

## SiC 結晶中の積層欠陥の透過電子顕微鏡による構造解析

## Evaluation of Stacking Faults in SiC Crystal by Transmission Electron Microscope

●  
山本 秀和  
電気電子情報工学科 教授

白鳥 美帆  
電気電子情報工学科 卒業

●  
2015年9月18日受付

●  
Hidekazu YAMAMOTO  
Dept. of Electrical Electronics and Computer Engineering,  
Professor

Miho SHIRATORI  
Dept. of Electrical Electronics and Computer Engineering,  
Graduate

●  
Received : 18 September 2015

Silicon carbide (SiC), which represents a class of wide bandgap semiconductors, is a highly promising crystalline material for power devices and is expected to replace single-crystal Si in next-generation power devices. We previously reported that X-ray topography, photoluminescence (PL) spectroscopy, mirror electron microscopy (MEM), and atomic force microscopy (AFM) are effective for the evaluation of stacking faults in SiC crystal. However, there was a stacking fault that was detected by PL spectroscopy and MEM but was undetected by X-ray topography. In this work, we performed detailed X-ray topography and transmission electron microscopy (TEM) evaluations of SiC stacking faults and found that Shockley type, Frank type, and mixed type stacking faults are detected by X-ray topography. The stacking faults that were detected by PL spectroscopy but not by X-ray topography are not disturbed the periodicity of SiC crystal.

キーワード：ワイドギャップ半導体パワーデバイス, SiC, 積層欠陥, X線トポグラフィ, 透過電子顕微鏡 (TEM)

## 1. はじめに

現在, パワーデバイスはほぼ100% Siを用いて製造されている。Siパワーデバイスは, Si集積回路とは構造および一部の製造プロセス条件が異なるものの, 製造装置の多くは互換性があり, 集積回路で開発された成果を適用することにより急速に性能が向上し, 量産体制を確立してきた。一方, Siパワーデバイスは性能向上の限界が近いと言われ出した。そのため, パワーデバイスとしての優れた物性値を有するワイドギャップ半導体 (WGS: Wide Gap Semiconductor) であるSiCおよびGaNを用いたデバイスが次世代パワーデバイスとして期待されている<sup>(1),(2)</sup>。しかしながら, 究極に近い状態まで洗練されてきたSiパワーデバイスに対し, WGSパワーデバイスの真の量産化には多くの課題がある<sup>(3)</sup>。

最大の課題は結晶の製造技術である。現在実用化されているSiC単結晶の唯一の育成法は, 図1に示したウエハ形状の種結晶を用いた昇華法である。融液から結晶を育成するSiと比較して, 大口径化が困難で結晶欠陥の低減が難しい。従って, SiCパワーデバイスの製造は, 結晶欠陥と

の共存が大前提である。結晶欠陥のデバイス特性への影響を明確にし, キラー欠陥を撲滅する必要がある。そのためには, 結晶欠陥評価技術<sup>(4)</sup>の確立が非常に重要である。

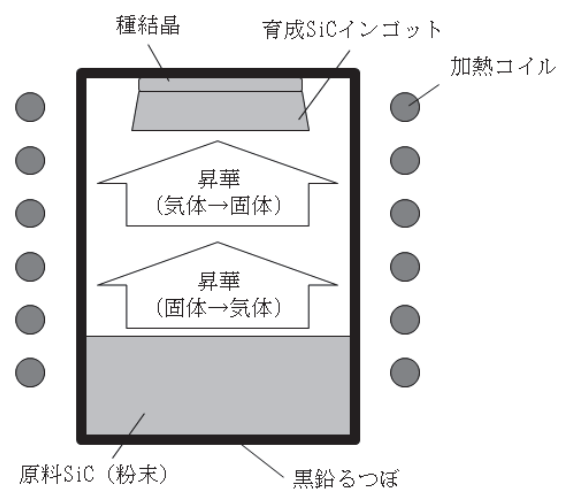


図1 昇華法によるSiC結晶の育成

我々はこれまで、SiC 結晶中の積層欠陥を X 線トポグラフィ、フォトルミネッセンス (PL: Photoluminescence)、ミラー電子顕微鏡 (MEM: Mirror Electron Microscopy)、原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope) 等を用いて評価してきた<sup>(5)</sup>。その結果、これらの評価技術が SiC の積層欠陥の評価に有効であること、PL では検出できるが X 線トポグラフィでは検出できない積層欠陥が存在することが判明した。

本研究では、X 線トポグラフィおよび透過電子顕微鏡 (TEM: Transmission Electron Microscope) を用いて詳細な評価を実施した。結果として、X 線トポグラフィでの積層欠陥検出不可が結晶の原子配列の違いで説明できることが判明したので報告する。

## 2. SiC の結晶構造と積層欠陥

現在パワーデバイスの試作および少量量産に用いられている SiC は、六方晶系の 4H-SiC である。図 2 に六方晶を考える場合の結晶軸を示す。底面上の 3 つの軸  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  と縦の中心軸  $c$  とする。これら 4 つの座標軸に対し、ミラー指数と同様の操作で面指数を決定し<sup>(4),(6)</sup>、任意の面を  $(hki\ell)$  で、面の方向を  $[hki\ell]$  で表す。

積層欠陥にはショックレイタイプおよびフランクタイプとそれらの混合タイプがある<sup>(3)</sup>。六方晶におけるショックレイタイプのバーガーズベクトル  $\vec{b}_S$  は、 $a/3[-1100]$  等であり、フランクタイプのバーガーズベクトル  $\vec{b}_F$  は、 $\pm c/2[0001]$  である。混合タイプのバーガーズベクトル  $\vec{b}_M$  は以下となる。

$$\vec{b}_M = m\vec{b}_S + n\vec{b}_F \quad (1)$$

ここで、 $m$  および  $n$  は整数または簡単な整数を分母とする分数である。

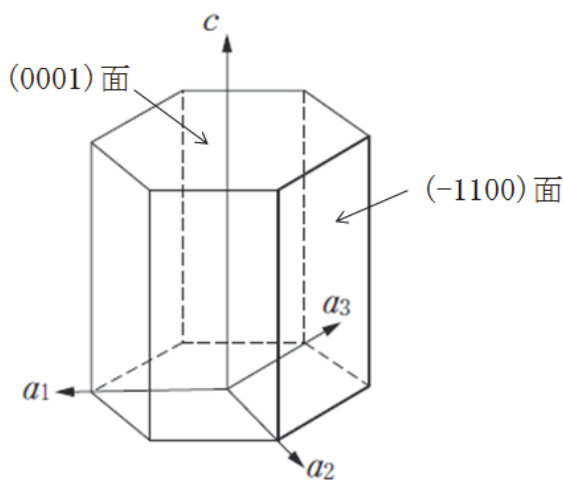


図2 六方晶における結晶軸

## 3. 回折現象を利用した結晶欠陥の評価方法

結晶の評価に、様々な手法で回折現象が利用される。図 3 に回折の原理を示す。以下に示したブラッグ条件が成立する場合に回折波が強め合う。

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2)$$

ここで、 $d$  は回折面の間隔、 $\theta$  は入射角、 $\lambda$  は入射波の波長、 $n$  は整数である。

電子線や X 線等を用いた評価において、回折現象を利用することにより、結晶欠陥のバーガーズベクトルを決定することができる。一般に、図 4 に示した回折ベクトル  $\vec{g}$  とバーガーズベクトル  $\vec{b}$  が、以下の消滅則を満たす場合にコントラストが低下する<sup>(7)</sup> ことを利用する。

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = (\vec{k}_2 - \vec{k}_1) \cdot \vec{b} = 0 \quad (3)$$

ここで、 $\vec{k}_1$  は入射波の波数ベクトル、 $\vec{k}_2$  は回折波の波数ベクトルである。

## 4. 実験方法

### 4-1. SiC ウエハ

評価に用いた SiC ウエハは、昇華法によるオフ角  $4^\circ$  の (0001) 面 4H-SiC 3 インチウエハである。導電型は窒素ドープの n 型であり、抵抗率は  $0.015 \sim 0.025 \Omega \cdot \text{cm}$  である。また、ウエハ厚は  $360 \mu\text{m}$  である。

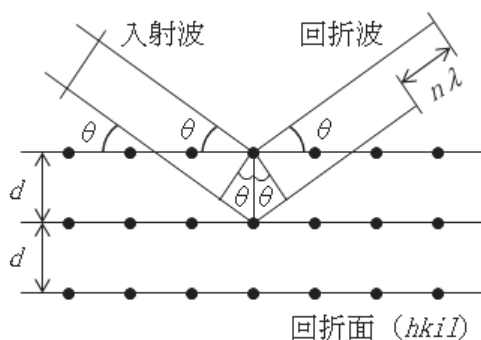


図3 回折の原理

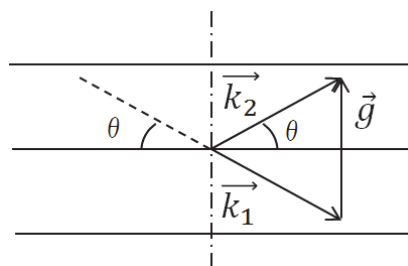


図4 回折ベクトル

#### 4-2. X線トポグラフィ

X線トポグラフィには、Bede Scientific Instruments 社製の BedeScan を使用した。評価には Mo の K  $\alpha$  線を用いた。様々な回折面での透過モードの X線トポグラフィによる評価を行った。

#### 4-3. フォトルミネッセンス (PL) 評価

PL 評価には、フォトンデザイン社製の PL イメージング装置を用いた。なお、SiC 結晶中の積層欠陥は、420 nm 付近の発光として現れることが報告されている<sup>(8)</sup>。

#### 4-4. 透過電子顕微鏡 (TEM) 評価

TEM 評価には、日本電子製の JEM-2100F を用いた。試料のサンプリングには、SII ナノテクノロジー製の FIB (Focused Ion Beam) 装置 SMI3050SE を用いた。

図5に示したように 4H-SiC の結晶構造は、破線および右の実線で表した二等辺三角形の重なりで表される。二等辺三角形は2層ごとに向きが反転し、4層で元の配置に戻る。TEM 評価では、試料を薄片化することにより、原子および結合手密度の高い領域と低い領域がコントラストの違いとして現れ、結晶構造を決定できる。なお、SiC の原子間距離は、0.188 nm である。

### 5. 実験結果および考察

#### 5-1. X線トポグラフィおよびフォトルミネッセンスによる SiC 結晶中の積層欠陥の評価

図6に、SiC ウエハの透過 X線トポグラフィによる評価結果と 420 nm の PL 評価の結果を重ね合せた結果を示す。X線トポグラフィにおける回折ベクトルは、[1-100]である。X線トポグラフィの暗い部分が積層欠陥である。積層欠陥の上部が直線状なのは、積層欠陥がウエハ表面に抜けているためである。

縦の矢印を付加した積層欠陥では、上下に直線部を有している。これは、積層欠陥が裏面から表面に抜けているこ

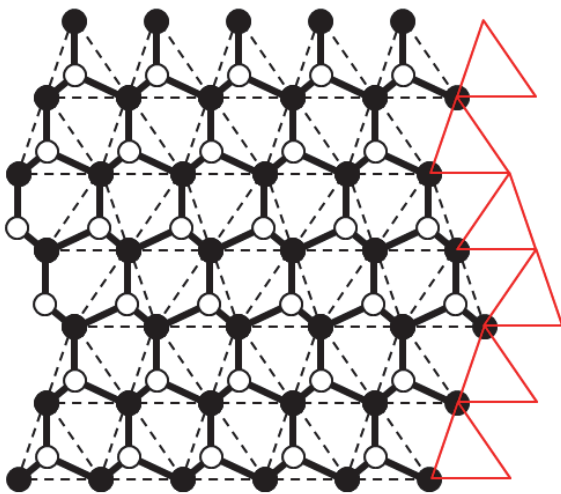


図5 4H-SiC の結晶構造

とを示唆している。結晶のオフ角が  $4^\circ$  であることとウエハ厚 ( $360 \mu\text{m}$ ) から、矢印の長さ  $l$  は以下のように計算できる。

$$l = \frac{360 \mu\text{m}}{\tan 4^\circ} = 5.15 \text{ mm} \quad (4)$$

$l$  の実測値は約 5 mm であり、計算結果と良く一致する。この結果も X線トポグラフィで検出されているのが積層欠陥であることを示している。

図6において、①から⑤の矢印で示したものが PL 評価における 420 nm の発光である。発光はウエハ最表面からの発光であり、直線状である。①から③および⑤の発光は、X線トポグラフィの結果と良く一致している。一方、④の発光は他の発光同様積層欠陥からの発光だと考えられるが、X線トポグラフィでは検出されていない。

図7は、別の箇所の透過 X線トポグラフィによる評価結果と 420 nm の PL 評価の結果を重ね合せた結果である。

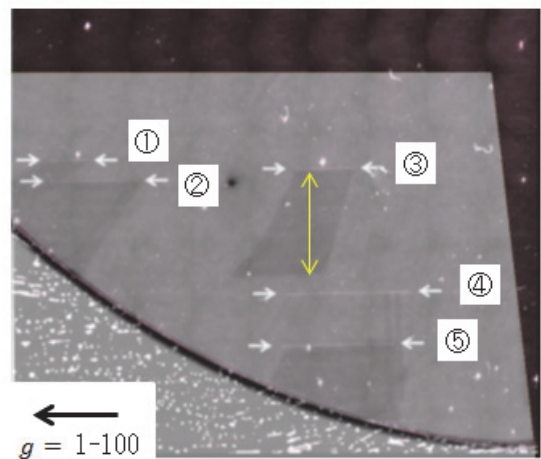


図6 透過 X線トポグラフィによる評価結果と 420 nm の PL 評価の結果の重ね合せ 1

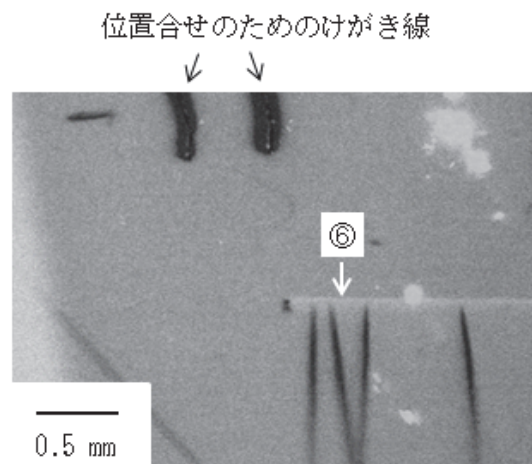


図7 透過 X線トポグラフィによる評価結果と 420 nm の PL 評価の結果の重ね合せ 2



⑥の発光は積層欠陥からの発光だと考えられるが、④の発光同様、X線トポグラフィでは検出されていない。発光箇所から下に伸びる欠陥は、積層欠陥外周の転位であると考えられる。

### 5-2. X線トポグラフィによるSiC結晶中の積層欠陥タイプの決定

図8および図9は、それぞれ回折ベクトルが[1-100]および[1-101]の場合のX線トポグラフィによる評価結果である。回折ベクトルが[1-100]の場合にのみ検出される積層欠陥、回折ベクトルが[1-101]の場合にのみ検出される積層欠陥、そして両方で検出される積層欠陥が存在する。

表1は、(3)式の消滅則を基にした回折ベクトルとバーガーズベクトルの関係である。○はコントラストが強く、×はコントラストが現れないこと、△はコントラストが弱いことを表している。

図9中の矢印で示した積層欠陥は、[1-100]および[1-101]の両方の回折ベクトルで検出されており、ショックレータイプの積層欠陥である。また、図9の破線で囲

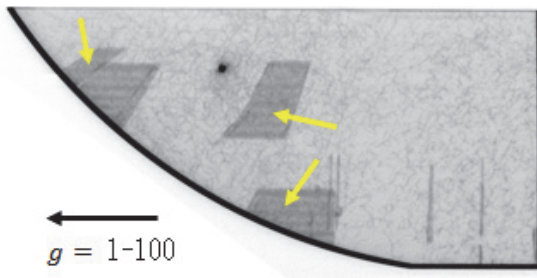


図8 回折ベクトル [1-100] の場合の透過X線トポグラフィによる評価結果

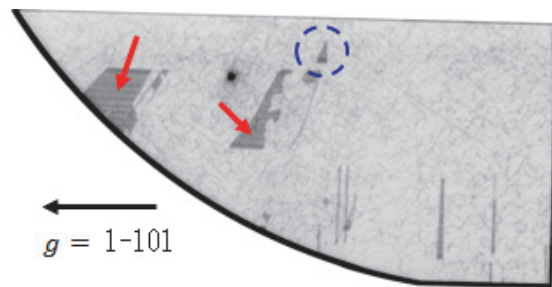


図9 回折ベクトル [1-101] の場合の透過X線トポグラフィによる評価結果

表1 回折ベクトルとバーガーズベクトルの関係

$\vec{g} \backslash \vec{b}$	Shockley(S) $1/3\langle 10\bar{1}0 \rangle$	Flank(F) $1/2\langle 0001 \rangle$	S+F $1/6\langle 20\bar{2}3 \rangle$	S+F/2 $1/12\langle 40\bar{4}3 \rangle$
1-100	○	×	○	○
1-101	○	○	△	△
11-20	×	×	×	×

だ積層欠陥は、[1-101]の回折ベクトルでのみ検出されており、フランクタイプの積層欠陥である。

図8中の矢印で示した積層欠陥は、[1-100]の回折ベクトルでは検出されるが[1-101]の回折ベクトルでは検出されておらず、混合タイプの積層欠陥である。

### 5-3. 透過電子顕微鏡によるSiC結晶中の積層欠陥の評価

図10は、図6においてX線トポグラフィとPLの両方で検出された混合タイプの積層欠陥⑤の左端部のTEMによる評価結果である。2,2構造の4H-SiCの間に、3,3,3(3×3)構造の積層欠陥(SF)が挿入されていることが判る。

図11は、図9のフランクタイプの積層欠陥のTEMによる評価結果である。4H-SiCの間に、3,3(3×2)構造の積層欠陥(SF)が挿入されている。

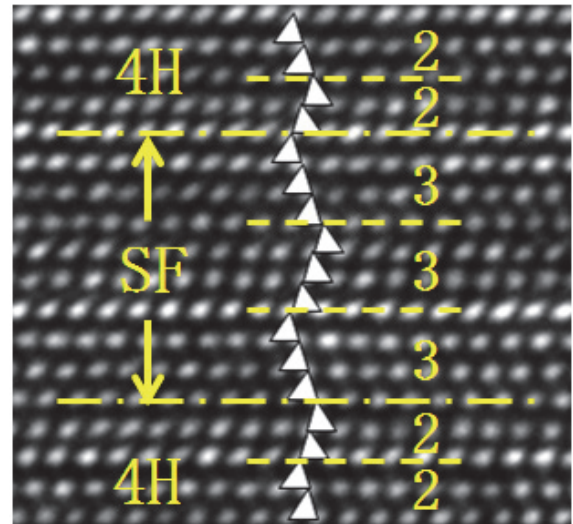


図10 X線トポグラフィとPLの両方で検出された積層欠陥(SF)のTEMによる評価結果

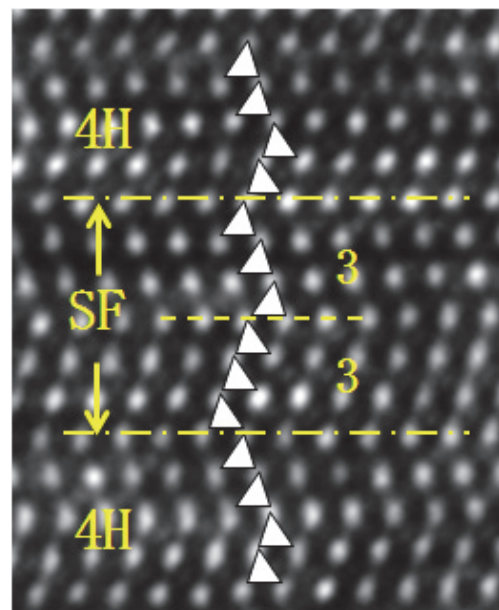


図11 フランクタイプ積層欠陥(SF)のTEMによる評価結果

図12は、図6においてPLでは検出されるがX線トポグラフィでは検出できない積層欠陥④の左端部のTEMによる評価結果である。4H-SiCの間に、3, 3, 3, 3 (3×4)構造の積層欠陥(SF)が挿入されている。

図13は、図7においてPLでは検出されるがX線トポグラフィでは検出できない積層欠陥⑥の左端部のTEMによる評価結果である。4H-SiCの間に、3, 3, 3, 3, 3, 3, 3, 3 (3×8)構造の積層欠陥(SF)が挿入されている。

#### 5-4. X線トポグラフィで検出できない積層欠陥の構造

図12および図13に示したように、PLでは検出されるがX線トポグラフィでは検出できない積層欠陥は、3×4あるいは3×8の積層構造をとっている。この場合は、2×6あるいは2×12の積層構造で4H-SiCが存在する場合と同様に上下の4H-SiCが位置するため、4H-SiCの周期性を乱していない。従って、上下の4H-SiCの回折条件が同じため、X線トポグラフィでは検出されないと考えられる。

一方、図10および図11に示したX線トポグラフィとPLの両方で検出された3×2あるいは3×3構造の積層欠陥は、上下の4H-SiCの周期性を乱している。そのため、回折波の位相がずれてX線トポグラフィで検出されたと考えられる。

#### 6. まとめ

次世代パワーデバイス用として注目されているSiC結晶中の積層欠陥を、透過X線トポグラフィおよび透過電子顕微鏡(TEM)を用いて詳細に評価した。

回折ベクトルを変化させたX線トポグラフィによる評価により、SiC結晶中の積層欠陥にはショックレタイプ、フランクタイプ、およびそれらの混合タイプが存在することが判明した。

TEMを用いた結晶構造の解析から、PLでは検出されるがX線トポグラフィでは検出できない積層欠陥は、上下の4H構造の周期性を乱していないことが判明した。一方、X線トポグラフィとPLの両方で検出される積層欠陥は、上下の4H構造の周期性を乱していることが明らかとなった。

#### 謝辞

X線トポグラフィ、フォトルミネッセンス評価およびTEM評価を実施頂き、結果の解釈に関し議論頂いた日鉄住金テクノロジー社の永井哲也氏、野網健吾氏、中居克彦博士、二木登史郎氏に感謝申し上げます。

フォトルミネッセンス評価にご協力頂いた明治大学小椋厚教授ならびにフォトンデザイン社の千葉一郎氏に感謝申し上げます。

本研究の一部は、私立大学戦略的研究基盤形成支援事業(文部科学省)および科研費採択者助成金(千葉工業大学)を受けて行われた。

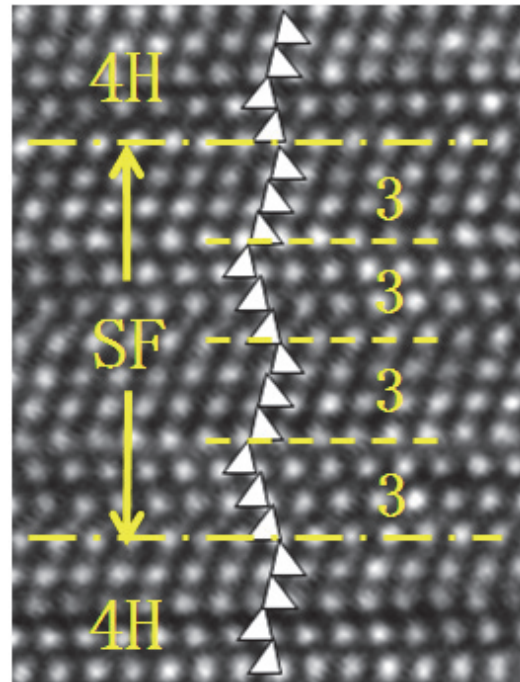


図12 PLでは検出できるがX線トポグラフィでは検出されない積層欠陥(SF)のTEMによる評価結果1

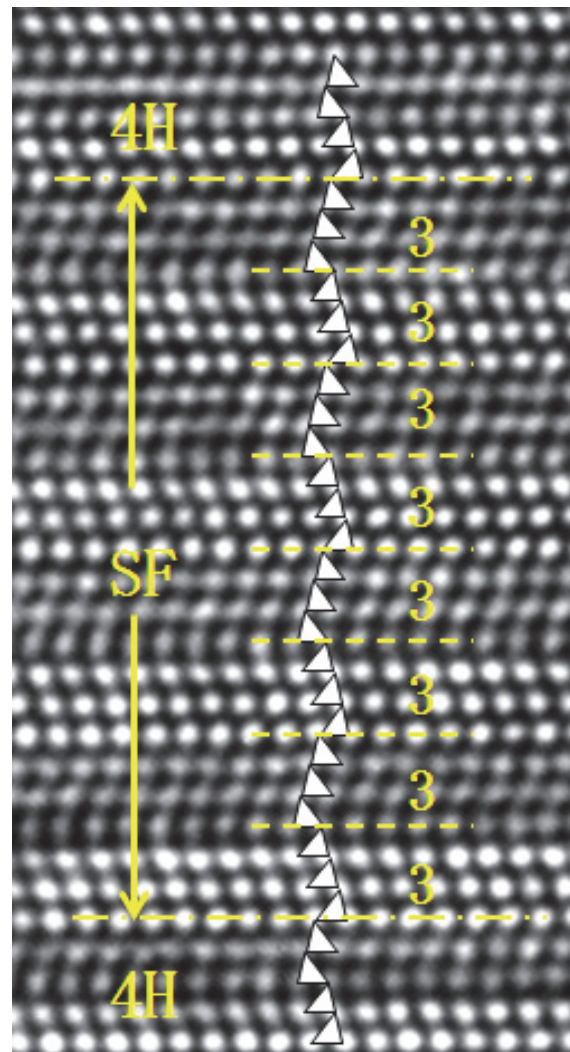


図13 PLでは検出できるがX線トポグラフィでは検出されない積層欠陥(SF)のTEMによる評価結果2

### 本研究に関する主な発表論文

- (1) 白鳥美帆, 永井哲也, 野網健吾, 中居克彦, 二木登史郎, 山本秀和:  
第 61 回応用物理学会春季学術講演会, 19a-PG5-6 (2014)
- (2) 山本秀和: 第 78 回半導体・集積回路シンポジウム (2014)
- (3) H. Yamamoto: 2014 International Conference on Solid State  
Devices and Materials (SSDM2014), Short Course (2014)
- (4) 山本秀和: 第 24 回格子欠陥フォーラム (2014)
- (5) 白鳥美帆, 永井哲也, 野網健吾, 中居克彦, 二木登史郎, 山本秀和:  
第 75 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-PB7-4 (2014)
- (6) 山本秀和: 第 62 回応用物理学会春季学術講演会, 12p-B4-5  
(2015)

### 参考文献

- (1) Y. M. Tairov: ECSCRM 2012 Book of Abstracts Mo1-1 (2012)
- (2) 岩室憲幸監修:「次世代パワー半導体の高性能化とその産業展開」  
CMC 出版 (2015)
- (3) 山本秀和:「次世代パワー半導体の高性能化とその産業展開」第  
3 章, CMC 出版 (2015)
- (4) 山本秀和:「ワイドギャップ半導体パワーデバイス」コロナ社  
(2015)
- (5) H. Yamamoto: Sensors and Materials, 25, pp.177-187 (2013)
- (6) 幸田成康:「金属物理学序論」コロナ社 (1964)
- (7) 坂公恭:「結晶電子顕微鏡学 - 材料研究者のための -」内田老鶴  
圃 (1997)
- (8) Izumi, H. Tsuchida, I. Kamata and T. Tawara: Appl. Phys. Lett.  
86, 202108 (2005)