

International Training Program

韓国 成均館大学 派遣報告

名古屋大学工学研究科電子情報システム専攻 盧 翌

2012年1月2日から3月1日の2ヶ月間、International Training Program (ITP)による韓国の成均館大学の Center for Advance Plasma Surface Technology (CAPST)へ長期研究派遣プログラムに参加の機会をいただきました。この報告書はあちらで訪問期間中の共同研究した内容と参加した研究室活動について記述いたします。

I. SKKU と CAPST の紹介

ンペリアルカレッジであるために使用できた、最古の私立大学です。SKKUには2つのキャンパスがあり、ソウル市の中心部に位置する人文社会科学キャンパスとソウル市からおよそ35キロ南に離れている自然科学キャンパスです。自然科学キャンパスは水原市に位置するが、SAMSUNG 電子のとSAMSUNGのSDIの本部と色々他の産業のR&D拠点が近くにあり、将来の科学者やエンジニアの成長のためのより理想的なコラボレーションの条件を持っています。

CAPSTは自然科学キャンパスの南東部の研究棟1号館で設立されました。政府によってサポートされており、企業と協力し、CAPSTはプラズマ研究に対しての優秀な研究陣たちが集まって、先進的なプラズマ表面処理技術の基礎向と応用向研究を進行しています。このセンターで対向ターゲットに設計された平面マグネトロンスパッタリングシステムを用いて錫ドーブ酸化インジウム (ITO) 蒸着、室温プラズマMOCVD法を用いたSiNx膜のバリア膜の成長と機能化、SiNx膜のバリア膜の成長と機能化、PECVDによる薄膜太陽電池用微結晶Si薄膜の作製など薄膜形成を重点的に研究しており、様々なプラズマ診断の研究と組み合わせることで、それがプラズマ科学および産業アプリケーションとの間のブリッジを構築を目指し、学生や研究者の研究を作成するための最先端の研究プラットフォームを提供することができます。

II. 私の勉強と研究について

1. 研究テーマ

CAPSTで私の研究は、マスター課程の学生李俊碩氏の指導で行われた、低温PECVDを用いた抗スクラッチや抗フィンガープリント表面層を有する酸化シリコンフィルム (SiO_x 膜) のステップ・バイ・ステップの合成に関する研究でした。私がCAPCTに着いた後、あちらの学生に研究室にある成膜に使用されるチャンバーや多様なプラズマ診断装置を全般的に紹介してくれました。今後の日本でSiO_x膜原子層堆積 (ALD)に関連されるプロジェクトがあるを考慮して、Han先生にSiO_x膜PECVD成膜で勉強する願望を表明しました。私はこの部分に従事が少しだけ始めたところで、関している訓練が必要だと思います。この研究テーマはCAPSTの最強の研究分野の一つだった、この2ヶ月は私のその後の研究のために有益であることを願っていました。

2. 研究背景

最近の数年間で携帯用電子機器と端末のディスプレイなどのタッチスクリーンのデバイスはますます普及するようになっていきます。次世代上層材料としてポリマーの機能性コーティングは将来のタッチスクリーンなどフレキシブルな電子デバイスへの応用ために広く研究されています。このようなアプリケーションのための主要な機能性フィルムは、高い耐摩耗性、光透過性とアンチフィンガープリントのプロパティを持つバリアフィルムです。機械的、化学的および光学的特性を持つSiO_x膜フィルムは、それらを達成するための有望な候補となります。もう一つの問題は、指紋などの油はほとんど接続されていない機能的な表面を実現することです。この問題を解決するには、SiO_x膜コートの外側の超撥油型表面に機能化することが期待されています。

PECVD は、工業中で重要なコーティングに応用でなく、SiO_x の大きいサイズの薄膜を堆積させるために広く使用されています。プラズマ密度、ラジカル種と粒子の運動エネルギーなどのプラズマ処理のパラメータによって、放電の前駆体分子の解離と再結合を調整して、薄膜の耐摩耗性、耐摩擦、特定の光学的および電気的効果の改善と制御することができます。こと。また、ポリカーボネート (PC) および基質として使用されるポリメタクリレート (PMMA) などの温度感受性ポリマーがあるから、低温度 (ガラス転移温度以下) での薄膜合成プロセスにのさらなる開発と改善が必要になります。

材料のインタフェースの互換性に重要な可用性があるので、プラズマ表面機能化処理が広く適用されています。高エネルギーイオン衝撃と反応性ラジカル結合と官能性モノマーをグラフト化移植を介して、表面は改造または疎水性、親水性、抗菌性、分散性、吸着性、様々な化学的機能などの新しい特性を達成することができます。最新研究結果は、HMDS/ H₂ プラズマ CVD 法で、基板に超疎水性の薄膜を覆うことを証明しました。しかし、この種のフィルムは基板に接着不良があるので、指紋抵抗のためにユーティリティが無効になりやすいことを示しました。それが改善されているように、基板と機能層との間の中間層を追加すると考えられました。

この ITP 訪問の 2 ヶ月間に、私の主な研究テーマは室温で大面積と高い堆積速度の PECVD を用いて高硬度と優れた透明性の SiO_x 膜コーティングを作製して、また O₂ プラズマによる超親水性に機能化後処理を通じて、強い接着力がある疎水性トップ層を形成について順次ハードコスト製造技術です。最初に、SiO_x 薄膜の成長に関する論文を読みながら、PECVD 実験設備の操作とパフォーマンスを勉強しました。また、プロセス電極パワー、流量比、前駆体温度のパラメータを調整して膜質処理に評価することを計画しました。

3. 実験について

サンプルの処理手順は SiO_x 薄膜の堆積と表面の親水化と表面疎水化が 3 段階に分けさせました。これらのすべてプロセスが同じ PECVD チャンバー内で連続して行われました。チャンバの内部構造

の模式図 (図 1) に示すように、それはトップのシャワーヘッド、中間の金属ネットと下部の試料ステージとして 3 つ電極を所有しています。この研究では、中間のと下部の電極だけを RF 電源のマッチングネットワークに接続されて、容量結合型プラズマが形成している、2 つ電極の間の距離が適切に設定されていました。

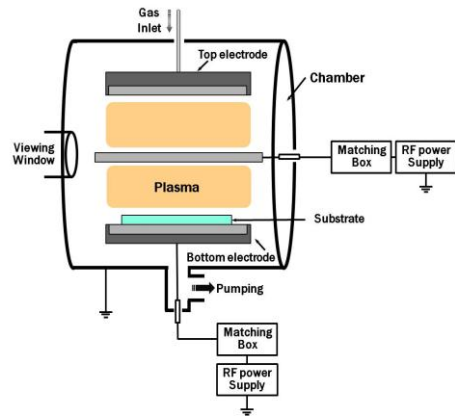


Figure 1. schematic diagram of PECVD chamber

まず、二枚のガラス基板をエタノールで洗浄し、高速 N₂ フローにより乾燥させて、プラズマ処理の均一性試験のために一枚がステージの中央に置かれて、もう一枚はステージの右端近くに配置されました。ブースターポンプに関連付けられていたロータリーポンプで真空引いて、チャンバはベース圧力の 3.0×10^{-3} トルになることができました。OMCTS (C₈H₂₄Si₄O₄) は SiO_x 膜の CVD 前駆体として、熱電対により加熱させることができ、80°C 以下に保たせていました。O₂ は前駆体をキャリアガスを用わせる、0 SCCM から 100 sccm までの可変流量ととしてチャンバーの上部から OMCTS 蒸気を導入するために使用されました。中央と下部電極は最大 600W の RF パワーで同時に通電することができます。電力とガスの供給して、堆積は数分間実行させました。

第二ステップとして表面の親水化は O₂ プラズマ処理によって行われました。このステップでは、O₂ は 60 SCCM と直接にチャンバーに入力されると、処理圧力が約 3.6×10^{-2} トルに上昇しました。下部の電極だけに RF 電力が供給されて、サンプルの上にプラズマと表面のセルフバイアスを生成しました。

最後のステップは、親水性表面を達成するため

に、H₂ プラズマで HMDS (C₆H₁₈Si₂) 前駆体を使用しました。13.56MHz の RF の代わりに、中央の電極は 100 kHz の高周波電源を接続するように変更されて、下部電極は使用されませんでした。以前の研究結果によれば、H₂ の流さは 100 sccm での圧力と約 8.8×10^{-2} トルで設定されました。

プラズマ処理中に、OES を用いてプラズマの放電状態と元素分布を診断を行いました。および、反応成分定量を四重極質量分析計 (QMS) によってモニターすることができました。

SiO_x 膜の薄膜堆積速度は作製したシリコン薄膜を段差計で測定することができました。減衰全反射フーリエ変換赤外 (ATR FT-IR) 分光計は、表面の変化化学結合組成を明らかにするために使用することができました。SiO_x 膜の表面硬度は、ASTM 規格 D3363 方法に従って鉛筆硬度試験で測定されました。薄膜の光透過率は、UV-VIS 分光計によって 400 から 3300 nm の波長範囲で測定されました。官能疎水性と親水性は接触角アナライザー (CAA) によってテストすることができました。後処理の表面形態は原子間力顕微鏡 (AFM) によって学習されました。

4. 実験結果

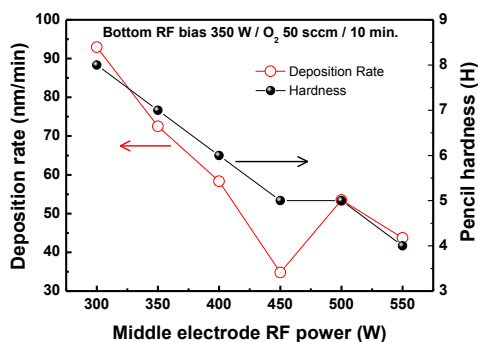


Figure 2. SiO_x deposition rate and hardness as a function of middle electrode RF power with bottom RF bias set at 350 W and O₂ flow at 50 sccm for 10 min.

私の ITP の期間の研究計画として、私は PECVD システムに対する操作方法と薄膜コーティングの特性評価方法を学びました。ガス流量、前駆体の温度と放電パワーなどさまざまな処理パラメータにより、高い成長速度と優れた硬度の SiO_x 膜成膜用に最適化条件を決めることができました。図 2 のテスト結果に示すように、電極の RF パワーは

300 W から 550 W に増加した、堆積速度が単調に減少の傾向を持っており、それに応じて膜の硬度も 8H から 4H に減少することが示されました。図 3 に示すように、底部 RF バイアスパワーは、デポに重要な役割を果たした、それを 300 W にと中間パワーを 350 W に設定されたとき、10 分の処理した SiO_x 膜薄は 92.96 nm/min という高い成長速度も 8H として良好な硬度を所有することが分かりました。ただし、400 W 以上にバイアス電力が増加すると、バイアスによって誘導される高エネルギーイオンの効果をエッチングに起因するかもしれないので、さらには、堆積速度及び薄膜硬度は低レベルに急落がありました。

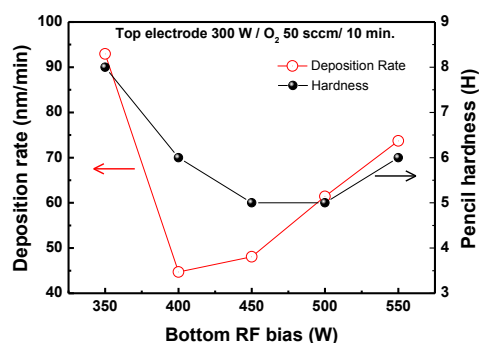


Figure 3. SiO_x deposition rate and hardness as a function of bottom RF bias with middle electrode RF power set at 300 W and O₂ flow at 50 sccm for 10 min.

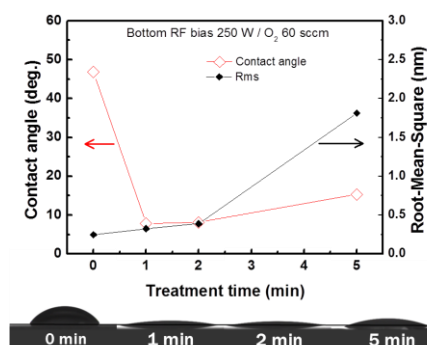


Figure 4. Contact angle and Rms value of O₂ plasma treated surface as a function of treatment time with bottom RF bias set at 350 W and O₂ flow at 60 sccm 底部バイアスに基づいて O₂ プラズマの機能化処理は SiO_x にかんがりの親水化効果が観察できました。図 4 に示すように、1 分間の 250 W の RF バイアスパワーの処理で RMS の顕著な変化がなすが、接触

角は 7.8° に急激に減少しました。処理時間は 5 分に延長する接触角がわずかな上昇することは、増加する粗さとの関係を持っていると考えられました。

また、その後の結果は親水性の官能基を添加して接着性向上の効果を証明できました。物理的な吸収層を容易に削除できる表面摩擦と通じて、 O_2 プラズマをあつた疎水層の接触角はがわず低下になることだけ観察できました。ただし、以前のデータと比較して、この研究で新しい HDMS/ H_2 プラズマで疎水性コートの上限が衰退することを示しました。

III. CAPST で生活について

1. 研究室の活動

ITP の期間に、学生の教育や楽しみのためにいろいろな活動は CAPST メンバーによって開催されました。それらの活動に参加し、すべては私に素晴らしい発見を助けるだけでなく、それらを楽しんだときに悟りを開いたと触発されました。

毎週には、博士課程学生のキム氏号によって打ち上げられた真空技術とマグネトロンスパッタリングコーティングプロセスについて勉強会がありました。私はこれらのフィールドへの知識に対する理解を強化したいために、参加しました。真空システムの構築やメンテナンスやトラブルシューティングの内容に説明を担当した、論文の勉強と議論に参加しました。「時々、論文で答えを探すためには、我々は数百にも上の上でそれを読んで、その意味を徹底的に理解してできるようになるが本当に必要がある」キム氏は語りました。彼はいつも私の基本的な質問にも辛抱強く答える、完全なソリューションを提供します。

外に、エバンスアナリティカルグループ (EAG) の SIMS サービスの副社長兼フェローのワン博士によって SiC 上の SIMS 分析についてのプレゼンテーションのセミナーに参加しました。私の既存の研究は材料の深さ方向のアナリシスに関連しているので、SIMS 分析の材料の境界制限とアプリケーションスコープについてのいくつかの質問をワン博士に相談しました。彼は私の将来の SIMS ユーティリティのいくつかの有用なアドバイスを与えました。

2 月 8 日に、CAPST 学生たちと、韓国内または外の多数の半導体産業の大手メーカーが集まった SEMICON Korea 2012 展示会に参加しました。私は半導体やナノテクノロジー研究のための新規かつ高度な装置の様々を見て、新しい実験方法に対する知識を豊かにしました。会場の中で、私は高密度プラズマ源デバイスを研究開発している New Power Plasma 会社 (NP 社) から製品について情報を学んだり、ASM 会社のデバイス生産ラインの機械の動作を観覧して高品質 ALD や高速検出技術などを理解したり、ULVAC 会社から PE-CVD 装置の活用のメリットを尋ねました。この見学で私には、自分の将来の研究目標に努力をするもっと強い決意を設定する必要がありました。

2. 文化に体験

韓国は、そのユニーク味わった食べ物や風景でよく知られています。ITP 期間に私はいつも韓国料理を試す機会を得たと、大学の周りにいろいろなレストランへ行きました。ほとんどのビビンバ好きで、それらの間ジェユクドプボブという名前は私のお気に入りです。また、全体ソウル市は見落とされることができる場所の南山公園の上に有名な N ソウルタワーへの旅行 (図 5) をしました。



Figure 5. N Seoul Tower

このような貴重な機会を与えていただいた成均館大学の Han 教授や名古屋大学の堀勝教授、関根誠教授、豊田浩孝教授、近藤准教授や ITP 事務局のスタッフの皆様にご心より非常に感謝申し上げます。