超高真空的配慮がなされたMOCVD 装置の開発*

林 俊雄**・桑原 和広**・大輪 清昇**・小宮 宗治**

(昭和60年1月18日 受理)

Development of MOCVD Equipment on the Basis of
Ultra-High Vacuum TechniqueToshio HAYASHI, Kazuhiro KUWAHARA,
Seisho OHWA and Souji KOMIYA

(ULVAC Corp., 2500 Hagisono, Chigasaki Kanagawa 253)

(Received January 18, 1985)

1. はじめに

化合物半導体の結晶成長を行なう方法として、液相成長法(LPE法)、分子線エピタキシー法(MBE法)、有機金属気相成長法(MOCVD法)などがある。このうち、LPE法は比較的質の良い成長膜が得られるものの大面積基板の均一性に欠ける。また、MBE法は、構成分子を超高真空中でオングストローム単位で基板に積み重ねるもので、薄膜の多層構造や、超格子構造の作成に適している。しかし、量産性の点では必ずしも十分ではない¹⁾。これに対して、結晶の均一性に優れ、量産性の良いことなどの特長があるMOCVD法が化合物半導体製造ラインに導入されようとしている。しかしながら、現状では超高真空的な配慮がなされていないため、装置のリークや系内の残留不純物が問題となり、必ずしも望む不純物濃度の膜質のものが得られないと言われている^{2,3)}。我々は、超高真空的配慮をすることにより、リークがなく、系内残留不純物の少ないMOCVD装置の開発を行ってきた。高圧部にはVCRジョイントが使用され、低圧部には真空用メタルフランジが使用されている。ガス供給ラインは高圧漏れ試験、真空リーク試験により、双方の漏れ対策がなされている。ポンベの口金部を除く全バルブを開にして得られる真空は 10^{-7} Torr台である。供給ラインを十分にバークアウトすることにより 10^{-8} Torrは得

られる。

2. 装置の構成

今回開発した装置(ULVAC Model MOD-153)は、成長室・ガス導入系・試料準備室・超高真空排気系・排ガス処理系・漏洩ガス検知系の6つの系から構成されている。Fig. 1に本装置のガス供給および排気系統図が示されている。成長室は直径150 mmの石英製縦型炉で、上部はエリプソメータの測定のために72°の円錐状になっている。成長室は石英のみで構成されており、洗浄のための分解・組立が容易な構造になっている。

配管類は、超高真空技術にもとづいて設計・製作され、リークや放出ガスによる不純物を防止するため溶接および超高真空継手⁴⁾が使用され、超高真空装置とまったく同じに洗浄される。特にガス供給部は、600℃における真空脱ガスの工程が組み入れられており、全放出ガス量は 1×10^{-6} Torr l/s以下である。

サセプタは、グラファイト製で、3インチ基板1枚用のものをういているが、2インチ基板3枚用のサセプタを用いることもできる。試料準備室にはサセプタを3台収納できる真空ロック式試料導入機構が設けられており、3インチ基板ならば3枚まで、2インチ基板ならば9枚まで、真空を破らずに成長を行うことができる。

試料準備室は超高真空ゲートバルブで成長室と隔離されており、成長室を大気にすることなくウェハの交換が行える。また、移送機構には二重スライド方式が採用され、小型化されている。

* 昭和59年10月30日 第25回真空に関する連合講演会において講演(30 Bp-10)

** 日本真空技術(株)(茅ヶ崎市萩園2500番地)

Fig. 1 Schematic diagram of metalorganic chemical vapor deposition apparatus.

Fig. 2 Schematic diagram of MOCVD safety system.

基板の加熱には、標準50 kHzの高周波誘導加熱方式が用いられている。

成長室・ガス導入系・試料準備室を清浄な真空中に排気するため、ターボ分子ポンプが用いられており、成長中の排気には気密性の高い油回転式ポンプが用いられている。

この他に、MOCVDでは発火性や毒性の極めて高いガスを使用するため安全対策が必要である⁴⁾。作業空間への気体の漏洩を防ぐため、装置は密閉構造のシールドボックスに納められ、安全に対しても十分な配慮が施されている。管理室は、フィルターを通して外気を10 m³/min導入し、5分間で1回換気できるようになって

Fig. 3 Dependence of GaAs growth rate on the TMGa flow rate. All the other parameters are kept constant.

いる。Fig. 2 にその模式図が示されている。ガス漏洩が検出された場合、管理室の排気口のパルプが閉になり、各ボックス内を陰圧にし、数十秒後に、各ボックス付属の換気パルプが開になる。この方法で作業雰囲気内への気体の漏洩を防ぎ、安全を確保している⁹⁾。

3. 結晶成長

本装置を用いて GaAs 膜の結晶成長が行われた。典型的な成長方法は次の通りである。結晶成長に使用したガスは、Ga 源としてトリメチルガリウム(TMGa)、As 源として10%に水素希釈したアルシン(AsH₃)、キャリアガスとして純化装置を通して水分、酸素などの不純物を除去した水素(H₂)である。試料は Cr-O₂ ドープ (100) 2° off の半絶縁性基板を有機溶剤で洗浄し、硫酸系のエッチング液で処理したのち、水洗乾燥して結晶成長に用いられた。加熱する前に系内を乾燥水素で充分置換した。結晶成長にともなう昇温および降温時には AsH₃ を流して結晶の分解を防ぎ、室温まで冷却した後、試料を取り出した。結晶成長時間は1時間から1時間半の範囲である。主な成長条件は、

Ga 源 TMGa(-10°C) 0.3~15×10⁻⁵mol/min
 As 源 AsH₃(10% in H₂) 8.9×10⁻⁴mol/min
 キャリヤガス H₂ 2000 cc/min
 成長温度 670°C
 成長圧力 38 Torr

Fig. 4 Photoluminescence spectra for the undoped GaAs. (V/III=74)

である。

4. 結 果

Fig. 3 に成長速度の TMGa 濃度依存性が示されている。成長速度は供給する TMGa 濃度に正比例し、TMGa の供給律速であることがわかる⁹⁾。Fig. 4, 5, 6 に前記成長条件で成長した GaAs 膜のフォトルミネッセンススペクトルが示されている。Fig. 4 からわかるように、V/III値が74では不純物濃度は低い、中性ドナーに束縛された励起子(D⁰, X)による発光線が大きく、中性アクセプターに束縛された励起子(A⁰, X)による発光線はほとんど見られない。V/III値が74では AsH₃ 濃度が高いため、結晶の導伝型が n 型となり、アクセプター準位が少なくなったためと思われる。V/III値が25では中性アクセプターに束縛された励起子による発光線も明らかに観測されるようになり、微細構造のあるものが得られ、不純物濃度も低いものが得られている (Fig. 5)。これに反して、V/III値が12では TMGa の濃度が高いため、中性ドナーに束縛された励起子による発光線は小さくなり、中性アクセプターに束縛された励起子からの発光線が大きくなり、不純物濃度も高くなっている (Fig. 6)。この付近では明らかに P 型の GaAs 膜が成長していると思われる。したがって V/III値が25付近が最も高純度の GaAs 膜を成長させる条件と思われる。ま

Fig. 5 Photoluminescence spectra for the undoped GaAs. ($V/III=25$)

Fig. 6 Photoluminescence spectra for the undoped GaAs. ($V/III=12$)

た、成長した膜の表面モロロジーは良好で、 V/III 値が15以上では鏡面が得られている。

5. おわりに

今回我々は、超高真空技術にもとづいて、リーグがなく、到達圧力の低い MOCVD 装置を開発した。本装置により、残留不純物を低減することができ、容易に不純物濃度の低い成長膜の結晶成長が可能であることがわかった。

最後に、本装置を開発するにあたり有益なご教示を賜った東京工業大学の柊元教授、水田助手に深謝する。

〔文 献〕

- 1) 生駒俊明, 谷口光弘: 応用物理, **51** (1982) 1226.
- 2) 柊元宏, 水田正志: 真空 **26** (1983) 923.
- 3) 森芳文: 応用物理 **51** (1982) 925.
- 4) 白井俊昭: 応用物理 **52** (1983) 597.
- 5) 林俊雄: 日本真空協会研究部会 9 月研究例会「半導体プロセス用真空装置の安全化」(1984) 31.
- 6) Alice L. Lin, Vy Dao and Lee F. Donaghey: Chem. Vapor Deposition **6** (1977) 264.