

論文の内容の要旨

論文題目 フォトルミネッセンスを用いた SiC 結晶中の構造欠陥の評価

氏名 星乃 紀博

近年、エネルギー問題や環境問題に対し、エネルギー資源の有効利用が求められている。電力分野でも、その低損失化が急務であり、現在において電力変換および制御を行っているパワーデバイス材料の主流であるシリコンでは、耐圧と低損失化にトレードオフがあり、性能限界が懸念されている。シリコンカーバイド(SiC)は、大電力、高温、高周波デバイスに有用な物性値を持つワイドギャップ半導体である。単結晶成長技術の向上により、SiC 単結晶基板が入手されるようになったが、デバイス実用化および普及のためには、更なる SiC 単結晶成長技術の改善が必要である。また、評価手法としては高速、高感度かつ非破壊な結晶性評価が求められている。これらの要望に対し、フォトルミネッセンス(PL)による SiC 単結晶基板評価は有力な手段の一つである。

本研究では、PL を用いてパワーデバイスや高周波デバイス材料として期待されている 4H-、6H-SiC 単結晶基板の結晶欠陥評価を行った。結晶欠陥の中でも、電流、耐圧特性や長期信頼性に影響を与えることが近年明らかになってきた転位や積層欠陥(SF)などの構造欠陥に対し、PL マッピングおよび PL イメージングを用いた PL トポグラフィによる基板面内分布観測を行った。

SiC バイポーラダイオードは、インバータ動作中にその順方向電流特性が劣化することが問題となっている。この原因として、注入されたキャリアである電子・正孔の再結合エネルギーによって拡張する Single Shockley SF (SSF) が考えられている。この SSF は、線欠陥である転位から面欠陥である積層欠陥に拡張した拡張転位である。また、他の半導体中の SF とは異なり、4H-SiC 中の SSF は、面状の異種ポリタイプ(結晶多形)の混在と考えることができ、量子井戸に類似した構造を形成する。この構造におけるキャリアの発光遷移は、PL やエレクトロルミネッセンス(EL)、カソードルミネッセンス(CL)によって観測されることが知られている。本研究では、バイポーラダイオード作製前のエピタキシャル層(エピ層)基板の段階で、SSF の拡張現象が PL マッピングにおける高強度の励起光照射によっても観測できることを見出した。また、本研究で評価を行った(11-20)面エピ基板は、チャンネル移動度が高く、スイッチングデバイス用基板として期待されている。しかし、この面方位基板では、表面の化学的性質のため、表面エッチングによるエッチピット形成が困難であり、簡便かつ一般的な構造欠陥の面内分布評価手法であるエッチピット観察を行うことができない。それゆえ、本研究の PL マッピング評価による(11-20)面エピ基板における SSF の拡張観察の知見は、デバイス検査において重要な成果である。

低温 PL スペクトルによって高強度の励起光照射後に発生した 2.9 eV 付近の発光ピークが、

報告されている劣化後の pin ダイオードから観測される SSF 起因発光の発光ピークと一致したことから、この励起光照射によって発生した 2.9 eV 付近の発光が SSF 起因の発光であることを確認した。次に、SSF 起因発光 PL マッピングを用いて、(0001)面エピ層付きオフ基板と(11-20)面エピ基板における SSF 起因発光パターンの拡張を調査した。SSF の発生サイトとなる転位には、バルク基板からエピ層に伝播した基底面転位と、エピ層内の基底面上にある転位ループとに分けられ、それぞれ拡張パターンが異なることが、(0001)面エピ層付きオフ基板を用いた pin ダイオードの EL などの評価で明らかにされている。前者では直角三角形パターンであり、後者では菱形または二等辺三角形パターンに拡張することが報告されている。本研究の PL マッピングにおける(0001)面エピ層付きオフ基板の SSF 拡張パターン評価においても他の評価法と同様に、2 種類の拡張パターンを観測した。さらに、転位ループ起因の SSF 拡張パターンは、PL マッピングの励起光走査方向に依存して拡張することを見出した。この転位ループ起因の SSF 拡張パターンの励起光走査方向依存性を用いて、エッチピット観察による欠陥分布評価が困難な(11-20)面エピ基板中の SSF 発生サイトとなる転位の調査を行った。観測された(11-20)面エピ基板中の SSF 拡張パターンの多くが、励起光走査方向に依存して拡張したことから、(11-20)面エピ基板中 SSF の発生サイトは転位ループが支配的であると評価できた。

次に、4H-SiC では基底面である(0001)面上のすべりによる SSF と異なる積層順序をもつ積層欠陥として、Double Shockley SF やエピ成長中に発生する Epi. in-grown SF (E-IGSF) など数種類報告されている。本研究では、PL 評価によってバルク単結晶成長中に発生した Bulk in-grown SF (B-IGSF) を初めて報告した。さらに、この B-IGSF に対し PL、エッチピット観察および高分解能透過電子顕微鏡 (HRTEM) による解析を行った。この B-IGSF は、他の積層欠陥と同様に基板作製を行っている複数の研究機関や企業で作製された SiC 基板において観測されており、今後その電気的特性への影響の調査および欠陥制御が必要とされる欠陥である。

本研究では、励起光照射や電流注入を行っていない As-received 4H-SiC(0001)エピ層付きオフ基板中に SSF 起因発光に近い 2.9 eV 付近発光を観測した。この発光の PL マッピング評価によって、SSF とは特徴の異なる棒状発光パターンを観測した。この棒状発光パターンは、高強度の励起光照射を行っても拡張せず、その形状は棒状であるため、SSF と異なる欠陥の発光であることが分かった。この棒状パターン幅がエピ層基底面の投影幅に対応し、エピ層研磨前後 PL 評価によって棒状パターン幅が変化したことから、エピ層基底面(0001)面に平行な面状の欠陥、SF であることが確認された。この SF の起源が、エピ層／バルク基板界面またはバルク基板から伝播したものであるかの調査のため、PL マッピングによるバルク基板中 SF の非破壊観測を行った。従来までバルク基板中 SF は、エッチピット観察によって SF 起因の線状ピットが観測されていたが、SiC 結晶中の構造欠陥の非破壊観察手法として成果のある放射光 X 線トポグラフ (SWBXT) においてもバルク基板中 SF 起因パターンは明瞭に観測されていなかった。本研究では、従来まで困難であった(0001)面オフ基板中 SF の非破壊観測を、侵入深度の短い深紫外光を用いた表面近傍励起 PL マッピングによって成功させた。また、PL マッピングとエッチピット観察

との同点比較により、バルク基板中 SF 起因棒状パターンと、バルク単結晶成長中に発生する B-IGSF 起因の線状エッチピットが一致することを示した。さらに、エピ層成長前後のオフ基板の PL マッピング定点比較によって、バルク基板中 B-IGSF 起因棒状パターン分布がエピ層中 SF 起因棒状パターン分布と完全に一致したことから、エピ基板に観測された棒状発光パターンを形成する SF はエピ層／バルク基板界面から発生したものではなく、バルク基板からエピ層へ伝播した B-IGSF であることを見出した。詳細なエピ成長前後の PL マッピング定点観察により、エピ層基底面の投影幅に対応する B-IGSF 起因パターンのシフトを観測し、B-IGSF のエピ層への伝播を裏付けた。HRTEM を用いた構造解析によって、B-IGSF がこれまで報告されている SF と異なる Si-C 分子層の欠如である Intrinsic Frank-type SF であることを示した。

これまで当研究室では、バンドギャップ以上の光子エネルギーの光を励起光とする Above-gap 励起 PL マッピングにより、マイクロパイプや貫通転位の構造欠陥分布観察を報告してきた。励起レーザー走査と光電子増倍管による光検出の PL マッピングに対し、LED (Light emitting diode) の広範囲の励起光照射と CCD (Charge coupled device) によって高速測定が可能となる PL イメージングでは、Above-gap 励起の場合、紫外光源及びこれに伴うバックグラウンドに問題があり、明瞭なパターンを得ることが困難である。

本研究では、バンドギャップ以下の below-gap 励起による PL イメージングを用いて構造欠陥分布を高感度かつ高速に検出することに成功した。1.3 eV 付近の Si 空孔関連発光の PL マッピングにて構造欠陥が観測された半絶縁性 6H-SiC 基板に対し、太陽電池用シリコン基板評価用に開発した PL イメージング装置を用いて、発光波長 500 nm (2.5 eV) の LED アレイにより Below-gap 励起を行い、PL イメージングを高速に取得した。これまで報告してきた約 30 分の測定時間の紫外レーザー走査による PL マッピングと同様に、マイクロパイプやらせん転位、小傾角粒界(刃状転位列)に対応するそれぞれ暗点、暗線が、100 秒以下で高空間分解能にフルウエハー PL イメージングを得ることに成功した。

以上より、簡便かつ非破壊な PL を用いた SiC エピおよびバルク基板中の構造欠陥、特に SF の解析によって、従来まで観測されていなかった SF の挙動および種類を見出した。デバイス特性に影響を与える構造欠陥の低減のためには、本研究の PL 評価手法が有用であり、今後 SiC 基板の検査工程に使用されるであろう。