

# 原子分解能分析電子顕微鏡による SiC パワー半導体の界面構造評価

筑波ラボラトリー 真家 信・松尾 祥史

省エネルギー効果をもたらすパワー半導体への期待は近年益々大きくなっている。現在、従来の Si からより高性能な SiC への移行が進んでいるが、一方で製造プロセスにおいて SiC 特有の諸問題が生じており、特に性能を大きく左右するゲート酸化膜 SiO<sub>2</sub> / SiC 界面制御が大きな課題となっている。デバイスメーカーでは性能向上に向けた界面制御が種々検討されており、製造プロセス最適化のための精密な界面構造把握が求められている。本稿では、当社に新しく導入した原子分解能分析電子顕微鏡を用いた原子レベルでの界面構造評価事例について紹介する。

## 1 はじめに

情報化社会の発展に伴って電力使用量が増え続けている現在、省エネルギー対策の重要性は高く、電子機器を効率的に制御するパワー半導体への期待は大きい。近年、パワー半導体を搭載したインバータ機器は、エアコンや家電機器だけでなくハイブリッド車、鉄道システムにも採用されており、省エネルギー効果をもたらす有望な技術として利用分野が拡大している。

これまでのパワー半導体は、Si（シリコン）単結晶を材料とするものが中心であったが、近年では低電力損失と高耐圧性能を併せ持った SiC（シリコンカーバイド）が主流となってきている。しかしながら SiC 系では、従来の Si 系とは異なりゲート酸化膜を形成する際の SiO<sub>2</sub> / SiC 界面での欠陥生成に伴うものと推定される電子移動度低下や閾値電圧変動などの問題が発生している<sup>1)</sup>。これらの課題に対し、酸化膜形成後の窒素アニール処理等の界面制御が種々検討されており、製造プロセス最適化のための界面構造把握の重要性が増している。

当社ではこれまで、電子顕微鏡分析、表面分析、ラマン分光、X線回折等の分析手法を駆使して、結晶性、欠陥、歪み、ドーパント濃度、界面状態等の評価を実施し、製造プロセスの最適化に貢献してきた<sup>2)</sup>。最近、高い空間分解能での像観察と高感度での元素分析を両立した原子分解能分析電子顕微鏡を導入し、従来困難であった SiO<sub>2</sub> / SiC 界面での原子スケールでの分析が可能となった。次項以降に、窒化アニール処理が施されたゲート酸化膜の SiO<sub>2</sub> / SiC 界面における原子スケールでの界面構造評価事例を紹介する。特に、界面領域における窒素分布および遷移層の有無に着目した評価について述べる。

## 2 原子分解能分析電子顕微鏡による原子スケールでの界面評価事例

2016年3月に、高感度元素分析システムを搭載した原子分解能分析電子顕微鏡を導入した。本装置は、高い空間分解能で

高感度の元素分析および電子分光が可能である。図1に、化合物半導体である (Al, Ga) As / GaAs 界面部の高角度散乱暗視野走査透過電子顕微鏡法 (HAADF - STEM : High - Angle Annular Dark Field - Scanning Transmission Electron Microscopy) による観察像とエネルギー分散型 X 線分光法 (EDX : Energy Dispersive X-ray spectrometer) による元素マッピングを示す。HAADF - STEM 像では原子番号の二乗に比例したコントラストが得られ、図1(a)で示す像の右側の GaAs 領域においては図1(b)で示す結晶モデルと同様な 0.14 nm 間隔の Ga と As の原子配列が明瞭に観察される一方、像左側の (Al, Ga) As 領域では Ga サイトのコントラストが Al 置換に伴って弱く観察された。図1(c)で示す元素マッピングでは HAADF - STEM 像に対応して、像右側ではピンクで示す Ga と黄色で示す As の配列が、像左側では緑で示す Al と黄色で示す As の配列が観察された。

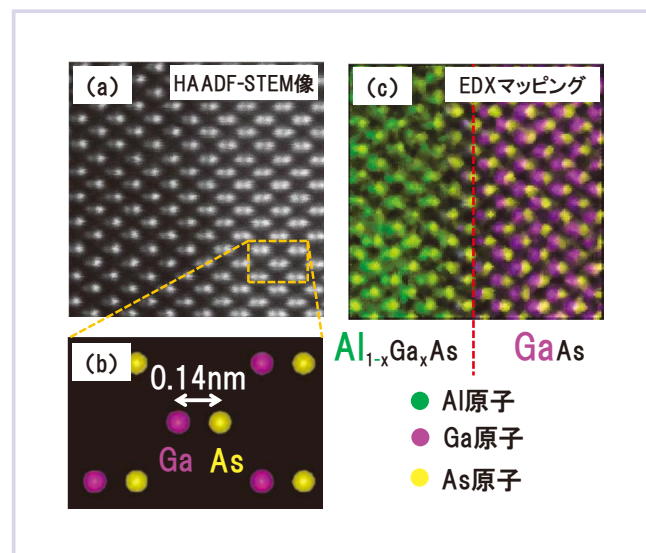


図1 化合物半導体 (Al, Ga) As / GaAs 界面部における (a) HAADF - STEM 像, (b) 結晶モデル, (c) EDX 元素マッピング

原子スケールでの元素マッピングでは、分析中の電子線照射によるダメージや試料移動を最小限に抑えるため、高感度元素分析システムによる短時間分析が必須である。導入した原子分解能分析電子顕微鏡による原子スケールでの構造評価は、図1で示した化合物半導体の界面評価だけでなく、ゲート酸化膜の界面構造評価にも有用であると考えられる。

### 3 SiC パワー半導体ゲート酸化膜 SiO<sub>2</sub> / SiC 界面の評価

#### 3.1 トランジスタ部品からのサンプリング

本検討では、電界効果トランジスタ (MOSFET : Metal - Oxide - Semiconductor Field - Effect Transistor) 市販部品の分析を実施した。部品をまず加熱した薬液へ浸漬して樹脂を除去し、ボンディングワイヤーを切断して図2で示す構造を有し

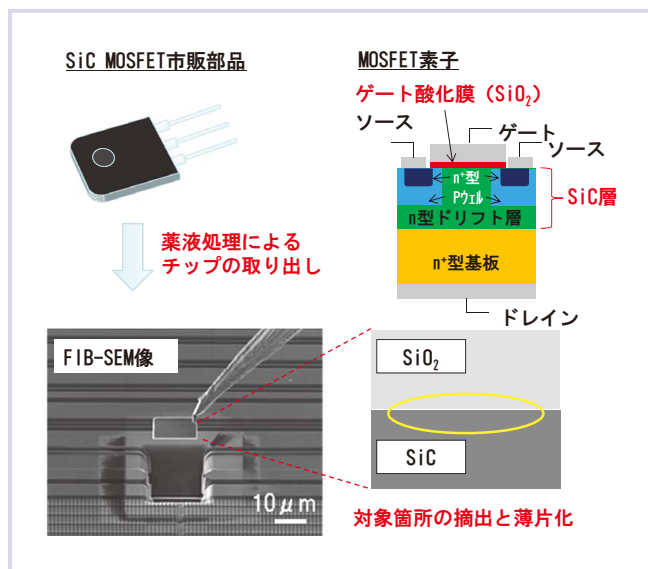


図2 トランジスタ部品からの電子顕微鏡観察用断面試料の作製フロー

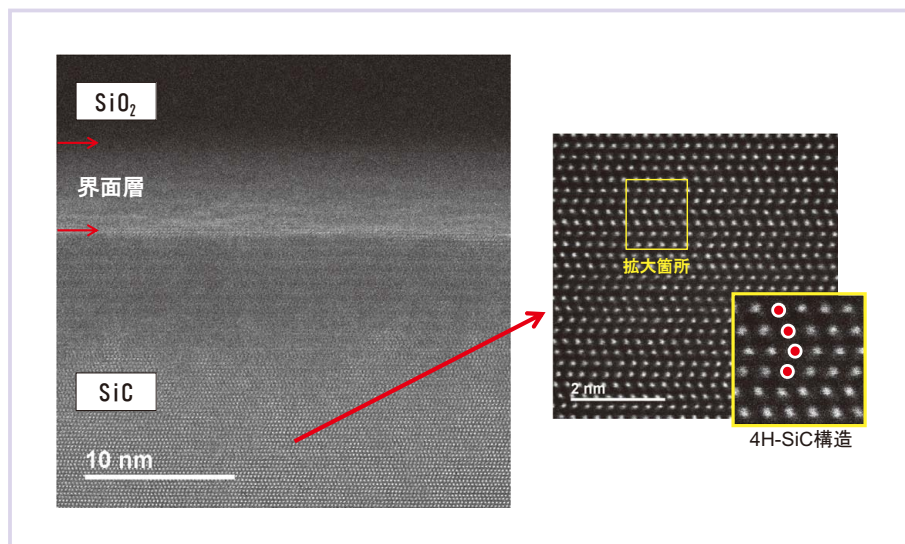


図3 SiO<sub>2</sub> / SiC界面のHAADF - STEM像

た MOSFET 素子を取り出した。さらに集束イオンビーム (FIB : Focused Ion Beam) 装置により、評価対象箇所を抽出するとともに、厚さ 100 nm 程度まで薄片化を実施した。ただし、薄片化時に生じる非晶質層等のダメージ層を極力除去するため、薄片化後に最表面の低加速仕上げを実施した。

#### 3.2 原子スケールでの構造評価

図3に SiO<sub>2</sub> / SiC 界面の HAADF - STEM 像を示す。SiC 層に対する電子線の入射方向は、4H 構造と呼ばれる 4H - SiC の [2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] 方向である。像中には原子配列に対応したコントラストが観察され、4H 構造特有の 4 個の Si 原子で構成される周期の繰り返しを観察される一方、6H 構造等の異なる結晶構造に由来した周期の混入や、原子の欠損や転位等、その他欠陥は確認されなかった。また、SiO<sub>2</sub> / SiC 界面領域において、SiO<sub>2</sub> および SiC とは異なるコントラストが 6 nm 程度の幅で観察された。SiO<sub>2</sub> と SiC に挟まれた第三の層 (以下では界面層と表記) の結晶構造について明らかにするため、ナノビーム電子線回折 (NBD : Nano Beam Diffraction) を 1 nm のビーム径で実施した。

図4に SiC 層および界面層において取得した NBD パターンを示す。SiC 層では電子線の入射方向が 4H - SiC の [2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] 方向であることを示す 0004 スポットを中心とした等方的なパターンが得られたのに対し、界面層では入射方向が [2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] 方向からややずれていることを示す 0000 スポットを中心としない上下方向に偏りのあるパターンが得られた。このことから、界面層には基板からやや傾斜した方向を向いた 4H - SiC が含まれることが推定される。

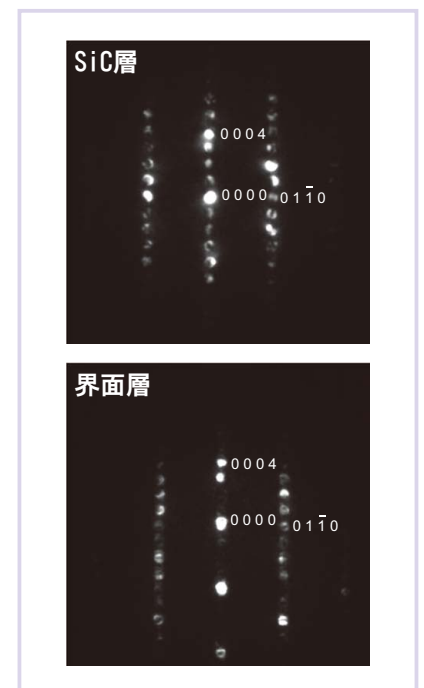


図4 SiC基板と第三層におけるNBDパターン

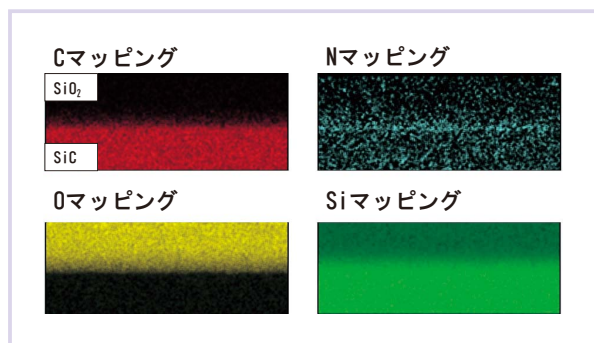


図5 SiO<sub>2</sub> / SiC界面近傍でのEDX元素マッピング

### 3.3 N分布の評価

前述のとおり、SiO<sub>2</sub>/SiC 界面での欠陥生成の抑制のため、ゲート酸化膜形成後の窒素アニール処理が一般的に施されていることから、導入した窒素分布の把握が重要となっている。過去の二次イオン質量分析 (SIMS : Secondary Ion Mass Spectroscopy) による検討から、窒素アニール処理により導入される N 量は 10<sup>19</sup> ~ 10<sup>20</sup> atoms / cm<sup>3</sup> 程度であることがわかっているが、このような低濃度の元素分析は従来の当社 EDX 分析では検出が困難であった。一方、今回導入した原子分解能分析電子顕微鏡の高感度元素分析システムを駆使することで、0.1 原子分率オーダーでの微量元素でも検出できることを確認している。そこで、強化された高感度元素分析システムを用い、従来検出が困難であった N 分布の解明を試みた。

図5は、SiO<sub>2</sub> / SiC 界面近傍の 100 nm × 40 nm の範囲で EDX 面分析を実施した元素マッピングである。マッピングでは主成分である C, O, Si に加え層状の N 分布もわずかながら観察された。N 分布をより明瞭に示すため、SiO<sub>2</sub> から SiC 方向への積算強度のラインプロファイルを得た。図6で示す通り、SiC 層の最表面を C の半値の位置と仮定した場合、N のピークが SiC 最表面から 1.5 nm 程度基板側に位置することがわかった。このことから、窒素アニールにより N が SiC 表層部よりも基板側に導入されていることが推定される。また、界面層付近での各元素の挙動に注目すると、C, O, Si の強度変化が約 10 nm の領域にわたって観測されることから、界面層付近においてこれら3種類の元素が混合した状態で存在するものと推定される。一方、界面層での NBD において基板からやや傾斜した方向を向いた 4H - SiC の存在が確認されており、この傾斜の原因として界面層への酸素を含む成分の混在が関与している可能性が考えられる。

### 3.4 界面層の構成成分評価

HAADF - STEM 法による像観察、NBD による結晶構造評価、EDX 分析による元素分析の結果か

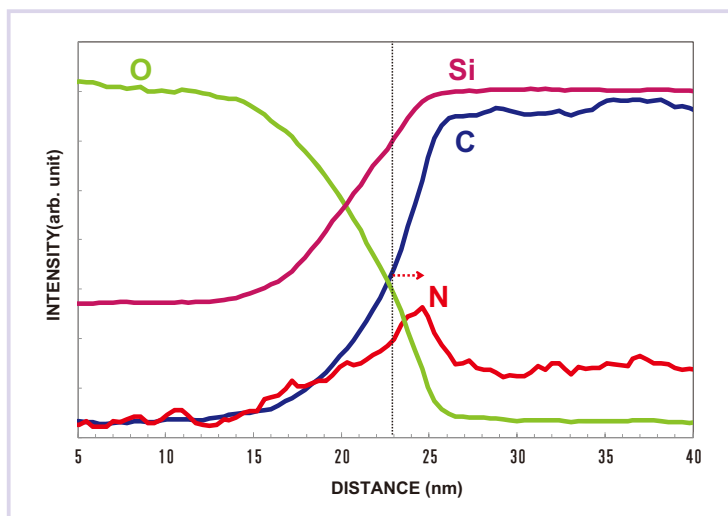


図6 SiO<sub>2</sub>からSiC方向への各元素の積算強度のラインプロファイル

ら、SiC 層と SiO<sub>2</sub> 層の間に界面層が存在し、この領域において基板からやや傾斜した方向を向いた 4H - SiC が存在するとともに酸素を含む成分も存在することが推定される。一般に SiC 上での SiO<sub>2</sub> 膜形成時に、成分変化による遷移層 (SiC<sub>x</sub>O<sub>y</sub>) が発生すると考えられており<sup>3)</sup>、今回観察された界面層が遷移層である可能性も考えられる。しかしながら、界面層に SiO<sub>2</sub> と SiC が混在している場合でも上述の EDX 結果が得られる可能性があり、上述の結果のみでの遷移層の存在の有無の判断は困難である。そこで、電子損失エネルギー分光法 (EELS : Electron Energy Loss Spectroscopy) を用いて Si の化学結合状態の観点から遷移層の有無の調査を試みた。仮に遷移層が存在する場合、Si の EELS スペクトル中には SiO<sub>2</sub> および SiC 由来のスペクトルだけでなく、遷移層である SiC<sub>x</sub>O<sub>y</sub> に由来したスペクトルも検出されるはずである。そこで、EELS スペクトルの多変量解析<sup>4)</sup>によるスペクトル

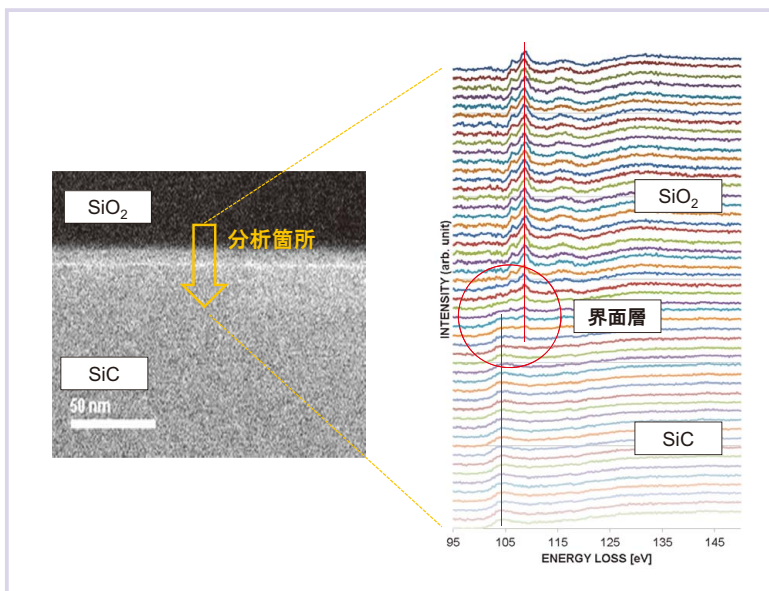


図7 SiO<sub>2</sub> / SiC界面近傍でのSi-L端EELSスペクトル



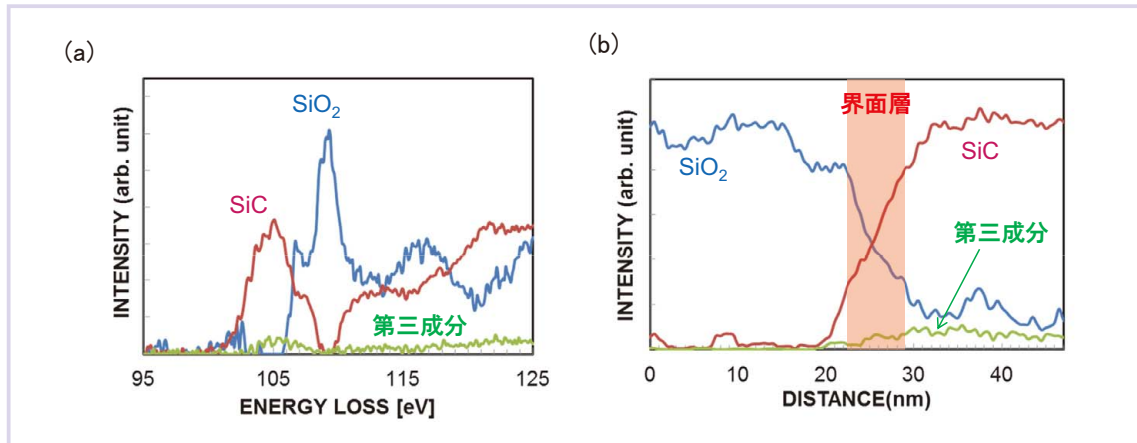


図8 多変量解析によりスペクトル分解した  
(a) SiO<sub>2</sub>、SiC、第三成分のEELSスペクトルと (b) 各成分の濃度ラインプロファイル

ル分解を実施し SiC<sub>x</sub>O<sub>y</sub> に由来した第三成分の有無について確認を行った。図 7 に、界面層を中心に 50 nm の範囲を 0.5 nm 間隔で取得した EELS スペクトルを、図 8 に多変量解析によりスペクトル分解を実施した各成分のスペクトルと界面付近での各成分の濃度変化を示す。図 8 (a) で示すように、多変量解析によるスペクトル分解では SiC と SiO<sub>2</sub> の成分に加え第三成分としてはノイズ (残差) 成分しか得られなかった。さらに、図 8 (b) で示すように、第三成分の濃度変化は界面層領域に極大を有しておらず、第三成分は遷移層によるものではないものと推定される。

### 3.5 SiO<sub>2</sub>/SiC 界面評価結果のまとめ

図 9 に、3.1 ~ 3.4 による検討結果から推定される SiO<sub>2</sub> / SiC 界面イメージを示す。SiC 基板は欠陥のない 4H - SiC 単結晶で構成されており、SiC 基板表層より 1.5 nm 程度基板側に窒素アニール処理による層状の N 分布が存在することが推定された。さらに、SiC 層と SiO<sub>2</sub> 層の間には、基板からやや傾斜した方向

を向いた 4H - SiC と SiO<sub>2</sub> とで構成された混合層が存在することが推定され、遷移層と呼ばれる SiC<sub>x</sub>O<sub>y</sub> は観測されなかった。

## 4 今後の展開

本稿では、SiC パワー半導体ゲート酸化膜の原子分解能分析電子顕微鏡を用いた原子レベルでの界面構造評価事例を紹介した。原子レベルでの界面構造把握は製造プロセスの最適化に重要な課題であり、従来の種々の表面分析手法に加え原子分解能電子顕微鏡も重要な役割を果たしていくものと考えている。

今後も、パワー半導体をはじめとする各種先端材料の開発に役立てることができるよう、観察技術のさらなる向上を目指すとともに各種材料に関する知識および経験を深めて行く所存である。

## 文献

- 1) 矢野裕司, 畑山智, 冬木隆, 表面科学 Vol. 35, No. 2, pp. 90-95, 2014
- 2) 中津和弘, 古田倫明, SCASNEWS 2012-I
- 3) 渡部平司, 細井卓治, 表面科学 Vol. 33, No. 11, pp. 639-644, 2012
- 4) 山本悠, 高橋照央, SCAS NEWS 2015-I

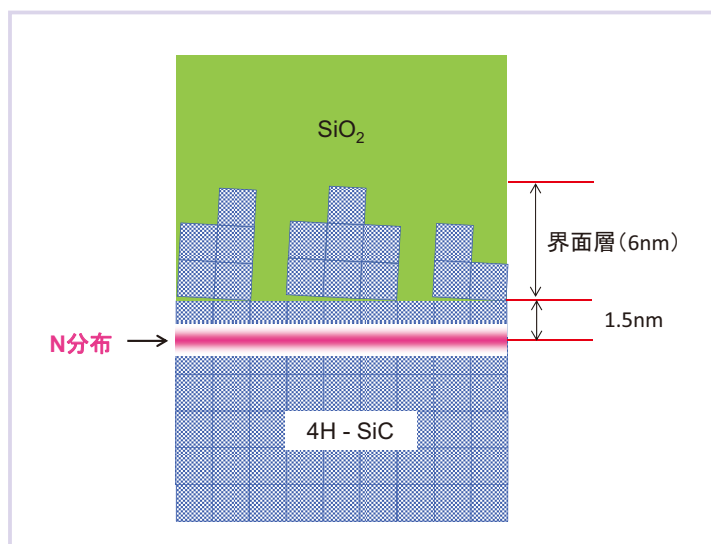


図9 分析結果から推定されるSiO<sub>2</sub> / SiC界面イメージ



真家 信  
(まいえ まこと)  
筑波ラボトリー



松尾 祥史  
(まつお ようじ)  
筑波ラボトリー