になるように多めに滴下する。
- (i) ウェーハを網の上に置き、残りのウェーハも同様の手順を行った。
- (j) ジェットオープンに網ごとウェーハを入れ、90 秒ベーキングを行った。
- (k) 網ごとウェーハをマスクアライナのところに運んだ。
- (l) マスクアライナのマスクホルダ両脇にあるマスクロックレバーを外側に向け、リリースした。
- (m) マスクフォルダを持ち上げて開き、試料台の中心が合い、円の中に試料が入るようにウェーハを設置した。
- (n) 試料固定ボタンを ON にした。
- (o) マスクフォルダを閉じ、両脇のマスクロックレバーを内側にしてロックした。
- (p) マスクパターンがウェーハの Al の中に完全に収まるように X,Y まわして調整した。
- (q) 試料台 Z 軸動作ボタンを ON にして、8 秒間露光した。
- (r) ランプハウスを後ろに移動させ、試料台 Z 軸動作ボタンを OFF にした。
- (s) マスクホルダの両脇のマスクロックレバーを外側にして、リリースし、マスクホルダを開いた。
- (t) 試料固定スイッチを OFF にし、試料を取り出した。残りのウェーハについても同様に行った。
- (u) 露光を終えたウェーハをフッ素樹脂製ディッパーに装着した。
- (v) 2 台のスターラーの電源が入っていることを確認した。
- (w) ウェーハを 1 枚ずつ、攪拌中の現像液の中に 2 分間ディッパーごと浸した。感光した部分だけのレジストが落ち、マスクの模様が反転出現することを確認した。
- (x) ウェーハ上の水分を飛ばすため、窒素ガンでウェーハに対して窒素を吹きかけた。

(y) 窒素流量 5 L/min のジェットオープンにウェーハを入れ、110 °C で 3 分間ベーキングを行った。

5) Al エッチング

パターン通りに Al エッチングし、電極を形成する。エッチングの条件は表 5 に示す。

表 5: アルミエッチングの方法

手順	洗浄方法	温度 [°C]	時間 [分]	使用ビーカー
1	エッチング液 泡が出なくなるまで浸す	43	泡が出なくなるまで	AL - ETCH
2	純水オーバーフロー		1	AL - H ₂ O
3	遠心乾燥		1	

エッチング液はホットプレートで 43 度に上げた。温度はエッチング液に入れた温度計で測定した。43 度のエッチング液は高い粘性を示した。ウェーハを単独で入れてしまうと後で取り出しにくいので、ウェーハはピンセットに挟んだまま液に浸した。Al の溶液はエッチング液中に気泡が生じることによって確認できた。泡がなくなったとき、エッチングを終了し、純水オーバーフローを行った。

6) レジスト除去

Al 電極上のレジストを有機溶媒で除去。ウェーハトレごと洗浄し、メタノールに浸すときはホットプレートを使用した。表 6 にレジスト除去の方法を示す。

表 6: レジスト除去の方法

手順	洗浄方法	温度 [°C]	時間 [分]	使用ビーカー
1	リンス 1		3	AL - RINSE1
2	リンス 2		1	AL - RINSE1
3	アセトン		浸す	AL - ACETONE
4	メタノール	沸騰	浸す	AL - METHANOL
5	ホットプレートの紙上で乾燥	150		

7) 表面レジスト塗布

この後の行程の裏面酸化膜エッチングでの表面酸化膜および、Al 電極の保護のため、表面をレジストでコーティングした。手順はフォトリソグラフィの (a) から (j) までをもう一度行った。

8) 裏面酸化膜エッチング

エッチングにはバッファードフッ酸を用いた。シリコンはバッファードフッ酸に対して撥水性を有するためウェーハがエッチング液をはじくのを確認したら、その後 30 秒間フッ酸に浸し、純水オーバーフローを行った。以下に手順を表 7 に示す。

表 7: 裏面酸化膜エッチングの方法

手順	洗浄方法	時間 [分]	使用ビーカー
1	バッファードフッ酸 ウェーハがフッ酸をはじくまで	+0.5	G - BHF
2	純水オーバーフロー	5	G - H ₂ O - BHF
3	遠心乾燥	1	

9) レジスト除去

表 6 と同様の手順で表面のレジストを除去した。

10) Al 蒸着

タングステンヒータとアルミ塊の洗浄を行い表面と同様にアルミ蒸着を行った。ウェーハは裏面酸化膜エッチングしたものを蒸着装置にセットした。

3.3 測定方法

1) アルミゲート電極面積測定

- (a) 測定前に標準器により，較正を行った。
- (b) アルミ電極の大きさは2mm 角や 4mm 角とされているが，今回は2mm 角のアルミ電極に対して顕微鏡を用いて正確な電極面積を測定した。
- (c) 実験時間の都合上，班員 1 名が測定したデータをそのまま測定値として結果に用いた。

2) 容量測定

- (a) グローブボックス内のプローブにウェーハをセットした。
- (b) 定電圧電源により，酸化膜上のアルミ電極 (ゲート) に外部電圧を加えた。
印加電圧は± 10V の範囲で容量が大きく変化する間隔で測定を行った。
- (c) 電圧印加時の静電容量を LCR メータを用いて測定した。
- (d) 測定周波数 1k, 10k, 100k, 1M の 4 種類を測定した。

4 実験結果

4.1 アルミゲート電極面積測定

4.2 容量測定

表 8: 酸化時間 50 分のウェーハの電圧 - 容量特性

印加電圧 [V]	周波数 [kHz] ごとの静電容量 [nF]			
	1000	100	10	1
-10	1.51	1.45	1.44	1.44
-8	1.51	1.44	1.44	1.44
-6	1.5	1.43	1.43	1.43
-4	1.48	1.41	1.41	1.41
-3	1.44	1.39	1.38	1.38
-2.8	1.43	1.37	1.37	1.37
-2.6	1.41	1.35	1.35	1.35
-2.4	1.38	1.32	1.32	1.32
-2.2	1.33	1.28	1.28	1.28
-2	1.25	1.21	1.21	1.21
-1.8	1.11	1.09	1.1	1.1
-1.6	0.862	0.911	0.97	0.946
-1.4	0.639	0.66	0.754	0.718
-1.2	0.524	0.511	0.535	0.518
-1	0.457	0.444	0.499	0.453
0	0.35	0.344	0.345	0.68
1	0.35	0.343	0.344	0.71
2	0.35	0.343	0.344	0.694
4	0.35	0.343	0.344	0.737
6	0.351	0.343	0.344	0.75
8	0.351	0.344	0.345	0.762
10	0.351	0.344	0.345	0.774

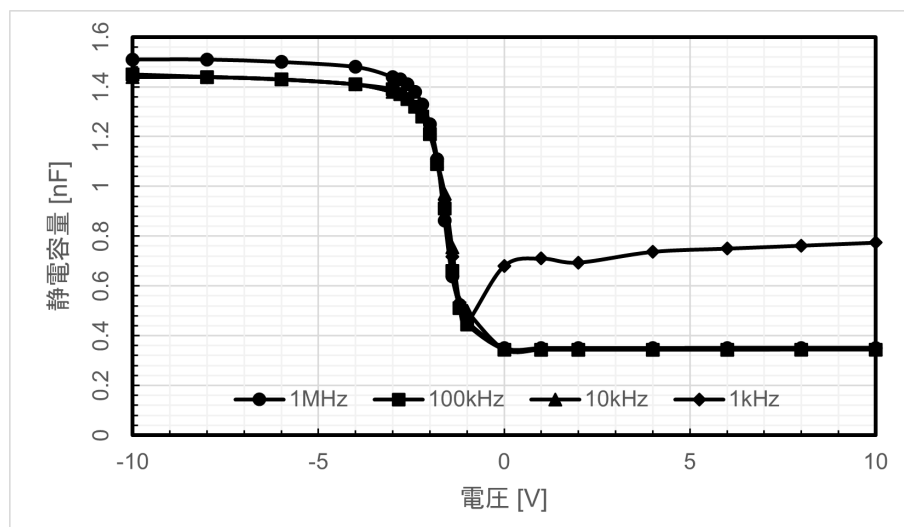


図 1: 酸化時間 50 分のウェーハの電圧 - 静電容量特性のグラフ

表 9: 酸化時間 65 分のウェーハの電圧 - 容量特性

印加電圧 [V]	周波数 [kHz] ごとの静電容量 [nF]			
	1000	100	10	1
-10	1.26	1.21	1.2	1.2
-8	1.26	1.2	1.2	1.2
-6	1.25	1.19	1.19	1.19
-4	1.23	1.17	1.18	1.18
-3	1.2	1.14	1.14	1.14
-2.8	1.18	1.13	1.13	1.13
-2.6	1.16	1.11	1.11	1.11
-2.4	1.12	1.08	1.08	1.08
-2.2	1.06	1.03	1.03	1.03
-2	0.967	0.962	0.969	0.97
-1.8	0.815	0.856	0.89	0.898
-1.6	0.634	0.68	0.767	0.817
-1.4	0.522	0.523	0.577	0.67
-1.2	0.458	0.448	0.459	0.537
-1	0.415	0.405	0.409	0.625
0	0.378	0.371	0.374	0.97
1	0.379	0.375	0.375	1
2	0.381	0.382	0.38	1.02
4	0.383	0.383	0.388	1.03
6	0.384	0.384	0.394	1.04
8	0.388	0.386	0.396	1.05
10	0.389	0.387	0.399	1.05

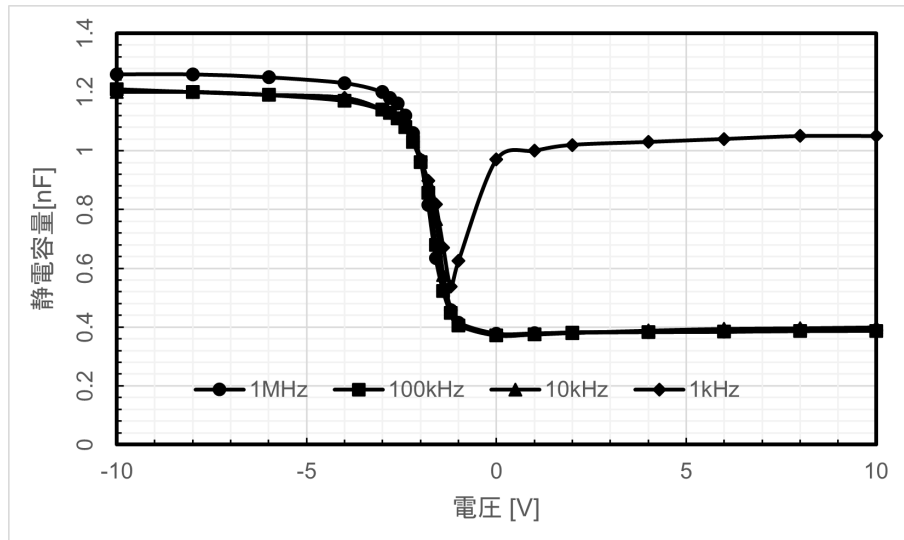


図 2: 酸化時間 65 分のウェーハの電圧 - 静電容量特性のグラフ

表 10: 酸化時間 80 分のウェーハの電圧 - 容量特性

印加電圧 [V]	周波数 [kHz] ごとの静電容量 [nF]			
	1000	100	10	1
-10	1.04	0.989	0.99	0.991
-8	1.04	0.985	0.988	0.989
-6	1.04	0.981	0.983	0.985
-4	1.02	0.97	0.972	0.974
-3	1.01	0.952	0.955	0.956
-2.8	0.999	0.947	0.948	0.949
-2.6	0.989	0.938	0.939	0.94
-2.4	0.975	0.924	0.925	0.926
-2.2	0.953	0.904	0.905	0.906
-2	0.919	0.872	0.872	0.873
-1.8	0.858	0.818	0.819	0.819
-1.6	0.751	0.733	0.739	0.741
-1.4	0.606	0.604	0.635	0.652
-1.2	0.495	0.481	0.503	0.545
-1	0.43	0.415	0.424	0.453
0	0.356	0.362	0.524	0.917
1	0.359	0.375	0.592	0.951
2	0.392	0.38	0.606	0.962
4	0.395	0.387	0.614	0.97
6	0.397	0.398	0.618	0.974
8	0.398	0.419	0.621	0.976
10	0.4	0.426	0.623	0.977

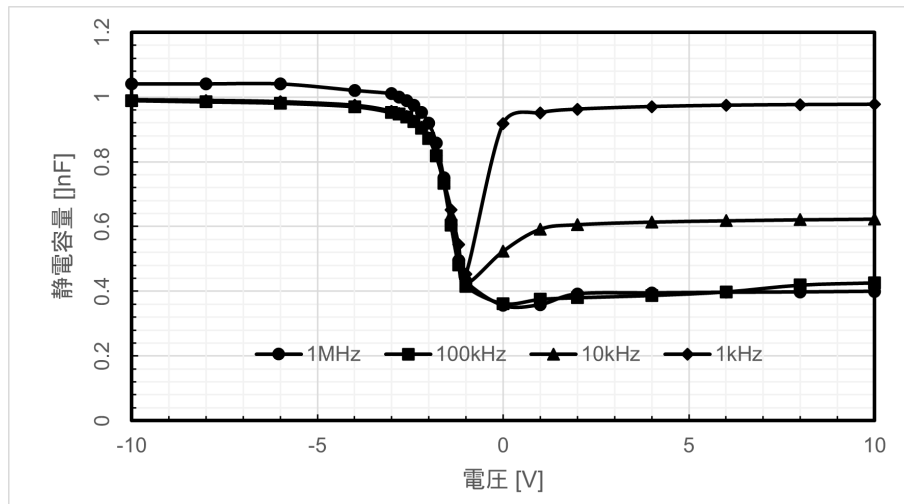


図 3: 酸化時間 80 分のウェーハの電圧 - 静電容量特性のグラフ

5 考察

6 所感

今回の実験で初めて神戸高専のクリーンルームに入ることができた。以前インターンで製薬会社のクリーンルームに入る機会があったが、それと比較するとかなり管理のクラスは低くなっていると実感した。クリーンルーム内の装置 (特に電気炉) がそこそこ年季が入っているという印象を受け

た．それ以外では，MOS 構造の作成行程でシリコンウェーハの色が酸化時間によって変化するのがとても興味深く，それぞれの手順の時間設定がどのような根拠に基づいて実験を行っているのか，が個人的に気にかかる部分であった．

参考文献

- [1] 「実験実習指導書」神戸高専電子工学科 pp,