

2017年度 博士研究員研究成果報告書

氏名 (所属研究室) 芦田 晃嗣 (理工学研究科金子研究室)

研究課題 走査型電子顕微鏡を用いた SiC 表面品質評価

研究期間 2017年4月1日～2018年3月31日

研究成果概要

【背景】 SiCはSiに次ぐ次世代パワー半導体材料として、過去十数年間にわたって膨大な国家予算が投じられ、高品質ウェハの供給に向けた技術開発が行われてきた。ウェハ自身の結晶性やその均一性については大幅に改善されたものの、ウェハの機械加工に伴って導入される歪みや結晶欠陥等がその後のエピタキシャル成長層に与える影響については未だ未解明な点が多く、更なる高品質化に向けて解明が求められる。これは従来の評価が光学顕微鏡をベースとした巨視的なものであったことや、試料表面をより高倍率で観察可能とする走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いた評価においても、表面品質を定義しうる明確な基準が存在しなかったことが要因として挙げられる。金子研究室では、従来のプロセス技術では実現困難な、SiC 表面形状を1分子層単位で厳密に制御可能とする超高温熱化学エッチング法の開発を行ってきた。またこの技術により形成した理想的な SiC 表面を標準試料として用いることで、SiC 最表面を終端するステップテラス構造の品質を1分子層の深さ分解能で評価可能とする、低加速電子線チャネリングコントラスト法を開発してきた。この金子研究室独自の表面制御技術と、表面評価技術とを組み合わせることで、従来は実現困難であった表面品質の更なる向上とその評価が可能になると期待される。

【目的・実験】 そこで本年度は、SiC ウェハ品質の更なる向上に向け、各種プロセスを印加した単結晶 SiC ウェハ表面を走査型電子顕微鏡 (SEM) によって観察することにより、ウェハに固有の欠陥や転位、さらにはウェハ加工に起因する歪み等、結晶表面の不完全性がプロセス印加後の表面形状および表面品質に与える影響を明らかにすることを目的とした。同時に、それら結晶表面の不完全性を排した熱的安定表面に対しても同様のプロセスを印加することで、プロセス条件そのものも最適化し、更なるウェハ品質向上を目指した。また SiC ウェハ表面品質を規定する基準となる、金子研究室独自の SEM 評価技術 (電子線チャネリングコントラスト撮像法) において、より高い空間分解能と深さ分解能を実現しうる観察条件の最適化を図るとともに、理論に基づく定量的な像解釈を目指した。

【結果① : SiC ウェハの不完全性が表面に与える影響】

ウェハ中に内包される転位や欠陥等が表面に与える影響を可視化するため、バルクウェハに対し 1700～1950℃の広範な温度領域において熱エッチングを実施し、熱エッチング前後での表面形状変化を光学顕微鏡および SEM により観察した。

熱エッチング後の表面にはピットやマウンド等が局所的に観察された。観察されたピットやマウンドのうち、大部分は熱エッチング工程において SiC ウェハ表面に付着したパーティクルに起因するものであつが、一部、パーティクルの無いピット・マウンドが見られた。これらの起点を同定するため、SEM の電子線チャネリングコントラスト法を用いた観察を行ったところ、

ピットの起点として、主要な貫通系の転位（貫通螺旋転位、貫通刃状転位、基底面転位）や直径 100nm 程度の微小なインクルージョン等の存在が確認された。熱エッチングや結晶成長に際し、貫通転位に起因するピットが顕在化することはよく知られているが、本件でみられたような極めて小さなインクルージョンがウェハ内に内包されており、かつ表面形状に影響を与える例は知られていない。このインクルージョンは熱エッチングや研磨など、ウェハを薄化する過程で表面に露出し、表面に対し悪影響を与える要因となるため、バルク成長工程でのプロセス改善（気相中 C/Si 比の安定制御）や、インクルージョンを無害化するための新たな工程（エピ成膜による埋め込み等）の確立が求められる。

【結果②：低加速電子線チャネリングコントラスト撮像法におけるコントラスト発現機構】

高加速電子線を用いた場合に見られるチャネリングコントラスト像（ECC 像）は、主として弾性散乱した反射電子（BSE）によって形成されることが知られており、BSE の多重散乱計算により回折強度の計算がなされている。その一方、低加速領域での SEM-ECC 像については、理論的な取り扱いはもちろん、観察（実験）例すら報告がない。低加速領域での ECC 像（LE-ECC 像）を解釈する上では、1kV 程度で高い収率を示す二次電子（SE）の寄与を無視することはできない。実際、SE に起因する回折については 1960 年代に、電子線回折の業界で注目されていた背景もある。そこで本年度は SE がコントラストに与える影響について定量的な測定を行い、LE-ECC 像の発現機構について検討した。具体的な測定としては、4H-, 6H-SiC(0001)試料に対し、加速電圧を 0.4-1kV、電子線の入射角度を 0-60° の範囲で変化させ、当該条件に対する LE-ECC 強度を数値化した。また SEM の電子検出器に対しグリッドバイアス (+300V, -20V) を印加し、SE に起因する信号が得られるか比較・検証した。

結果として、LE-ECC 強度は SE の検出量の増大に対し線形に増加することが分かった。その一方で、SE にのみ起因する回折ピークは観察されなかったことから、SE は BSE コントラストを強調する効果のみを有することが明らかとなった。これは、LE-ECC 像の形成においても、高加速領域と同様、BSE が像形成の物理的な起源であることを示唆している。ただし、SE 収率が高加速領域に比べ 100 倍近く高いため、低プローブ電流においても高分解能かつ高 S/N 比の画像が得られることとなり、表面のナノ周期構造観察に適した手法であると言える。

低加速電子線の回折強度計算においては、高加速領域で用いられる多重散乱モデルではなく、単一散乱モデルを用いることで、SiC(0001)表面の有する 3 回対称性を反映した回折パターンをうまく再現することができた。これは実際の結晶内部で生じる電子線の非弾性散乱の影響が大きいことを示唆している。また非弾性散乱の結果として生じるオージェ電子（Si-LVV 遷移）も回折パターンの生成に一部寄与している可能性が示唆された。今後、LE-ECC 測定の際に SiC 表面で散乱される電子のエネルギースペクトル分析を行うことでオージェ電子まで含めた詳細な回折強度計算を実施することが可能になると期待される。

【成果】学会発表・学術論文

No.	題目, 著者, 学会, 雑誌名
1	<p>Title: In-situ Growth mode control of AlN on SiC substrate by sublimation closed space technique</p> <p>Authors: D. Dojima, <u>K. Ashida</u>, T. Kaneko</p> <p>Conference: 21st American Conference on Crystal Growth and Epitaxy (2017/7/30-8/1, New Mexico, USA) Th 11:20 ~ 11:40</p> <p>Journal: Journal of Crystal Growth 483 (2018) 206-210.</p>
2	<p>Title: Rearrangement of surface structure of 4o off-axis 4H-SiC (0001) epitaxial wafer by high temperature annealing in Si/Ar ambient</p> <p>Authors: <u>K. Ashida</u>, D. Dojima, S. Torimi, N. Yabuki, Y. Sudo, S. Nogami, M. Kitabatake, T. Kaneko</p> <p>Conference: International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2017 (2017/9/17-22, Washington DC, USA) MO.BP.7</p> <p>Journal: Materials Science Forum, Accepted for publication</p>
3	<p>Title: An application of Si-vapor etching to control the surface stability of 4H-SiC (0001) on-axis substrate revealed by LE-ECCI of SEM</p> <p>Authors: D. Dojima, K. Koide, N. Yoshida, T. Ihara, <u>K. Ashida</u>, T. Kaneko</p> <p>Conference: International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2017 (2017/9/17-22, Washington DC, USA) TH.B2.6</p>
4	<p>Title: Investigation of run-to-run fluctuation in growth conditions of physical vapor transport growth of 4H-SiC crystals</p> <p>Authors: N. Matsumoto, H. Shinya, <u>K. Ashida</u>, T. Kaneko, N. Ohtani, M. Katsuno, H. Tsuge, S. Sato, T. Fujimoto</p> <p>Conference: International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2017 (2017/9/17-22, Washington DC, USA) MO.AP.10</p> <p>Journal: Materials Science Forum, Accepted for publication</p>
5	<p>Title: Dislocation-free selective area growth of SiC on 4H-SiC(0001) patterned substrate by using metastable solvent epitaxy</p> <p>Authors: T. Kaneko, R. Watanabe, <u>K. Ashida</u>, D. Dojima, N. Yabuki, Y. Abe, Y. Sudo, S. Nogami, M. Kitabatake</p> <p>Conference: International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2017 (2017/9/17-22, Washington DC, USA) Tu.AP.13</p>
6	<p>Title: Precise control of chemical characteristics of 4H-SiC(0001) step edges for kinetically sublimated step flow graphene growth</p> <p>Authors: T. Kaneko, D. Dojima, T. Ihara, <u>K. Ashida</u></p> <p>Conference: International Symposium on Epitaxial Graphene 2017 (2017/11/22-25, Nagoya, Japan) Th 11:45</p>

No.	題目, 著者, 学会, 雑誌名
7	<p>題目：4H-SiC(0001) メサ加工基板 TSD フリー領域を用いた近接昇華法における多形評価</p> <p>著者：井原知也, 吉田奈都紀, 青木一史, 堂島大地, 芦田晃嗣, 金子忠昭</p> <p>学会：先進パワー半導体分科会 第4回講演会 (2017/11/1-2, 名古屋国際会議場) IB-2</p>
8	<p>題目：Si 蒸気圧エッチング法を用いた 4H-SiC 基板表面が及ぼすエピタキシャル膜中の基底面転位低減効果解明に向けた転位構造の評価</p> <p>著者：須藤悠介, 芦田晃嗣, 鳥見聡, 坂口卓也, 金子忠昭, 野上暁, 北畠真</p> <p>学会：先進パワー半導体分科会 第4回講演会 (2017/11/1-2, 名古屋国際会議場) IIA-26</p>