

# 電子顕微鏡を用いた炭化珪素(SiC)の結晶欠陥評価

Crystal defect evaluation of silicon carbide (SiC) using an electron microscope



京都工芸繊維大学  
大学院 工学科学研究科  
数理・自然部門  
准教授

一色 俊之

## 1. はじめに

電力は、動力源、熱源、光源としてのみならずコンピューターや携帯電話といった情報通信機器など広く利用され、われわれの生活に欠かせないものになっている。低炭素化社会の実現に向けて電力の高効率な利用が強く求められ、パワーデバイスを応用した電力マネジメントが期待されている。パワーデバイスは、電力変換や電力制御に用いられるキーコンポーネントで、従来はシリコン(Si)を使ったデバイスが用いられてきた。近年、Siパワーデバイスの限界を越えるものと注目されているのが、炭化珪素(SiC)を用いたデバイスである<sup>1)</sup>。SiCはSiと炭素(C)の原子が一对一の割合で結合した化合物半導体であり、原子間の結合力が強くバンドギャップが大きいという特徴を持つ。SiCデバイスは、Siよりも高い絶縁破壊耐性を持ち、高効率のパワーデバイスを実現することができる。SiCデバイスの実用化の課題のひとつにSiCウエハの品質の問題があげられる。SiC結晶では、結晶成長中に局所的に構造の規則性が崩れ、積層欠陥や転位といった結晶欠陥が発生しやすい。これらの結晶欠陥の中にはデバイス動作に影響を与えるものがあることが知られている。SiCデバイスの歩留まりや信頼性の向上のためには、結晶欠陥のどこに、どんな種類の結晶欠陥があるかを理解することが重要である。われわれのグループでは電子顕微鏡を応用したSiC結晶欠陥の解析方法について検討を行っている。本稿では、高分解能走査電子顕微鏡(SEM)を用いてウエハの表面に現れている結晶欠陥を見つける方法<sup>2)</sup>と、結晶欠陥を含む部分を集束イオンビーム加工観察装置(FIB)を用いて加工し、走査透過電子顕微鏡(STEM)を用いて結晶欠陥の種類を詳細に調べる方法<sup>3,4)</sup>について紹介する。

## 2. SEMを用いたSiCウエハ表面の高分解能評価

SiCデバイスは、図1に示すように、基底面をオフ角と呼ばれる角度だけ傾けエピタキシャル(エピ)成長して作製される。エピ結晶表面には基底面が積み重なったテラス、テラスの端部にはステップが形成される。このステップ端に原子が吸着しステップが前進して結晶成長が進む。理想的に成長が進むと、ウエハの表面には向きが一定でほぼ等間隔のステップが形成される<sup>5)</sup>。この成長メカニズムをステップフロー成長と呼んでいる。われわれは、結晶表面に結晶欠陥があると、その周辺でステップフローの乱れが生じ、ステップの形状が変化するのではないかと考え、エピ結晶表面の微細な形状を詳しく調べることにした。今回用いた試料は市販のオフ角4°のSiCエピウエハで、最小のステップの高さ1nm、テラス幅はおおよそ14nmである。このようなステップ形状の評価には平面方向、高さ方向ともにナノメートルオーダーの高い分解能を持つ観測手段が求められる。試料表面の構造評価には走査電子顕微鏡(SEM)が広く用いられているが、ナノメートルオーダーの高さのステップ評価するためには、試料に照射する電子のエネルギーを数百エレクトロンボルト程度の低エネルギーにする必要がある<sup>6)</sup>。最近の電界放出形SEMでは、このような低い照射エネルギー条件でも分解能を損なうことなく評価が可能である。

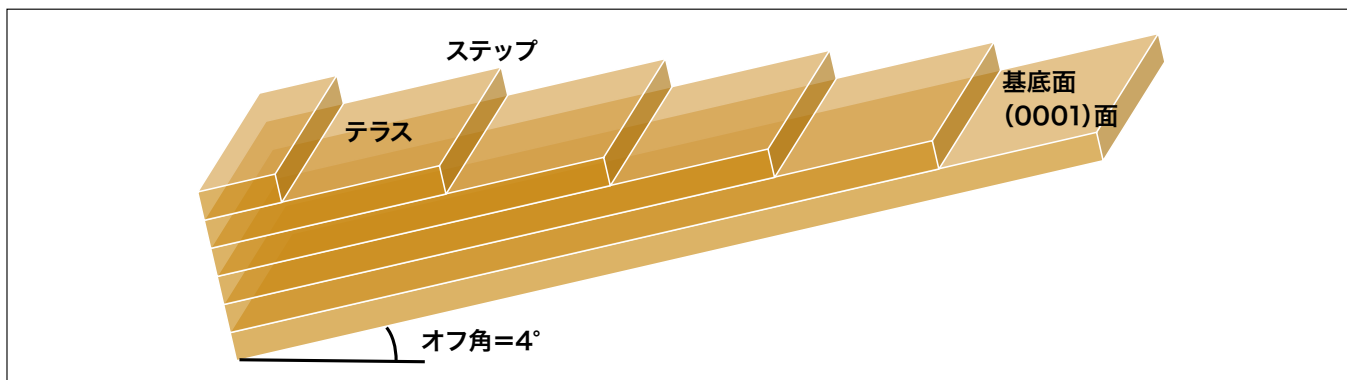


図1 SiCエピ結晶の表面構造の模式図

今回の検討では日立ハイテクノロジーズ製 SU8220 (図2) を用いて、照射エネルギー 500 eV の条件での評価を試みた。また、できるだけ試料表面に近い部分から放出される電子を検出するために、放出角の低い後方散乱電子を検出する検出器を用いて評価を行った。



図2 SU8220の外観

ウエハ表面の多くの視野のSEM評価を行った結果、SiCエピウエハ表面にほぼ均等の間隔で並ぶ成長ステップが確認できた。さらに特異的なステップ形状をしている表面欠陥があることがあり、三角形のテラスを持つものと広い範囲で平行なテラスを持つものの二種類あることがわかった。図3に表面欠陥のSEM像を示す。それぞれ左から右のステップフローが進行している。これらSEM像から像の上から下に走る細かな線状の構造が数多くあり、それらがほぼ均等の間隔で並んでいることがわかる。これらは成長ステップであり、ステップ間隔は最小で10～20nm程度である。このことからSEMで一格子に相当するステップが観察できていると考えられる。図3(a)(b)ではステップがそれぞれの画像の中央部で折れ曲がり、三角形のテラスを形成している。テラスの長さはステップに沿った方向に2μm程度、テラスの幅は図3(a)では270nm、(b)では80nmである。図3(c)に、平行テラス形状の表面欠陥のSEM像を示す。こちらはテラスに沿って15μm程度の広い領域にわたり幅100nmのテラスが形成されている。テラスの上端はほぼ左右対称に収束しているが、下端ではステップフローの下流側のステップは直線状であるのに対し、上流側のステップが屈曲して収束している。

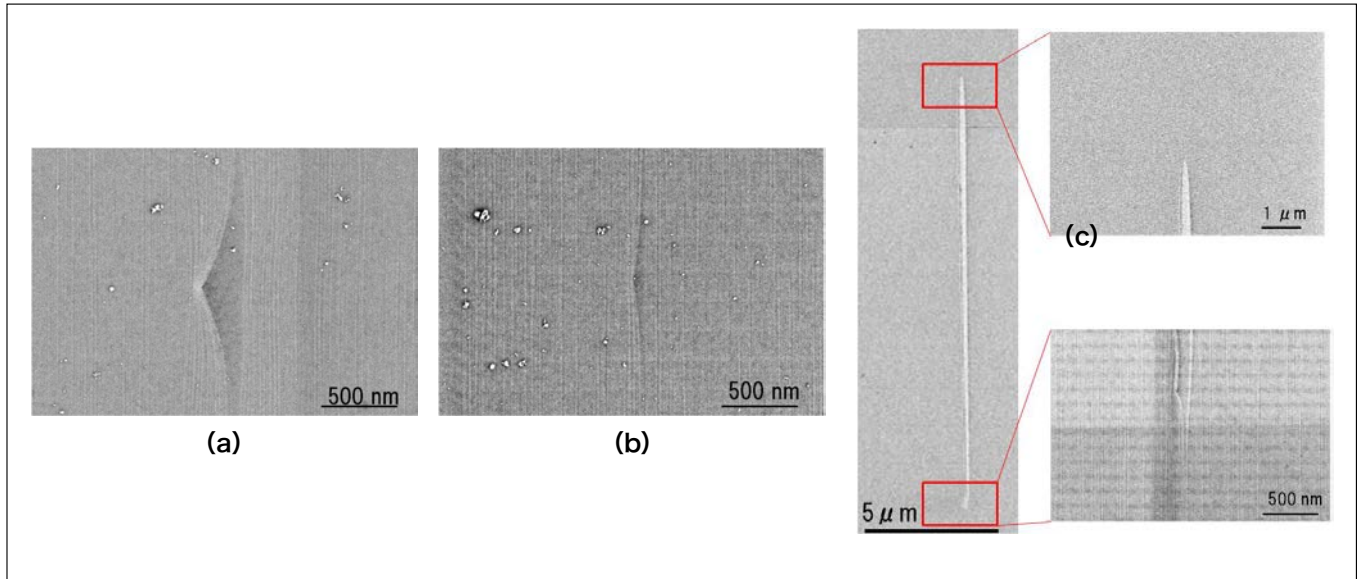


図3 SiCエピウエハ表面の表面欠陥  
 (a) 三角形テラスを持つ表面欠陥 テラス幅270 nm  
 (b) 三角形テラスを持つ表面欠陥 テラス幅90 nm  
 (c) 平行テラスを持つ表面欠陥

次に、これらの表面欠陥が転位に関係しているかを確認するために、SiCウエハを高温に熱した水酸化カリウム(KOH)の融液でエッチング処理を行った。溶融KOHはSiCウエハの表面に転位が現れた部分のみをエッチングしピットを形成し、転位の種類によりピット形状が異なる<sup>7)</sup>。図4にエッチング後の表面のSEM像を示す。それぞれ、図3と同一場所を評価した結果である。図4(a)(b)では図3(a)(b)のステップが折れ曲がっていたところに六角形状のエッチピットが形成されている。ピット形状から三角形の表面欠陥は貫通転位に由来するものと考えられる。転位から離れた部分ではステップフローが正常に進行するのに対し、貫通転位部ではステップの進行が局所的に妨げられ、後からきたステップが追いついてくるために三角形のテラスが生じたと考えられる。図4(c)に平行テラスを持つ表面欠陥部のエッチング後の形状を示す。図3(c)と同一の場所を評価したところ、テラス下端部のステップフロー上流側のステップが屈曲したところに、基底面転位由来の擬楕円状のエッチピットが二つ重なって存在することがわかった。欠陥を含む近傍の領域に他のエッチピットは存在しない。以上の結果から、ウエハ表面に現れた結晶欠陥は表面形状と密接に関連し、結晶欠陥がステップフロー成長に影響を与えていると考えている。

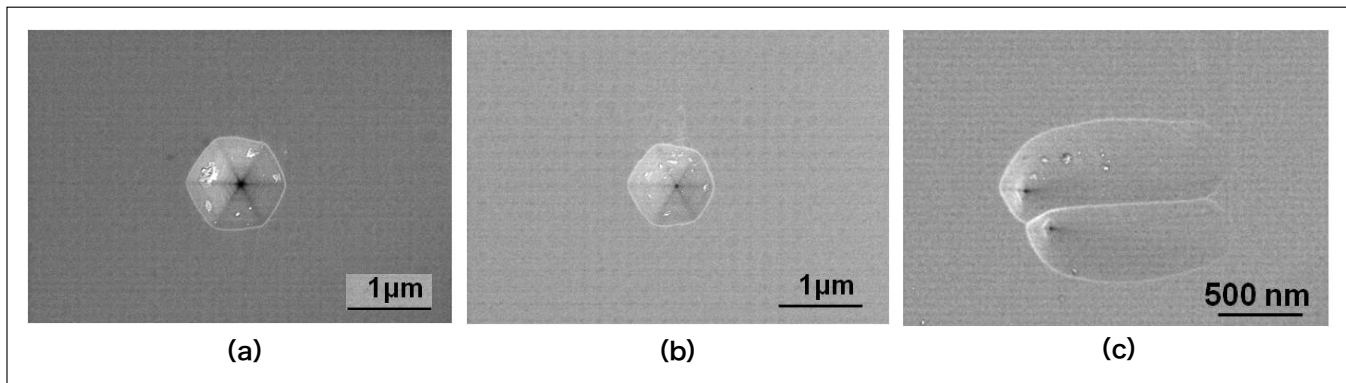


図4 表面欠陥部のKOHエッチング後の形状  
 (a) 三角形テラスを持つ表面欠陥 テラス幅270 nmと同一部  
 (b) 三角形テラスを持つ表面欠陥 テラス幅90 nmと同一部  
 (c) 平行テラスを持つ表面欠陥と同一部

### 3 STEMを用いた転位の結晶学的な解析

前章ではエッチピット形状から転位の種類を推定したが、転位の成因やデバイス特性への影響を知るためには転位が結晶の中でどのように伝播しているか、転位の部分で結晶格子がどのようなずれ方をしているかを調べる必要がある。

転位の特性を調べる方法としては、転位部分の断面を透過電子顕微鏡 (TEM) 観察する方法が一般的である。従来の TEM を使った評価では、試料を 100 nm 程度の薄い厚さまで加工し観察する必要がある。転位の場所を狙って加工することが難しいだけでなく、結晶内で転位が伝播している方向がわからない状態で加工する必要があり、加工した試料内に転位を確実に保持した状態で試料作製することが困難で、評価の確実性という意味では問題があった。われわれは、通常より厚い 500 nm から 1 μm 程度の厚さの試料を用いることを考え、TEM より厚い試料の評価が可能な STEM による結晶欠陥評価を試みた。STEM は TEM と電子光学系の構成が異なり、厚い試料でも比較的高コントラストの観察が可能である。今回の評価には日立ハイテクノロジーズ製 200 keV STEM HD-2700 (図5) を用いた。HD-2700 では転位評価に欠くことができない特定の回折波を選択励起した画像 (二波励起像) の取得が可能で、これにより転位の結晶学的な方位決定が可能である。



図5 HD-2700の外観

試料は日立ハイテクノロジーズ製 FIB FB2200 (図6) を用いマイクロサンプリング法により作製した。



図6 FB2200の外観

この方法は、像観察を行いながらウエハの特定部位を細い針で吊り上げ試料ホルダーの上に移して加工を行うので、高い位置精度で転位を含む試料の作製が可能である。試料ホルダーは FIB と STEM の両方に使用が可能であり、両方の装置の間を容易に行き来できるようになっている。また、試料ホルダーの先端部は試料の向きを 360° 任意の向きに変えられる機構になっている。

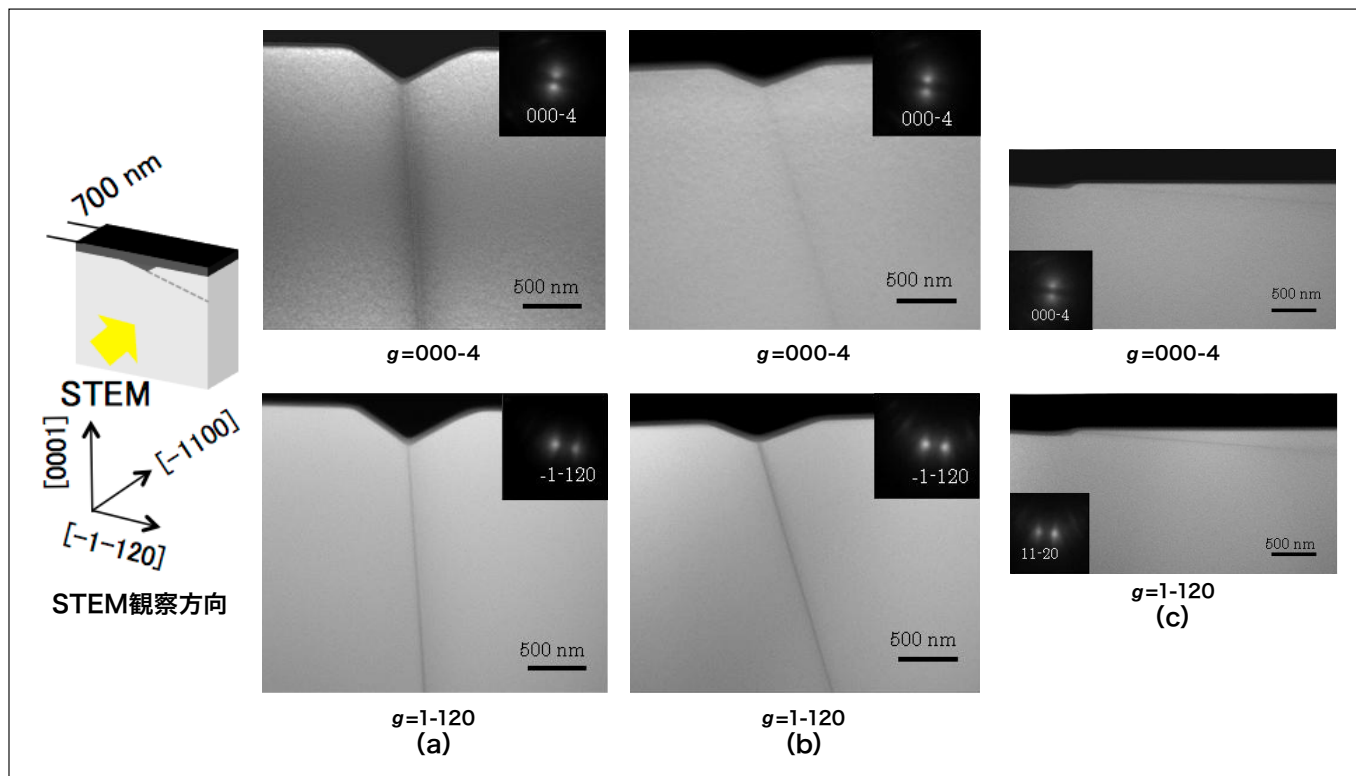


図7 エッチピットコア部の断面STEM像  
 (a) 三角形テラスを持つ表面欠陥 テラス幅270 nmと同一部  
 (b) 三角形テラスを持つ表面欠陥 テラス幅90 nmと同一部  
 (c) 平行テラスを持つ表面欠陥と同一部

図7に前章で評価した表面欠陥部の断面STEM像を示す。観察方向は  $[1-100]$  方向であり、ステップフローの方向はSEM像とは逆に右から左である。それぞれ図4のエッチピットのコアを狙って試料を作製し、厚さは500 nmである。いずれの場所でも転位を逃すことなく明瞭に捉えることができている。図7(a) (b) 転位はウエハ表面を横切る方向に伝播する貫通転位、図7(c)はウエハ表面から  $4^\circ$  傾いた基底面内を伝播する基底面転位であることがわかる。前章のエッチピット形状から推定した結果と一致する。それぞれの図で複数の像があるのは方位を変え励起条件を変えたもので、これらを比較することにより転位のバーガスベクトルの向きを知ることができる。バーガスベクトルは転位の性質を表わす重要なパラメーターで、転位で結晶面がどの方位にずれているかを示している。図7(a)では000-4励起の場合と11-20励起の両方で転位は可視であり、バーガスベクトルは $\langle 0001 \rangle$ 成分と $\langle 11-20 \rangle$ 成分を持つことがわかる。一方、図7(b)の転位は000-4励起では不可視、11-20励起では可視であり、 $\langle 0001 \rangle$ 成分は持たず $\langle 11-20 \rangle$ 成分のみを持つことがわかる。つまり図7(a)の転位は刃状転位とらせん転位の両方の成分が混ざった混合転位であり、図7(b)の転位はらせん成分のない刃状転位である。図4(a) (b)のエッチピットの形状を見る限りでは、このような違いを判別することは困難であり、転位種を詳細に特定するためにはSTEM解析が重要である。一方、図7(c)の基底面転位のバーガスベクトルは $\langle 11-20 \rangle$ のみである。図4(c)では二つのピットが重なって見えたが、STEM解析では一本の転位線しか見えていないという疑問が残る。

そこで、この試料を上面方向から透過して観察することを試みた。試料をホルダーごとSTEMから取り出しFIB装置に再装着し、試料の向きを回転させて試料の底部を削り取ってエピ表面からの厚さが1  $\mu\text{m}$ の短冊形の試料を作製した。この試料をエピ表面側からSTEM観察を行った結果を、図8に示す。像の左側に二つのエッチピットが重なって見える。二つのピットのコアから面状の暗い部分が右方向に伸び、積層欠陥があることがわかる。図7(c)と図8を合わせて考えると、両端に部分転位をともなった基底面に沿った積層欠陥があり、部分転位がウエハ表面に現れたところに二つのエッチピットが重なって形成されたと考えられる。

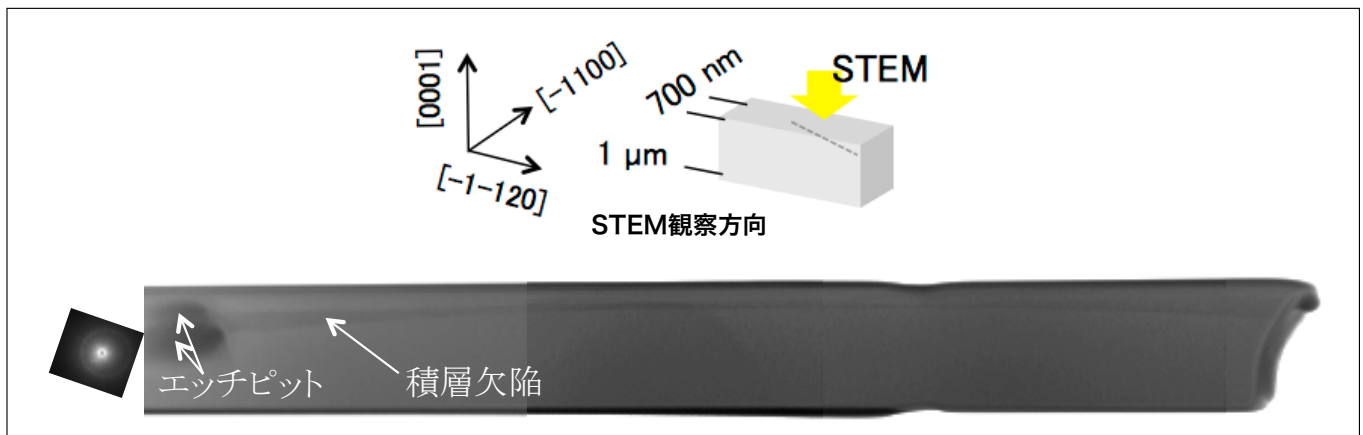


図8 図7(c)の基底面転位の平面STEM像(晶帯軸入射条件)

## 4 まとめ

電子顕微鏡を用いたSiCの結晶欠陥評価について説明した。高分解能SEMにより、転位がステップフロー成長に影響を与え、転位種に応じた表面形態をとることを明らかにした。さまざまなウエハで転位と表面形状の関係について解析するとともに、転位が表面形状を変化させるメカニズムを明確にする必要があると考えている。この関係が一般的に成り立つとすると、高分解能SEM評価はSiCの転位評価の効率化に大きく貢献するものと期待できる。FIBマイクロサンプリングとSTEM観察の組み合わせは、転位の種類を確実に決定することができ、さらに多方向STEM解析により結晶欠陥の三次元的な構造を調べることができる。このような電子顕微鏡技術よりSiCの結晶欠陥についての理解が深まり、SiCデバイスの性能や信頼性向上に貢献できるものと期待している。

本研究に際し、電子顕微鏡を用いた評価で多大なご協力をいただいた日立ハイテクノロジーズの皆様へ深く感謝申し上げます。

## 参考文献

- 1) 松前弘之他編, 「半導体SiC技術と応用 (第2版)」, 日刊工業新聞 (2011)
- 2) Y. Orai et al., *Proc. European Conference on Silicon Carbide & Related Materials 2014*, TU-P-35 (2014)
- 3) T. Sato et al., *Proc. European Conference on Silicon Carbide & Related Materials 2014*, Mo-P-23 (2014)
- 4) 佐藤高広他, 第62回応用物理学会春季学術講演会, 11p-P2-7 (2015)
- 5) K. Kuroda et al., Ext. Abstr. *19<sup>th</sup> Solid State Device and Materials*, 227 (1987)
- 6) M. Fukui et al., 14th International Conference on Defects-Recognition, *Imaging and Physics in Semiconductor*, p.58 (2011)
- 7) T. Sato et al., *Materials Science Forum*, pp.358-361 (2014)