

# 誘電体ニオブアノード酸化皮膜の結晶化に影響する大気酸化皮膜構造の解析

北海道大学大学院工学研究科 幅崎浩樹

課題番号：2007A1899

ビームライン：BL46XU

## 1. 緒言

稀少元素であるタンタルは、現在各種携帯機器を始めとする電子デバイスの小型大容量固体コンデンサとして欠かせない材料となっているが、稀少元素ゆえに需要の高まりによる価格の急騰を繰り返しており、また、常に供給不安の懸念を抱えている。このような状況で業界からは代替材料の開発が切望され、周期表上の同族元素であり、物理・化学的性質が似ているニオブが候補材となっている。

ニオブ固体コンデンサを実現するためには、ニオブを水溶液中でアノード酸化して形成する誘電体酸化膜のアモルファス構造の安定化が不可欠である。酸化膜生成時のアモルファス酸化物の結晶化は漏れ電流増大などの特性劣化をもたらすことから、高性能・高信頼性ニオブコンデンサの実現は結晶化抑制技術の確立なくしてありえない。著者らは、アノード酸化皮膜の結晶化はニオブの予備処理条件により大きく変化することを最近明らかにし、これは予備熱処理による表面大気酸化皮膜の何らかの構造変化が関係していると推定している。そこで、本研究では、放射光を利用してアノード酸化前のニオブ大気酸化膜の構造の変化を検討した。

## 2. 実験方法

試料として、厚さ 0.5 mm のシリコンウェハ上にマグネトロンスパッタ法により製膜したニオブ薄膜を用いた。製膜による応力に起因する基板のたわみを軽減するため、ニオブ薄膜の膜厚は 50 nm 以下とした。作製したままの試料とともに、250 および 350°C で大気熱処理した試料および真空中 ( $10^{-3}$  Pa) において 250°C 熱処理した試料を測定に供した。測定に使用したビームラインは BL46XU である。まず、入射角 0.13~0.30° の範囲で反射率測定を行い、その後、適切と判断した入射角で回折測定を行った。

## 3. 実験結果

各試料の測定データを Fig. 1 に示す。試料のたわみにより測定が不可能となる心配があったが、いずれも回折データが得られている。作製したままの試料および真空熱処理を行った試料では、大気酸化膜が薄い (2~3 nm) ため、素地 Nb の回折線も現れているが、大気中で 250°C および 350°C で熱処理した試料は酸化膜のみからの回折となっており、全反射が実現している。現在、実際に熱処理により構造変化が生じているかどうか、この回折データの詳細な解析中である。解析によって、熱処理条件で構造に変化があることが明らかになれば、アノード酸化皮膜の結晶化との関連性についての実験的な根拠となる。

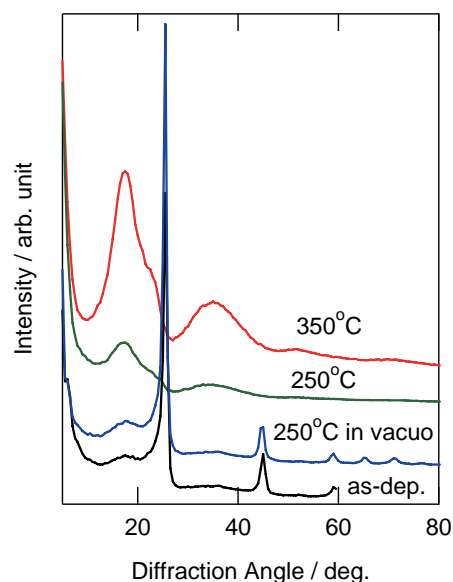


Fig. 1 得られた回折パターン