

(5) ポスター発表

超水素高感度昇温熱脱離分析装置(TDS)の開発

P3

Development of hydrogen-sensitive thermal desorption spectroscopy system

平松秀典(代表者) 著者メールアドレス:h-hirama@mces.titech.ac.jp

東京工業大学

【背景・目的】

機能性材料中の水素は、物性に大きな影響を及ぼすことから、これまで様々な定量分析が行われてきた。近年、酸化物半導体「薄膜」中の水素は、薄膜トランジスタ特性との関係が注目され始めており、2 次イオン質量分析法(SIMS)や昇温熱脱離分析装置(TDS)による定量が既に行われている。しかし、ナノメートルオーダーの薄膜試料中の高感度な水素の定量分析に適用される SIMS や共鳴核反応法などは、約 10^{18} cm^{-3} が検出限界であり、現在制御可能な試料中の最低濃度を上回っている。そのため、より水素高感度な分析手法の開発が急務である。本研究では、水素高感度でかつ定量分析が可能な革新的な TDS 装置の開発に成功したので報告する。

【装置開発と性能】 [1]

従来の TDS における水素の検出限界は、主に(I)測定室中の高い残留水素分圧と、(II)質量分析器の低い検出感度によって決まっていた。そこで、まず(I)の低減のため、(i) 測定室の材料(BeCu 製)の選定、(ii) 超低ガス放出質量検出器(WATMass, 真空実験室製)の採用、(iii) 加熱ステージの最適化を行い、測定室の到達真空度が 10^{-10} Pa 台の低残留水素化に成功した。そして、(II)については、(ii)だけでなく、(iv) 測定室の小型化、(v) 真空排気速度の抑制($1 \text{ L/s (N}_2)$)によって克服した(図 1)。

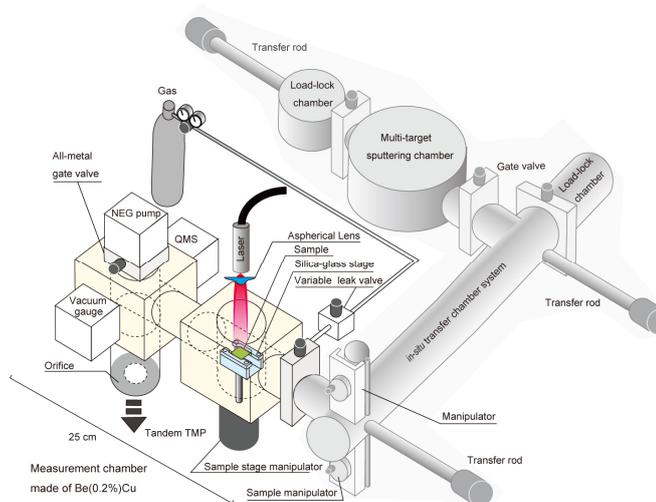


図 1 本研究で開発した水素高感度 TDS 装置の概略図

定量分析のための検量線は、イオン注入した Si 基板と、 H_2 および D_2 ガスを用いて作製した。 $m/z = 2$ シグナルの S/N 比から見積もった本 TDS 装置の水素感度は、従来の市販の TDS と比較し 1300 倍以上高く、この結果は $1 \mu\text{m}$ 厚の「薄膜」試料から、 10^{16} cm^{-3} の水素の定量分析が可能であることを示しており、本 TDS 装置の高い水素検出感度と定量精度を実証した。

【実験】 [1]

実際に SIMS では検出限界以下の水素濃度である $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ を含むアモルファス InGaZnO_4 (IGZO) 薄膜中の水素濃度の定量分析に成功した(図 2)。

【産学連携】

現在、約一年半後の販売開始を目指して、ユニソク社と実用化 1 号機を共同開発中。

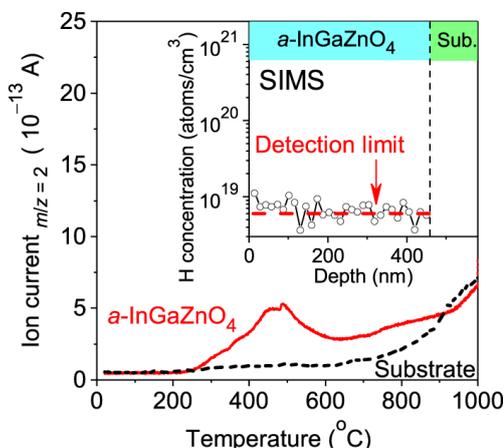


図 2 代表的な酸化物半導体 IGZO 薄膜の TDS スペクトル。挿入図にある SIMS による同試料の測定結果では、検出限界以下にもかかわらず、本研究で開発した水素高感度 TDS では十分な S/N 比で微量水素が検出されている。

【共著者(所属)】

半那 拓(東工大)・坂口 勲(NIMS)・細野 秀雄(東工大)

【関連プロジェクト】

元素戦略プロジェクト<研究拠点形成型>電子材料拠点

【参考文献】

[1] T. Hanna, H. Hiramatsu, I. Sakaguchi, and H. Hosono, Rev. Sci. Instrum. vol. 88, p. 053103 (2017).

【関連 WEB】※実用化 1 号機を共同開発中のユニソク社の HP
<http://www.unisoku.co.jp/>