

Pイオン注入3C-SiCの結晶性と電気特性の評価

鈴木, 優 / SUZUKI, Yu

(発行年 / Year)

2008-03-24

(学位授与年月日 / Date of Granted)

2008-03-24

(学位名 / Degree Name)

修士(工学)

(学位授与機関 / Degree Grantor)

法政大学 (Hosei University)

2007 年度修士論文

指導教員 佐藤政孝

P イオン注入 3C-SiC の結晶性と電気特性の評価

Structural and Electrical Properties of

P Ion Implanted 3C-SiC(100) Layer

法政大学大学院工学研究科電気工学専攻

06R3115

スズキ ユウ
鈴木 優

概要

ワイドギャップ半導体であるシリコンカーバイド(SiC)は Si に比べ絶縁破壊電界強度、飽和電子速度および熱伝導度などが高く、これをパワー半導体デバイスに利用できれば、小型化とともに、電力変換時の損失を大幅に低減できると考えられている。SiC は多くのポリタイプ(結晶多形)を有することでも知られ、現在 4H-SiC に関する研究が世界的に進められている。3C-SiC も 4H-SiC と同等の優れた物性値を有し、電子デバイス材料として期待されている。また、近年良質な 3C-SiC 基板の製造技術が確立され、電子デバイス製造技術に関する研究が盛んになりつつある。3C-SiC を用いた電子デバイスを実現する上で、イオン注入による不純物ドーピング技術の確立は非常に重要である。六方晶 SiC へのイオン注入過程に関する研究は多く進められているが、結晶構造の異なる 3C-SiC については改めてイオン注入過程を詳細に調査する必要がある。

本研究では、3C-SiC(100)に P イオン注入を行い、それによって導入されたイオン注入層の高温活性化アニールによる結晶性評価および電氣的活性化過程を評価した。

実験には n 形 3C-SiC(100)エピタキシャル基板に、Al 不純物の濃度が $1 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ 、注入層の厚さが $1 \mu\text{m}$ となる p 形イオン注入層をあらかじめ形成した基板を用意した。形成した p 形層へ P イオンを注入エネルギー 50~100keV にて、リン不純物の濃度が $4 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ 、注入層の厚さが 150nm となるように、基盤温度を 500°C として昇温多段注入を行った。総注入量は $4.2 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ であった。注入後、RF 加熱炉を用いて Ar 流中において 1200 から 1600°C の温度において 10 分間の熱処理を行った。不純物の濃度分布は SIMS、注入層の結晶性は RBS および TEM、表面形状のモフォロジー評価には AFM を用いて評価した。電気特性の評価には、Van der Pauw 法と Hall 効果測定を用いた。

SIMS 測定では、注入直後、活性化熱処理を行った試料ともに注入濃度、深さ分布に変化は見られなかった。RBS 測定から、注入直後と 1200°C で熱処理を行った試料では変化は見られなかったが、 1500°C で熱処理を行った試料から注入層においてイールドの増加が見られた。TEM 観察を行った結果、注入直後では注入層において局在するような欠陥は見られなかった。しかし、 1500°C で熱処理を行った試料からは注入層に欠陥の発生が確認できた。また、基板方向からの積層欠陥も確認でき、活性化熱処理後、積層欠陥の増加も確認された。AFM による表面観察から、イオン注入直後では 1.8nmRMS であったが、熱処理温度の増加に従い表面荒れは悪化し、 1500°C において熱処理を行った試料では 7.6nmRMS となった。また、表面形状において、TEM 観察でみられた積層欠陥の伝搬が起因するような表面形状の変化が見られ、とくに 1400°C 、 1500°C の間には明らかな起

伏の変化が見られた。

電気特性評価の結果、1600℃で熱処理を行った試料から、シート抵抗 $30\ \Omega/\text{sq}$ 、シートキャリア濃度 $3.6 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ 、活性化率 84%と優れた電気特性が得られました。

目次

概要

1. 序論

- 1.1. SiC の特徴 1
- 1.2. 研究目的 4

2. 評価方法

- 2.1. 原子間力顕微鏡 (AFM) 5
- 2.2. ラザフォード後方散乱法 (RBS) 6
- 2.3. van der Pauw 法 10
- 2.4. ホール効果測定 11
- 2.5. 透過電子顕微鏡 (TEM) 13

3. 実験結果および考察

- 3.1. 昇温 P イオン注入層の結晶性評価
 - 3.1.1. 実験条件 14
 - 3.1.2. 実験結果 17
- 3.2. 昇温 P イオン注入における電気特性の評価
 - 3.2.1. 実験条件 21
 - 3.2.2. 実験結果 22

4. 結論 25

謝辞

参考文献 27

学会発表リスト 28

1. 序論

1.1. SiC の特徴

SiC は、常圧では液相が存在せず、2000℃程度の高温まで熱的に安定であることに加え、化学的、機械的安定性を有する材料である。また、SiC は広い禁制帯幅(2.2~3.2eV)をもつIV-IV族化合物半導体として古くから知られ、優れた物性値を有し、Si 電子デバイスの性能の限界を打破する高性能デバイスの可能性が示されていた。

SiC は共有結合結晶であり、結晶学的には同一の組成で c 軸方向に対して Si と C の化学結合(ジnkブレンドとウルツァイト結合)が多様な積層構造をとることで、結晶多形(ポリタイプ)現象を示す材料である。このポリタイプ現象は、Si、C 原子単位層の最密充填構造を考えた時の原子の積み重なるの違いにより記述できる。SiC では 200 種類以上のポリタイプが確認されているが、応用上重要なのは、3C-、4H-、6H-、15R-SiC(Ramsdell の表記法)である。この表記法で、最初の数字は積層方向(c 軸方向)の一周期中に含まれる Si-C 単位層の数を示し、後の C、H、R は結晶系(C: 立方晶、H: 六方晶、R: 菱面体)を表している。図 1.1 に 3C-、4H-、6H-SiC の積層構造の模式図を示す。同図における“A、B、C”の表記は、六方最密度充填構造における 3 種類の原子の占有位置を意味している。なお、他の半導体結晶でよく現われる閃亜鉛鉱(zincblende)構造は 3C、ウルツ鉱(wurtzite)構造は 2H と表記できる。

SiC はポリタイプによって熱的安定性が異なり、高温(2000℃以上)では 6H-、15R-および 4H-SiC のポリタイプが成長する確率が高く、低温(1800℃以下)では 3C-SiC が発生しやすい。SiC は、各ポリタイプで禁制帯幅だけでなくキャリアの移動度や不純物イオンエネルギーなどの電子物性が異なるので、基礎物性の分野でも興味深い材料として注目されている。表 1.1 に代表的な SiC ポリタイプの主な物性を示す。SiC は、Si-C 原子間距離が 0.189nm と短く、結合エネルギーが高い(約 4.5eV)ことに起因して、禁制帯幅、絶縁破壊電界やフォノンのエネルギーが大きい。また、すべての SiC ポリタイプは、Si と同様に間接遷移型のバンド構造を有する。

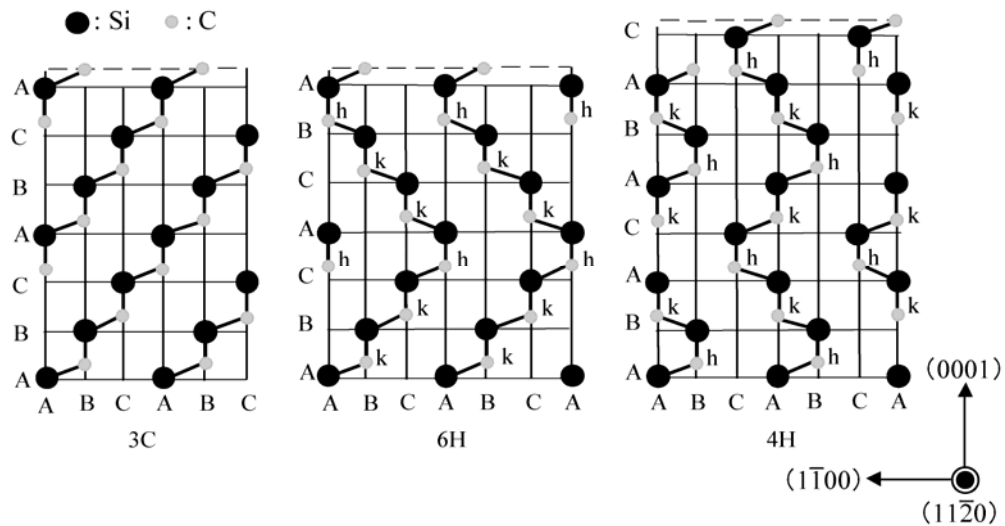


図 1.1 3C、6H、4H-SiC の結晶構造

表 1.1 代表的な SiC のポリタイプ及び Si、GaN の物性値

半導体	Si	GaN	SiC		
			3C	4H	6H
最近接原子間距離 [nm]	0.235	0.195	0.189		
禁制帯幅 [eV]	1.12	3.39	2.20	3.02	2.86
熱伝導度 [W/cmK]	1.51	1.30	4.90	4.90	4.90
電子移動度 [cm ² /V·s]	1500	900	800	1000	460
正孔移動度 [cm ² /V·s]	450	400	70	120	10
飽和ドリフト速度 [cm/s]	1.0×10^7	2.7×10^7	2.7×10^7	2.7×10^7	2.0×10^7
絶縁破壊電界強度 [MV/cm]	0.3	2.6	3.0	3.5	3.0
真性半導体温度 [K]	600	2000	1000	1400	1300

表 1.1 に示したように、SiC は Si の約 10 倍の絶縁破壊電界強度を有することから、Si の理論限界を大幅に凌駕する低損失(オン抵抗)パワーデバイスを実現することが可能である。SiC パワーデバイスが Si より小さいオン抵抗を示す理由を、図 1.2 を用いて簡単に説明する。片側階段接合に逆方向耐圧(V_B)を印加したときの空乏層内の電界分布は図 1.2 のようになる。接合界面における電界はすなわち絶縁破壊電界強度(E_B)に等しく、空乏層幅(W_M)も最大となる。このときの耐圧は、電界分布を示す直線を辺にもつ直角三角形の面積で表される($V_B = E_B W_M / 2$)。SiC では絶縁破壊電界が Si の 10 倍であるので、同耐圧のデバイスを製作する場合に、図に示すように「縦長」の三角形で耐圧 V_B を維持することができる。したがって、SiC では Si の場合より空乏層幅(パワーデバイスの活性層(ドリフト領域))が 1/10 とすることができる。また空乏層内の電界の傾き(図中の直線の傾き)は、ドーピング濃度(N_D)に比例することから、この領域のドーピング濃度 N_D を 100 倍にすることができる。この結果、同耐圧の Si 電子デバイスと比較すると SiC ではドリフト領域の抵抗を二桁から三桁程度に小さくできる。高耐圧 Si 電子デバイスのオン抵抗のうち、ドリフト領域の抵抗が最も大きな成分となるので、SiC を用いることによって、オン抵抗が小さい、すなわち低損失パワーデバイスを実現することができる。

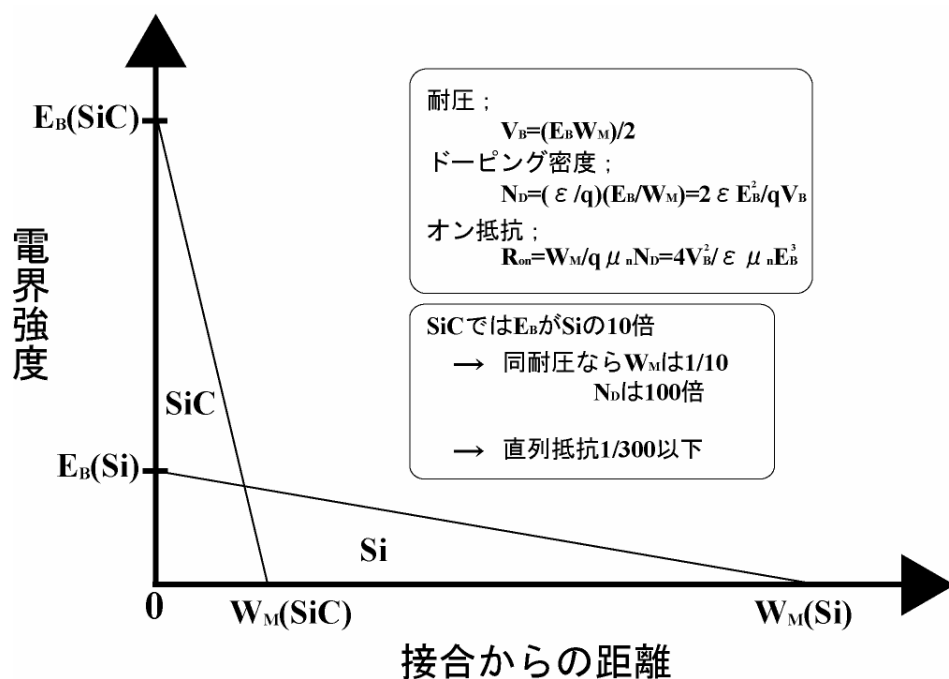


図 1.2 Si、SiC 片側階段接合の絶縁は開示における空乏層内の電界分布

1.2. 研究目的

3C-SiC は、禁制帯幅が約 2.2eV と六方晶 SiC に比べて小さいが、電子移動度や飽和ドリフト速度が速く、電気特性に異方性がないなど、電子デバイスに有利である。また、Si 基板上にヘテロエピタキシャル成長できることから、大面積化によるコストの低減や、SiC/Si のヘテロ構造を利用した電子デバイスの実現などの利点がある。しかし、3C-SiC 基板のヘテロエピタキシャル成長の手段として、一般的に用いられる CVD 法の成長速度が遅く、デバイスの製造に必要とされるフリースタンディング基板の製造が困難であったことなどから、3C-SiC を用いた電子デバイスの開発は、4H-SiC に比べて遅れている。近年、良質な 3C-SiC のフリースタンディング基板の製造技術が確立されたことで¹⁾、電子デバイス製造技術に関する研究が盛んになりつつある²⁾。

3C-SiC 電子デバイスを実現する上で、イオン注入法による不純物ドーピング技術の確立は非常に重要である。SiC への不純物ドーピングには、SiC 中の不純物拡散定数が極めて小さいことから³⁾、イオン注入法が不純物ドーピング技術として用いられる。イオン注入法は拡散プロセスに比べて、不純物ドーピングを正確かつ再現性良く制御でき、プロセス温度を低くできる利点がある。イオン照射時に欠陥を生成することから、熱処理に欠陥除去と、イオン注入された不純物の電氣的な活性化を図る必要がある。

本研究では、3C-SiC(100)に昇温 P イオン注入を行い、イオン注入層の高温活性化アニールによる結晶性改善効果とイオン注入層の電氣的特性を評価した。

2. 評価方法

2.1. 原子間力顕微鏡 (AFM)

AFM とは探針先端の原子を試料に近づけた際に働く原子間力を利用して、表面構造を観察するプローブ型の顕微鏡である。カンチレバー先端の探針を試料表面に微小な力で接触させ、カンチレバーのたわみ量が一定になるように、探針・試料間の距離を制御しながら操作することで、表面形状を画像化する。本研究ではセイコーインスツルメンツ社製の原子間力顕微鏡(ナノピクス)を用いた。分解能は垂直方向において 0.3nm である。カンチレバーには自己検知型シリコンカンチレバーを装備しており、従来の光てこ検出器のような光軸調整が不要である。この自己検知型のカンチレバーにはピエゾ抵抗体が内蔵されており、電流を流して操作すると、試料の凹凸に応じてレバーがたわみ、内蔵した、抵抗体の抵抗値が変動する。この抵抗値が一定になるようにフィードバックを行い、フィードバック量から観察画像を取り込むことができる。また、この装置には図 2.1 に示すような、二つの観察モードがある。

- コンタクトモード: カンチレバーが常時試料表面に微小な力で接触した状態で形状観察を行うモード。
- ダンピングフォースモード (DFM) : 共振させたカンチレバーの振動振幅が一定になるように探針・試料間の距離を制御しながら走査することにより、表面形状を画像化するモード。樹脂などの柔らかい試料でも、試料を傷つけずに測定が可能である。

この二つのモードを測定試料の材料、測定条件、試料表面の状態により、使い分け、測定を行う。

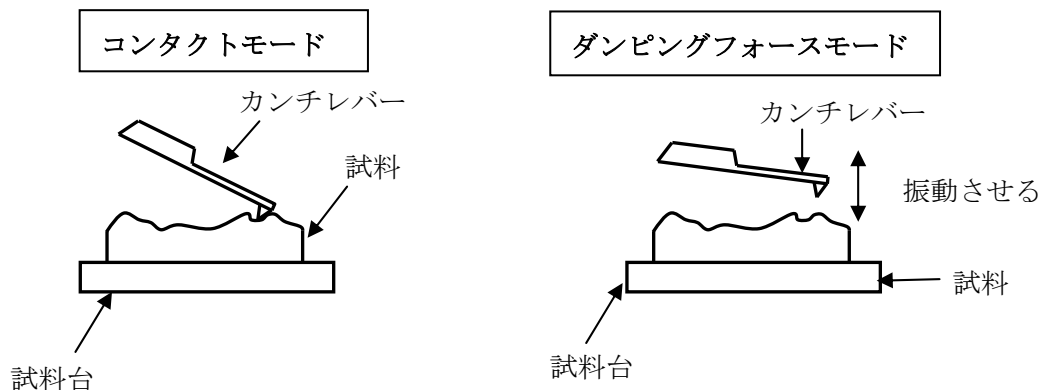


図 2.1 コンタクト、ダンピングフォースモードの観察原理図

2.2. ラザフォード後方散乱法 (RBS)

RBS は MeV レベルの H^+ や He^+ を試料に照射し、試料原子の原子核との近接衝突 (ラザフォード散乱) で、後方散乱された H^+ や He のエネルギーを半導体検出器で測定する分析方法である。測定結果として、エネルギースペクトルが得られる。これにより試料の元素分析、深さ方向の組成分析や結晶性の評価、欠陥解析などを行うことができる。

(1) カイネマティック因子 K (運動学因子)

RBS では、入射高エネルギーイオンと試料原子の原子核間でのクーロン力の反発によるラザフォード散乱を利用するが、このエネルギー領域においては入射イオンと試料原子との衝突は単純な弾性衝突として扱ってよい。静止している質量 M_2 の試料原子に、質量 M_1 の入射粒子 (イオン) がエネルギー E_0 で弾性衝突し、エネルギー E_1 で後方散乱されるとき、カイネマティック因子 K は、

$$K = \frac{E_1}{E_0} \quad (1)$$

で定義される。 K は入射エネルギー E_0 のイオンが、どのくらいの大きさのエネルギーで後方散乱されるかを示す指標になるものである。 M_1 の後方散乱角を θ として、衝突前後におけるエネルギーと運動量の総和が保存されるという条件から、

$$K = \left\{ \frac{M_1 \cos \theta + (M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2}}{M_2 + M_1} \right\}^2 \quad (2)$$

と表される。特に後方散乱角 $\theta = 180^\circ$ の場合には、

$$K = \left(\frac{M_2 - M_1}{M_2 + M_1} \right)^2 \quad (3)$$

となる。式 (1)、(2) で E_0 、 θ 、 M_1 は測定上既知の値であり、 E_1 を測定すれば M_2 すなわち試料原子を同定することができる。

(2) 微分散乱断面積

図 2.1 のように Q 個のイオンを、原子密度 $N(\text{atom}/\text{cm}^3)$ 、厚さ t の試料に照射した時に、角度 θ 方向の微小立方角 $d\Omega/(\text{sr}:\text{steradian} \rightarrow \text{球面上に、その球の半径の 2 乗に等しい面積を切り取る中心立体角})$ に散乱される割合として、微分散乱断面積 $d\sigma/d\Omega(\text{cm}^2/\text{sr})$ が次のように定義される。

$$d\sigma/d\Omega = \left(\frac{1}{Nt} \right) \left(dN/d\Omega \right) \quad (4)$$

なお微分断面積は次式で表される。

$$\frac{dQ}{d\Omega} = \left(\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_0} \right) \frac{\left[\left\{ 1 - (M_1 M_2 \sin \theta)^2 \right\}^{1/2} + \cos \theta \right]^2}{\left[1 - \left\{ \left(\frac{M_1}{M_2} \right) \sin \theta \right\}^2 \right]^{1/2}} \cdot \frac{4}{\sin^4 \theta} \quad (5)$$

ここで、 Z_1 、 Z_2 はそれぞれ入射イオンとターゲット原子の原子番号である。これから、 $d\sigma/d\Omega$ は、

- 1) Z_1 の 2 乗に比例する。すなわち $H^+(Z_1=1)$ より、 $He^+(Z_1=2)$ のほうが散乱数が 4 倍多い。
- 2) Z_2 の 2 乗に比例する。すなわち重い元素のほうが散乱数が多い。
- 3) 入射イオンのエネルギーの 2 乗に反比例する。
- 4) θ のみに依存する軸対称散乱である。
- 5) $M_1 \ll M_2$ のとき、ほぼ $\sin^4(\theta/2)$ に反比例する。これは θ が小さくなると、散乱数が増えることを意味する。

この微分散乱断面積は RBS の感度に相当するが、実際の RBS の測定では、試料に対してある角度 θ のところに、ある有限の大きさ Ω の立体角を有する検出器によってなされる。したがってこのような有限大きさの立体角 Ω に散乱される粒子の割合として、平均の微分散乱断面積 σ を次のように定義する。

$$\sigma = 1/\Omega \int (d\sigma/d\Omega) d\Omega \quad (6)$$

この平均の微分散乱断面積 σ を用いて、 Q 個のイオンを試料に照射した時、角度 θ に設置された検出器に入ってくる後方散乱粒子数 A は、

$$A = \sigma \cdot \Omega \cdot Q \cdot Nt \quad (7)$$

で表される。もし、検出器の立方角が小さいときには、平均の微分散乱断面積 σ は、微分散乱断面積 $d\sigma/d\Omega$ とほぼ一致すると考えてよい。すなわち、式(7)の σ の値として、式(5)で計算される $d\sigma/d\Omega$ の値を用いればよいことになる。

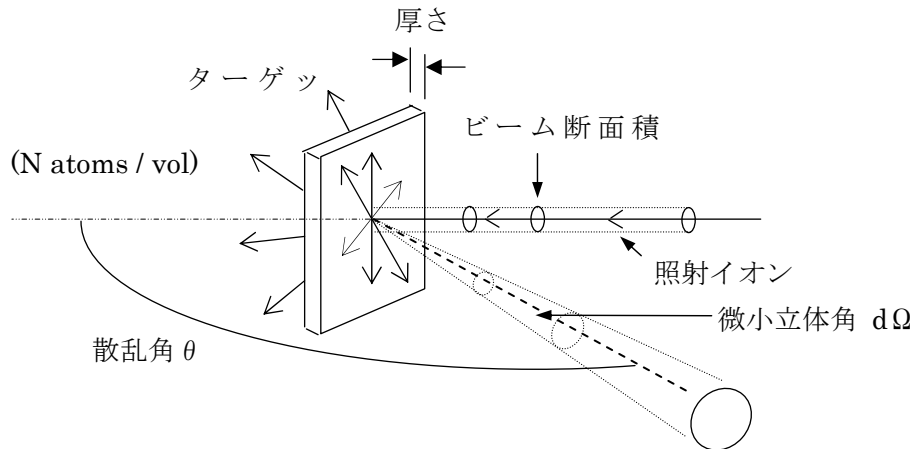


図 2.1 RBS の測定系と微分散乱断面積の説明図

(3) 阻止能

MeV レベルの H^+ や He^+ (以下 He^+ を入射イオンとする) 固体に照射されると固体原子との衝突により、そのエネルギーを次第に失っていく。このエネルギー領域でのエネルギーの損失の機構は主に電子との相互作用によるものである。すなわち電子の励起、電離等を引き起こしながらエネルギーを失っていくわけである。単位距離を進む間にイオンが失うエネルギーを阻止能 (dE/dx : specific energy loss) といい、エネルギーの関数となる。

これに対し、阻止断面積 ε (stopping cross section) というパラメータがよく使われる。これは、

$$\varepsilon = 1/N \cdot dE/dx \text{ (eV} \cdot \text{cm}^2 \text{)} \quad (8)$$

と定義されている。阻止能は実験的に表として与えられており、また理論式も提示されている。

入射粒子が深さ t から散乱された場合に検出されるエネルギーを考える。入射粒子 (入射エネルギー: E_0) は均質な試料中を深さ t 間で進む間に ΔE_{in} だけエネルギーを失い、衝突直前のエネルギーは $(E_0 - \Delta E_{in})$ となる。そして衝突後のエネルギーは $K(E_0 - \Delta E_{in})$ となる。さらに衝突後、後方散乱粒子が試料表面まで戻ってくる間に失うエネルギーを ΔE_{out} とすると、検出器に到達した時のエネルギーは、

$$K(E_0 - \Delta E_{in}) - \Delta E_{out} \quad (9)$$

となる。 ΔE_{in} および ΔE_{out} は t が厚くなればともに大きくなる。したがって、深い位置で散乱されるほど検出器に到達したときのエネルギーは低くなる。これらのことより深さ方向の情報が得られることが分かる。

なお化合物 $A_m B_n$ の阻止断面積 ε_{AB} は、Bragg's rule により、単体 A、B それぞれの阻止断面積 ε_A 、 ε_B を用いて次式より求める。

$$\varepsilon_{AB} = m\varepsilon_A + n\varepsilon_B \quad (10)$$

(4) チャネリング法

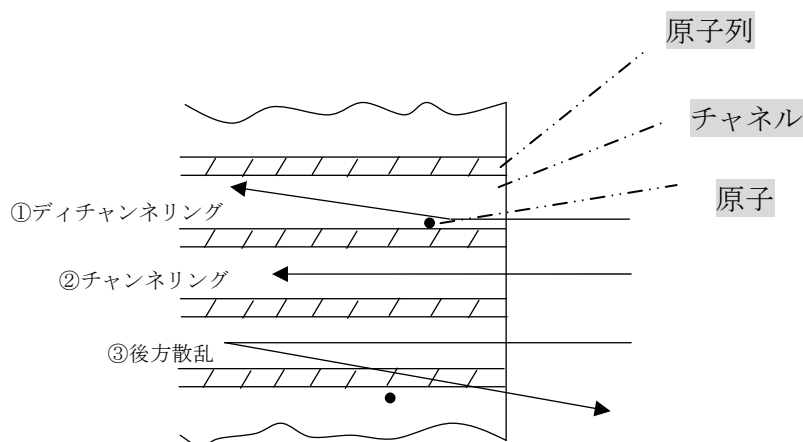


図 2.2 チャンネリングの断面モデル図

結晶性材料(バルク及び薄膜)を結晶軸方向から見ると、原子列で囲まれた大きな空間がある、これをチャンネルと呼んでいる。これを横から見ると図 2.2 のようになる。結晶軸に平行に入射 He^+ のほとんどのものは、チャンネルの中を原子列と連続に相互作用しつつ、周期的に振動しながら奥深く侵入していく。これをチャンネルング(channeling)現象という。

He^+ イオンビームを結晶軸に平行に入射するアライン(aligned)入射で、結晶性材料の RBS 測定を行うと He^+ 後方散乱率が大幅に減少する。しかし、図 2.1 に示すように、結晶内格子位置にない原子が存在すると、 He^+ イオンがその原子と衝突し次の 2 通りの過程で後方散乱の収率が増加する。

- 近接衝突し、直接後方散乱される
- 小角散乱してランダム成分となり(ディチャンネルング過程)、その後ほかの原子と近接衝突して後方散乱される。

したがって欠陥が存在したり結晶性がよくないほど後方散乱収率が増加する。

このようなチャンネルング現象を用いる、いわゆるチャンネルング法によって結晶性の評価、注入イオンの格子位置の決定、注入による欠陥分布あるいは表面の結晶構造の乱れや不純物原子の検出などが可能である。

2.3. Van der Pauw 法

この方法は、試料の作成が比較的簡単のためよく用いられているもので、サンプルの厚さが一様であれば形状が任意であっても 4 個のオーミック電極を設けることにより、抵抗率を測定する方法である。

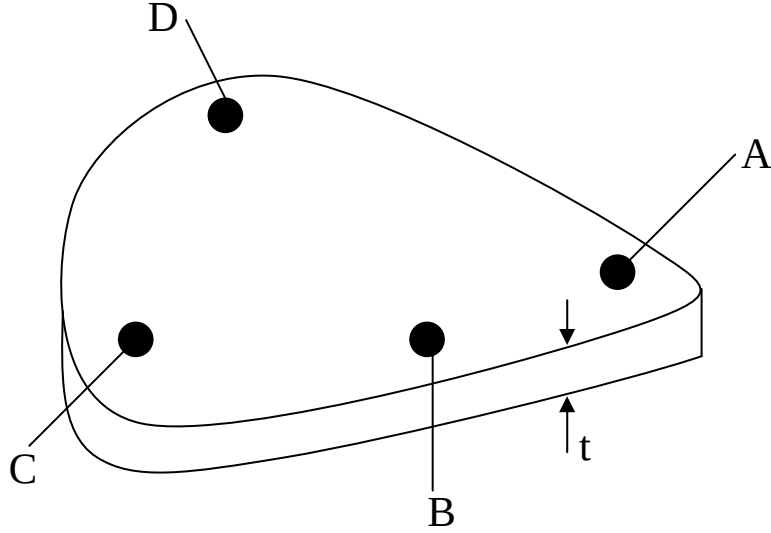


図 2.4 van der pauw 法に用いられる試料

今、図 2.4 のような、厚さ t の試料を考える。まず、C—D 間に電流 I_{CD} を流し、A—B 端に現われる電圧 V_{AB} を計測する。これらを用いて

$$R_{AB,CD} = \frac{V_{AB}}{I_{CD}} \quad (1)$$

と定義する。同様に

$$R_{BC,DA} = \frac{V_{BC}}{I_{DA}} \quad (2)$$

と定義する。これらを用いると、試料の抵抗率 ρ は

$$\rho = \frac{\pi t}{\ln 2} \frac{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}}{2} f\left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}\right) \quad (3)$$

で与えられる。ここで f は $R_{AB,CD}/R_{BC,DA}$ の関数で、次の関係を満たしている。

$$\frac{R_{AB,CD} - R_{BC,DA}}{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}} = \text{farreosh}\left\{\frac{\exp(\ln 2/f)}{2}\right\} \quad (4)$$

2.4. ホール効果測定

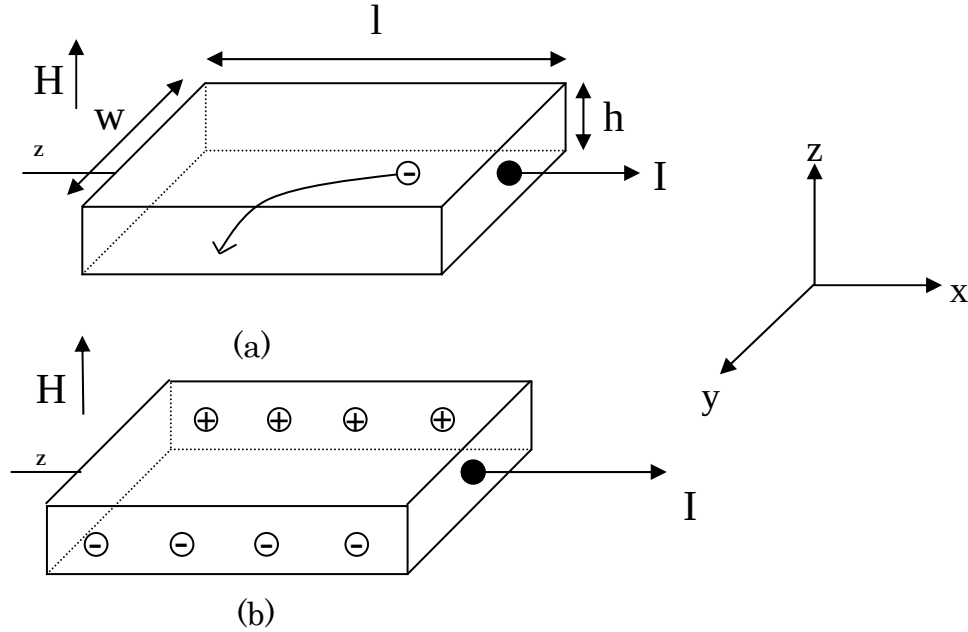


図 2.3 ホール効果

半導体の電気特性を正確に求めるためには、ホール効果測定が基本的かつ実用的な方法である。図 2.3(a) の様に x 方向に向かう均一な磁界 H_z の中に直方体(長さ l 、幅 w 、高さ h)の n 型半導体試料を置き、電流 I_x を左から右に流すと、電荷 $(-e)$ をもった電子が半導体中を右から左へと流れる。ここで簡単のために、電子の無秩序な熱運動を無視し、電子はすべて平均ドリフト速度 v_x で流れるものとする。この速度 v_x で磁界 H_z 中を運動する電子(電荷 $-e$)が受けるローレンツ力 F_y は

$$F_y = \left(\frac{-e}{c} (-v_x) H_z \right) \quad (1)$$

ここで c は光速である。この y 方向への電子の運動により、磁界がなければ平均して左から右に流れるはずの電子の経路が y 方向に曲げられ、瞬時に試料内に分極が生じる。この分極によってできた逆電界 E_y による電子の流れ μE_y が、ローレンツ力による流れ $\mu (e/c) v_x H_z$ を打ち消すようになり、やがて定常状態に達する。これがホール効果(Hall effect)である。ここで μ_H は、ホール効果に現われる移動度であり、ホール移動度とよび、 μ とは区別する。このとき

$$\begin{aligned}\mu_H \left(\frac{-e}{c} (-v_x) H_s \right) + \mu (-e E_y) &= 0 \\ \mu_H \left(\frac{-e}{c} (-v_x) H_s \right) + \mu \left(-e \frac{V_H}{w} \right) &= 0\end{aligned}\quad (2)$$

ここで V_H は、y 方向に発生した電圧で、ホール電圧とよぶ。このような定常状態での電子の経路は、平均すると再び y 方向を向き、試料が十分に強い n 型で、電流に対する正孔の寄与を無視しうるとすると

$$I_x = n(-e)(-v_x)hw \quad (3)$$

としてよい。ここで n は電子のキャリア密度である。式(2)、式(3)より

$$V_H = \frac{\mu_H}{\mu} \frac{I_x H_s}{cn(-e)h} = \frac{I_x H_s}{ch} R_H \quad (4)$$

となる。ここで R_H は

$$R_H = \frac{\mu_H}{\mu} \frac{1}{n(-e)} \quad (5)$$

であり、ホール係数(Hall coefficient)とよばれる。ホール電圧の大きさが実用単位 V で表されるように式(4)の右辺を 300 倍すると

$$V_H = \frac{10^{-8} R_H I_x H_s}{h} \quad (6)$$

を得る。

半導体が n 型でなく p 型であれば、電流は主として左から右に流れる正孔によって運ばれ、 $-e$ を e 、 $-v_x$ を v_x にすれば良く、この場合ホール電圧は正となり、ホール係数も正となる。従って、ホール電圧が正か負かであるかによって、キャリアの種類、すなわち n 型か p 型かを正確に知ることができる。今簡単のために $\mu_H = \mu$ とすると

$$R_H = \frac{1}{n(-e)} \quad (7)$$

となるから、 R_H からキャリア濃度 n を求めることができる。

$$n = \frac{1}{(-e)R_H} \quad (8)$$

また、

$$\sigma = n(-e)\mu \quad (9)$$

であるから、式(5)、式(9)より

$$\mu_H = n(-e)\mu R_H = \sigma R_H \quad (10)$$

となり、抵抗率 ($\rho = 1/\sigma$) の測定と合わせることにより、ホール移動度 μ_H を求めることができる。すなわちホール測定により、キャリアの種類、濃度、及び移動度を知ることができ、抵抗率の測定とともに半導体の最も基本的な測定手

段となっている。

2. 5. 透過電子顕微鏡 (TEM)

非常に薄い試料に高速の電子を照射すると、大部分の電子はとおり抜ける(透過電子)。TEM では透過電子、弾性散乱電子(散乱時にエネルギーが保存される)、あるいはそれらの干渉波を拡大、結像した像を観察する。本研究では電圧 200kV で加速させた電子線を用いた。200keV のエネルギーを持つ電子は試料によっても異なるが、試料厚が約 50nm で十分透過する。分解能は nm 以下であり、断面観察により数 100nm のイオン注入層を十分評価できる。これらの電子線を干渉波像として結像したものを、試料の断面を観察していることから、本研究では断面 TEM 像(XTEM 像)とよぶ。イオン注入層の XTEM 像から、注入欠陥や二次欠陥の深さ方向の観察などができる。弾性散乱電子は試料結晶面とブラッグ則による回折現象を生じた結果であるので、透過した試料の結晶構造や入射軸を晶帯軸とした晶帯面(入射軸に平行な結晶面)の面間隔や角度関係などの情報を含んでいる。ある特定の方向に回折した電子線を集束させ、スポットとして結像したものを本研究では、THEED(Transmission High Energy Electron Diffraction)と呼ぶ。回折スポットは二次元のパターンを示し、SiC 結晶の THEED 観察により、様々な結晶構造を評価することができる。また、制限視野絞りを挿入することで、XTEM 像のある特定領域から THEED パターンを得ることができ、微小欠陥領域の観察ができる。例えば、イオン注入層領域を選択し、得られた THEED パターンから結晶系、面方位などの評価ができる。また、対物絞りを挿入することによって、特定の方向へ回折した電子線の XTEM 像が得られる。透過スポットのみを結像した像を明視野像と呼び、その他のスポットを結像した場合、暗視野像と呼ぶ。例えば、欠陥に起因するスポットの暗視野像を観察することにより、選択した欠陥のみを強調して XTEM 観察することができ、特定の欠陥の分布などの情報が得られる。XTEM 像と THEED を併用することで、欠陥の角度関係や分布の評価をより詳細に行える。例えば、双晶を含んだ結晶の THEED パターンはそれぞれの結晶から得られるパターンが重なって現れる。このパターンから互いの結晶方位などの情報が得られ、また双晶に起因するスポットの暗視野像から双晶の分布および、双晶界面の様子が観察できる。また、本研究では行っていないが、異なる結晶軸方向に電子線を入射させ、観察することによって、三次元的に解析する手法などもある。

3. 実験結果および考察

3.1. 昇温 P イオン注入層の結晶性評価

3.1.1. 実験条件

実験には n 形 3C-SiC(100) エピタキシャル基板を使用した。イオン注入プロセスを図 3.1 に示す。Al イオンを注入エネルギー 50~770keV にて、Al 不純物の濃度が $1 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ 、注入層の厚さが $1 \mu\text{m}$ となるように室温において多段注入を行い、P イオン注入層と n 形エピタキシャル基板との絶縁性を確保した。Al イオン注入により形成した p 形層へ、P イオンを注入エネルギー 50~100keV にて、リン不純物の濃度が $4 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ 、注入層の厚さが 150nm となるように、基板温度を 500°C として昇温多段注入を行った。総注入量は $4.2 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ であった。詳細な注入条件を表 3.1、3.2 に示す。図 3.2、3.3 には SRIM(The Stopping and Range of Ions in Matter) シミュレーション⁴⁾を用いた、イオン注入プロファイルの計算結果を示す。注入後、RF 加熱炉を用いて Ar 流中において、1200 から 1600°C の温度において、10 分間の活性化熱処理を行った。評価方法は、不純物の濃度分布は SIMS、イオン注入層の結晶性はラザフォード後方散乱法 (RBS) および透過電子顕微鏡 (TEM) 観察、表面形状は原子間力顕微鏡 (AFM) を用いた。

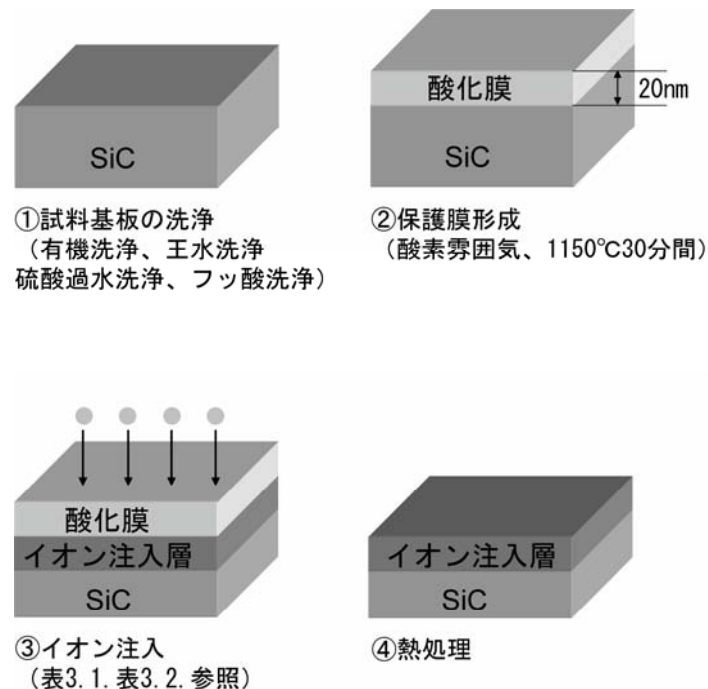


図 3.1 イオン注入プロセス

表 3.1 Al イオン注入条件

注入種	Al	
注入エネルギー 注入量	170keV	1.8×10^{13}
	400keV	3.0×10^{13}
	770keV	3.5×10^{13}
総注入量	$8.3 \times 10^{13}/\text{cm}^2$	
注入温度	室温	

表 3.2 P イオン注入条件

注入種	P	
注入エネルギー 注入量	50keV	1.2×10^{15}
	100keV	3.0×10^{15}
総注入量	$4.2 \times 10^{15}/\text{cm}^2$	
注入温度	500℃	

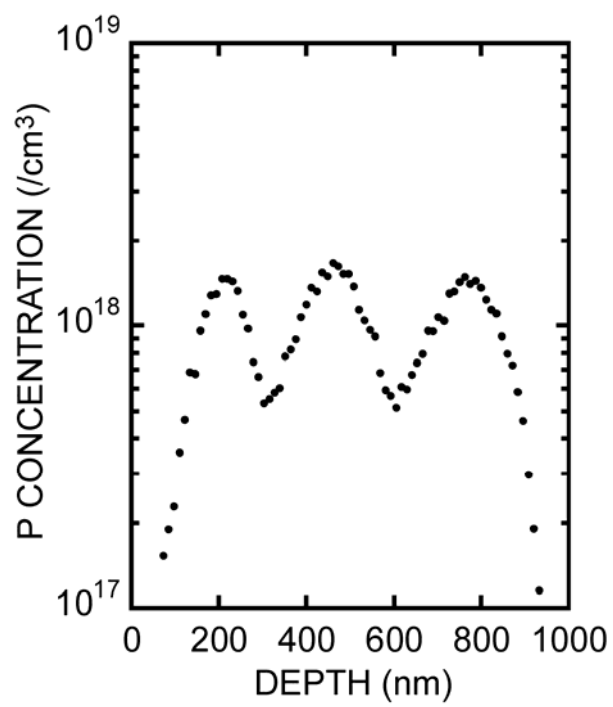


図 3.2 Al イオン注入 SRIM シミュレーション

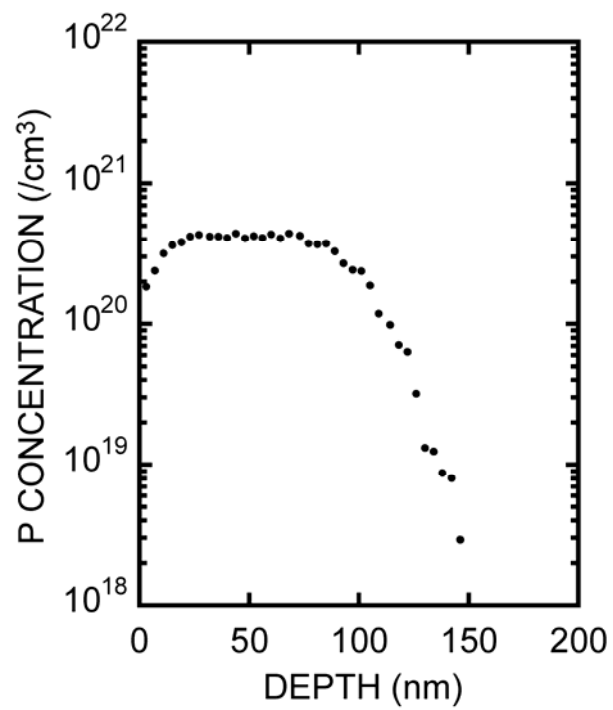


図 3.3 P イオン注入 SRIM シミュレーション

3.1.2. 実験結果

図 3.4 にイオン注入直後および 1200℃～1500℃において 10 分間の熱処理を行った試料から得られた SIMS による不純物の深さ分布の測定結果を示す。注入直後、1200℃および 1500℃において熱処理を行ったサンプルでは、P 不純物の濃度は $4 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ 、注入層の厚さは 150nm であり、SRIM 計算結果と良く一致した。熱処理による P の再分布は確認できない。

図 3.5 に注入前、注入直後および 1200℃～1500℃において 10 分間熱処理を行った試料から得られた RBS スペクトルを示す。高濃度イオン注入によって表面側にダメージが導入された試料では、結晶性を有する基板の結晶軸に整軸して測定したアラインスペクトルにおいて、欠陥領域からの後方散乱イオン数はランダムスペクトルと同程度となる。ダメージが導入された試料に対して熱処理等を行い、基板結晶軸に沿って再結晶化が生じた場合、再結晶層において、基板と同様にチャネリングが生じることから、アライン測定により得られる散乱イオン数はランダム測定における散乱イオン数に比べ減少する。したがって、再結晶化前後のアラインスペクトルを比較することにより、結晶性の変化を評価することができる。図に示すように、本研究では昇温注入を用いたため注入直後のアラインスペクトルはランダムスペクトル同程度にはならずイオン注入欠陥層の導入を抑えることができた。また、イオン注入による約 150nm のイオン注入欠陥層の導入が確認できた。1200℃において熱処理を行った試料のアラインスペクトルから、注入直後と比較してわずかではあるがイールドの減少が確認できた。1500℃において熱処理を行った試料のアラインスペクトルでは、注入層においてイールドの増加、つまりチャネリングファクターの増加が確認できる。そこで、この結果に対する詳細な検討を TEM 観察により行った。

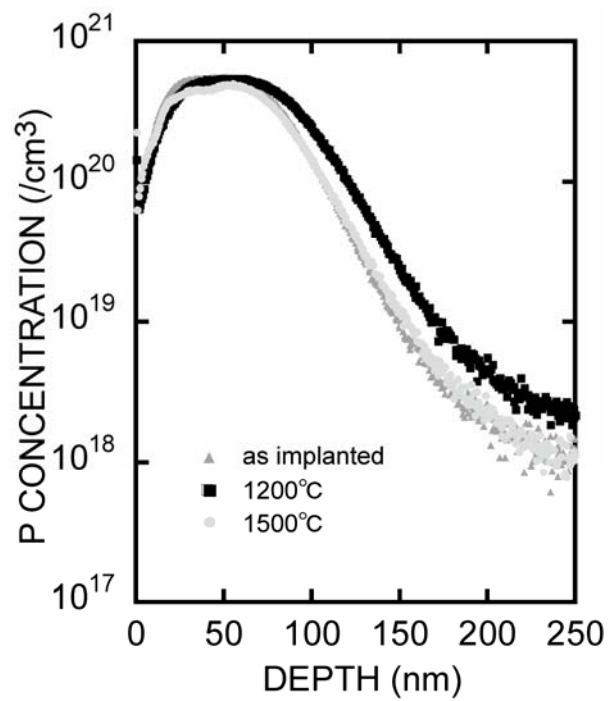


図 3.4 不純物濃度の深さ分布

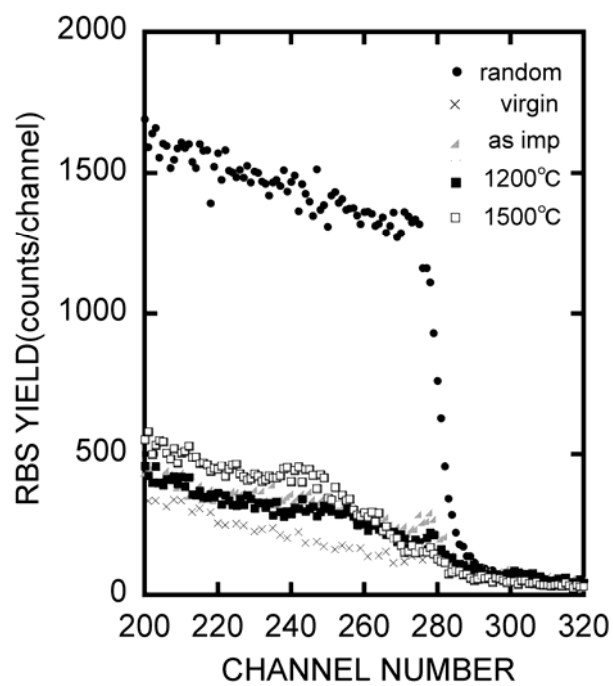


図 3.5 イオン注入前後および熱処理後の試料から得られた RBS スペクトル

断面 TEM 観察では、イオン注入層中の欠陥分布を評価するために、透過電子線を選択し、結像した像である、明視野像の撮影を行った。欠陥を含む領域を透過する電子線は異常回折を受け、欠陥の無い領域における透過電子線と比較してその強度は低下する。このため、明視野像においては欠陥を含む領域が暗部として観察される。図 3.6 に断面 TEM 像を示す。図の上の保護膜とは、TEM 観察試料を作成する際、FIB 装置を用いて加工したため試料表面に Al を保護膜として堆積させたものである。図に示す断面 TEM 像から、150nm 程度の厚さに暗部が観察できる。RBS 測定の結果の照らし合わせると、この暗部はイオン注入によって導入された欠陥領域であると考えられる。注入直後の断面 TEM 像から、基板に積層欠陥を観察できる。注入層には、巨視的には欠陥は確認できない。昇温 P イオン注入によって大規模な欠陥の生成が抑制されていることがわかり、RBS の結果と矛盾しない。しかし、1500℃において熱処理を行った試料では、試料表面から基板へと貫通する積層欠陥が観察された。注入層においても黒色の斑点模様が観察され、この黒点を生じる欠陥（TEM において、異常回折・散乱を起こしている）が、RBS 測定で観察されたイールドの増加の原因であると示唆される。すなわち、1500℃において熱処理を行うことにより注入領域に欠陥が生じたと考えられる

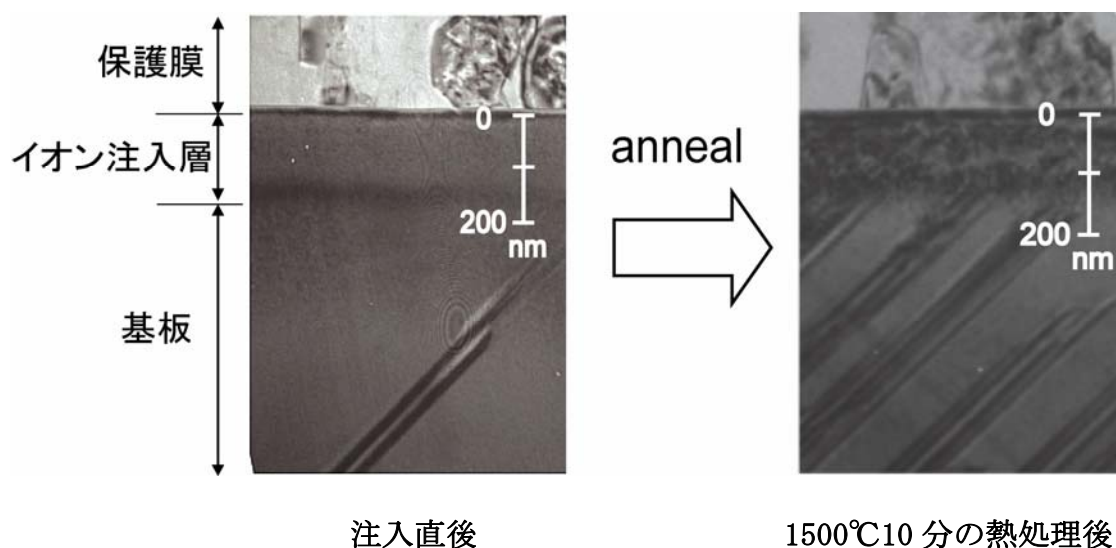


図 3.6 昇温 P イオン注入直後および 1500℃10 分の熱処理を行った試料から得られた断面 TEM 像

図 3.7 にイオン注入直後と 1200 から 1500℃において熱処理を行った試料から得られた試料表面の AFM 像を示す。昇温 P イオン注入直後のサンプルの表面粗さは 1.8nmRMS であった。熱処理温度を 1200 から 1500℃へと増加すると表面荒れの大きさは 7.6nmRMS へと増加した。1400℃以上の熱処理を行った試料では、断面 TEM 像で観察された表面から基板へと貫通する積層欠陥の伝搬が起因すると思われる表面形状を観察できる。

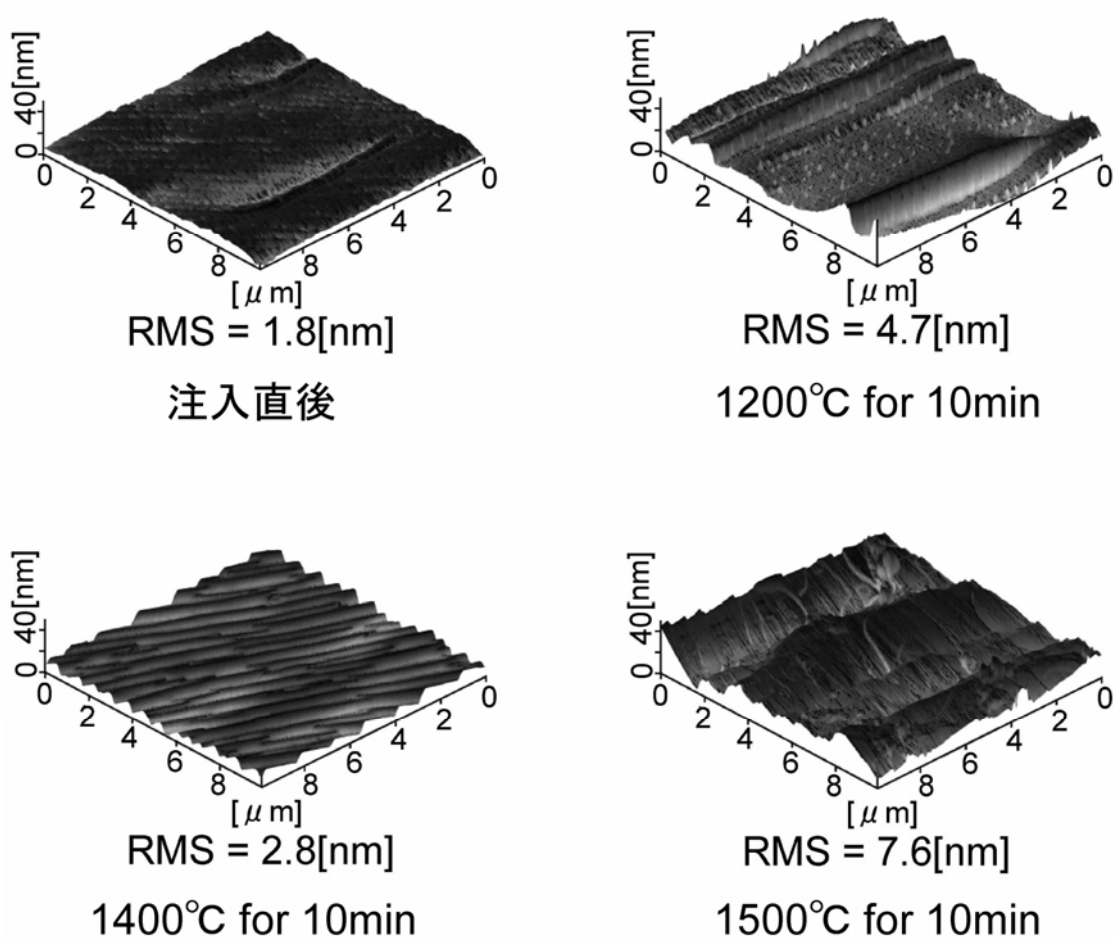


図 3.7 昇温 P イオン注入直後と熱処理後の試料から得られた AFM 像

3.2. 昇温 P イオン注入における電気特性の評価

3.2.1. 実験条件

試料には n 形 3C-SiC(100) エピタキシャル基板を使用した。昇温 P イオン注入プロセス、注入条件は前節に述べたイオン注入と同様である(図 3.1 および表 3.1、3.2 参照)。イオン注入後、RF 加熱炉を用いて Ar 流中において、1200 から 1600°C の温度範囲で 10 分間の活性化熱処理を行った。熱処理後の電気特性の評価には、図 3.8 に示すように 500 μm 角のクローバリーフ形のホールパターンを 3C-SiC 表面に形成し Van der Pauw 法と Hall 効果測定を行った。また、クローバリーフ上に形成した Al 電極と裏面に形成した Al 電極とで電気特性を測定し、昇温 P イオン注入層と n 形エピタキシャル層との絶縁性を評価した。

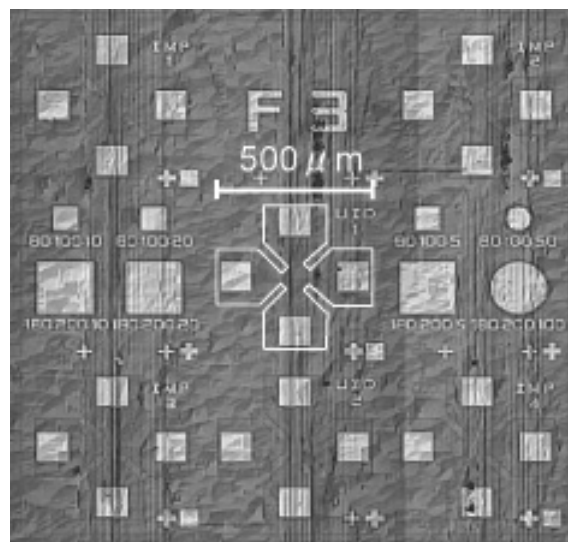


図 3.8 3C-SiC 上に形成したホールパターン

3.2.2. 実験結果

昇温 P イオン注入層と n 形エピタキシャル層との絶縁性の評価を示す。1200°C ~ 1600°C の温度範囲で熱処理を行った全ての試料において図 3.9 に示したような 0.5V 印加時に 2mA 以上の電流が流れてしまう測定点が多数存在した。前節での断面 TEM 像で観察された、熱処理により生成した貫通積層欠陥や注入領域において生じた欠陥、およびそれらに起因する表面形状の劣化によって、昇温 P イオン注入層と n 形エピタキシャル層の絶縁性が損なわれたと示唆される。

図 3.10、3.11 に測定が可能であった 1600°C において熱処理を行った試料から得られたシート抵抗およびシートキャリア濃度を示す。また比較として、以前我々が報告した N イオン注入 3C-SiC の電気特性を示します。昇温 P イオン注入を行い 1600°C において熱処理を行った試料からシート抵抗 $30\ \Omega/\text{sq}$ 、シートキャリア濃度 $3.6 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ であった。シートキャリア濃度とイオン注入量との比較からイオン注入された P 不純物の 84% がドナーとしてイオン化していることが示唆される。N イオン注入では不純物濃度の増加とともに不活性化が生じてしまうことが観察されている。しかし、P イオン注入においては、N イオン注入では不活性化が生じてしまう高濃度領域でも高い活性化率が得られることが確認でき、3C-SiC において、窒素よりもリンの方が固溶度が高いことが示唆される。

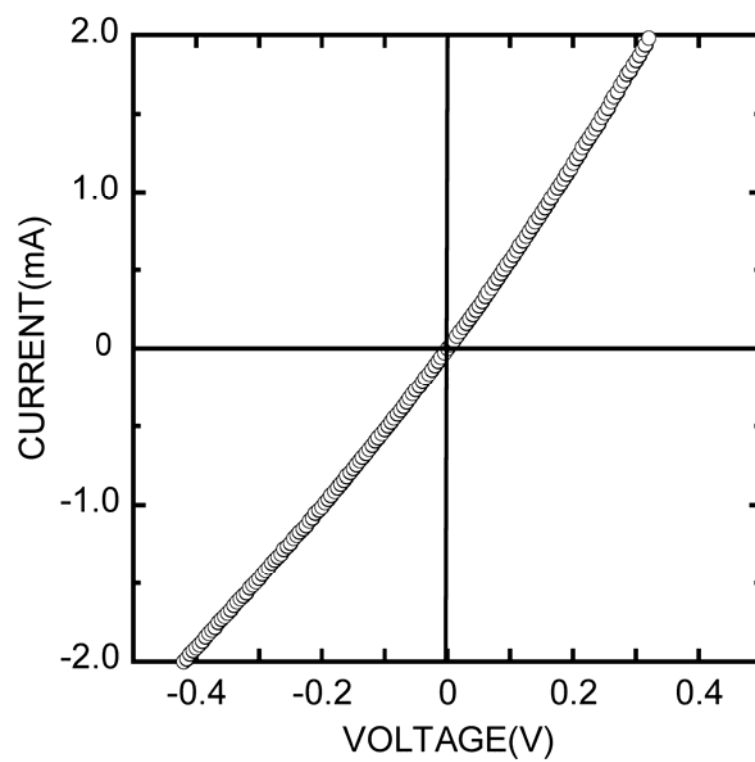


図 3.9 注入層と基板との絶縁性評価

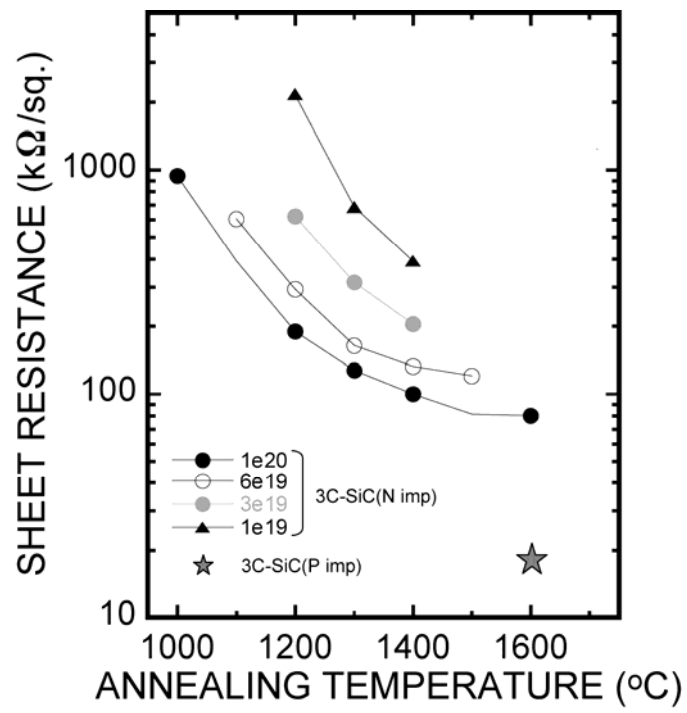


図 3.10 シート抵抗

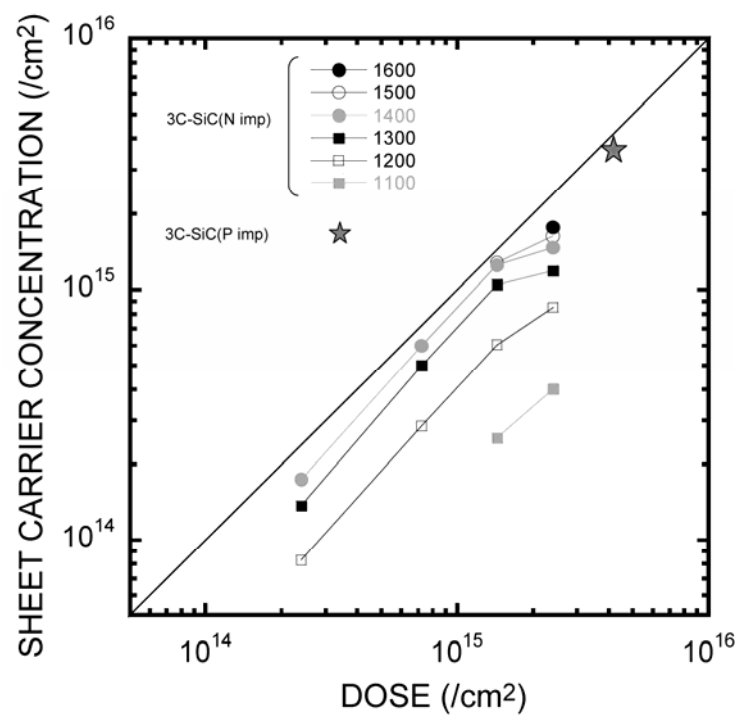


図 3.11 シートキャリア濃度

4. 結論

本研究では、昇温 P イオン注入 3C-SiC(100) についてイオン注入層の結晶性評価および電気特性の評価を行った。本研究より以下の結論が得られた。

1. 3C-SiC(100)において、昇温 P イオン注入後、活性化熱処理を行うことにより基板の積層欠陥の増加、イオン注入領域において欠陥の発生、またそれらが起因するような表面形状の悪化が観察された。
2. 3C-SiC(100)において、昇温 P イオン注入を行い 1600℃において 10 分間の熱処理を行った試料からシート抵抗 $30\ \Omega/\text{sq}$ 、シートキャリア濃度 $3.6 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ 、活性化率 84%を得ることができた。

謝辞

本研究を進めるにあたりご指導いただいた、法政大学イオンビーム工学研究所 佐藤政孝教授に心から感謝いたします。本研究に対しご協力いただいた工藤尚宏氏に感謝いたします。また、日頃の研究の準備や研究に対する議論をしていただいた、佐藤研究室の時田康貴氏、永田翔平氏に感謝いたします。最後に、本研究を遂行するにあたって、研究に対する理解と、惜しみなく協力いただいた私の家族に感謝いたします。

参考文献

- 1) K. Semmelroth, M. Krieger, G. Pensl, H. Nagasawa, R. Puschl, M. Hundhausen, L. Ley, M. Nerding and H. P. Strunk, Mater. Sci. Forum, Vols. 457-460 (2004) pp 151-154
- 2) H. Nagasawa, K. Yagi, T. Kawahara, N. Hatta, M. Abe, M. Bakowski, A. Schöner, P. Ericsson, and G. Pensl, International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2007.
- 3) G.L. Harris(Ed.), *Properties of Silicon Carbide*, EMIS Datareviews series No.13(INSPEC, London, 1995).
- 4) J.F. Ziegler, J.P. Biersack, and U. Littmark, *THE STOPPING AND RANGE OF IONS IN SOLIDS*, (Pergamon Press, 1985)
- 5) 松波弘之編著:半導体 SiC 技術と応用, 日刊工業新聞社, 2003.

学会発表リスト

- (1) 窒素イオン注入 3C-SiC の電気特性の検討
田口悦司、宮川晋悟、松尾浩、鈴木優、八尾典明、佐藤政孝
2005 年 第 14 回 SiC 及び関連ワイドギャップ半導体研究会
- (2) 窒素イオン注入 3C-SiC(100)における電気特性
田口悦司、鈴木優、永田翔平、佐藤政孝
2006 年 第 67 回応用物理学会学術講演会 (30P-ZG-/ I)
- (3) Electrical Properties of N Ion Implanted Layer in 3C-SiC(100)
Grown on Self-Standing 3C-SiC Substrate
Etsushi Taguchi, Yu Suzuki, Masataka Satoh
6th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials
Materials Science Forum Vols. 556-557 (2007) pp 579-582 (TuP.54)
- (4) Evaluation of Specific Contact Resistance of Al, Ti, and Ni
Contacts to N Ion Implanted 3C-SiC(100)
Yu Suzuki, Etsushi Taguchi, Shouhei Nagata, Masataka Satoh
6th European Conference on Silicon Carbide and Related Materials
Materials Science Forum Vols. 556-557 (2007) pp 705-708 (WeP.70)
- (5) 窒素イオン注入 3C-SiC(100)へ形成したオーミック電極の接触抵抗率評価
鈴木優、田口悦司、永田翔平、佐藤政孝
2006 年 第 25 回法政大学イオンビーム工学研究所シンポジウム
- (6) 昇温 P イオン注入 3C-SiC(100)における電気特性の評価
鈴木優、佐藤政孝
2007 年 第 68 回応用物理学会学術講演会 (6a-ZN-/ I)