

氏名	さとう たかひろ <b>佐藤 高広</b>
学位(専攻分野)	博士(工学)
学位記番号	博甲第892号
学位授与の日付	平成30年9月25日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当
研究科・専攻	工芸科学研究科 電子システム工学専攻
学位論文題目	<b>電子顕微鏡法を用いたワイドバンドギャップ半導体の結晶欠陥解析に関する研究</b>
審査委員	(主査)教授 一色俊之 教授 吉本昌広 教授 武田 実 准教授 高橋和生

## 論文内容の要旨

本論文は、電子顕微鏡法を用いたワイドバンドギャップ半導体の結晶欠陥構造解析の高度化に関する研究成果をまとめたもので、全7章から構成されている。

第1章では、本研究の社会的意義、課題、研究目的を述べた。人類が直面しているエネルギー問題や環境問題解決のため、パワーデバイス(PD)を用いた電力制御・高効率利用が期待されている。PD材料として期待されているワイドバンドギャップ半導体は、デバイス性能向上のための結晶欠陥低減やウエハ品質向上という問題を抱えている。本研究の目的は、電子顕微鏡法を用いたワイドバンドギャップ半導体の結晶欠陥構造解析の高度化である。このような基礎研究の下支えにより、PDの信頼性や性能向上が図られ、電力損失の低減、将来の安定な電力インフラの実現に貢献できる。

第2章では、本研究が対象とする共通事項と先行研究の整理を行った。共通事項として、SiC、結晶欠陥評価技術、電子顕微鏡関連技術の特徴を述べた。最後に、電子顕微鏡法を用いた結晶欠陥解析の先行研究を整理した。研究目的を達成するためには、表面モフォロジーと転位に関する一貫解析法が未確立、欠陥解析用試料作製におけるダメージ層形成の課題を解決する必要がある。前者を第3章から第5章、後者を第6章で述べている。

第3章では、ウエハ最表面近傍の表面モフォロジーと転位の関係を詳細に解析できる電子顕微鏡法の開発を行った。本論文の基礎となる多方向走査透過電子顕微鏡法(MD-STEM)を開発した。本法を欠陥解析に適用し、三角形テラス型表面欠陥と貫通転位を起源とする六角形エッチピット、線状表面欠陥と基底面転位を起源とする楕円形エッチピットの相関を明らかにした。ダブルコアを持つ楕円形エッチピットにMD-STEMを適用し、直交する2方向からの観察により、この転位は2本の部分転位によって形成される拡張転位であることを確認した。MD-STEM法は、4H-SiCウエハ表面近傍の転位解析に有効であった。

第4章では、改良型MD-STEMを4H-SiCウエハ内部の各種結晶欠陥解析に応用した。4.1節では、同一欠陥のX断面、Y断面、Z平面観察が可能な改良型MD-STEM法を開発し、部分転位の原子配列からコアの種類を特定することで、線状表面欠陥形成に寄与する転位の影響を明らかにした。4.2節では、ウエハ表面から数十 $\mu\text{m}$ の深さ領域にある基底面転位(BPD)-貫通刃状転

位 (TED) 変換点の汎用的な試料作製および観察方法を開発した。同一試料の断面 - 平面 STEM 観察により、変換点の種類や形態を確認できた。4.3 節では、直交方向からの MD-STEM を貫通混合転位 (TMD) の転位解析に適用し、汎用的で簡便なバーガースベクトル決定法を開発した。大型擬六角形エッチピッチを形成する転位は、 $a$  および  $c$  成分のバーガースベクトルを持つ TMD であった。本章で開発した結晶欠陥解析法は、ウエハ内部の転位に関する詳細情報を得ることができた。

第 5 章では、MD-STEM 法とプリセッション法によるウエハ最表面欠陥の解析手法を確立し、潜傷の結晶学的形態の解析を行った。潜傷は 2 本の部分転位と積層欠陥を持つ基底面内の転位で、[11-20]側ではループ状の欠陥、[-1-120]側ではスパイク状の欠陥を持つ。積層欠陥部は無歪であったが、部分転位周辺には約 1.5 % の圧縮歪とせん断歪が観察された。本手法は、潜傷の結晶学的特性や弾性歪分布を明らかにでき、ウエハ最表面結晶欠陥解析に有効である。

第 6 章では、トリプルビーム<sup>®</sup>の低角度・低加速イオンミリング機能と加工終点確認機能を併用し、窒化物半導体の低損傷薄膜試料作製法を開発した。GaN の集束イオンビーム (FIB) ダメージ層厚さ実測と計算を組み合わせる加工条件を検討した。0.5 kV Ar/Xe イオンミリング 5° 入射加工は、1 kV FIB 加工よりもダメージ層を低減できた。本条件を窒化物半導体基板に適用し、ダメージ層を除去した明瞭な STEM 像、結晶成長の違いに起因する界面構造を原子分解能で観察できた。トリプルビーム<sup>®</sup>を用いた低角度・低加速 Ar/Xe イオンミリングは、FIB ダメージを受け易い窒化物半導体の低損傷薄膜試料作製に有効である。

第 7 章では、本研究で得られた成果を総括し、今後の課題と展望を述べて本論文の結論とした。MD-STEM 法による表面モフォロジーと転位に関する一貫解析、トリプルビーム<sup>®</sup>機能による低損傷薄膜試料作製技術を確立し、両手法がワイドバンドギャップ半導体結晶欠陥解析に有効であることが確認できた。以上の結果、本研究で目的とした電子顕微鏡法を用いたワイドバンドギャップ半導体の結晶欠陥構造解析の高度化を達成することができた。

## 論文審査の結果の要旨

エネルギー問題や環境問題解決のため、パワーデバイスを用いた電力制御・高効率利用が期待されている。しかしながらパワーデバイス用材料として期待されているワイドバンドギャップ半導体は、性能向上のための結晶欠陥低減やウエハ品質向上が未だ不十分という問題を抱えている。申請者は、研究の目的を電子顕微鏡法によるワイドバンドギャップ半導体の結晶欠陥構造解析の高度化に定め、表面モフォロジーと転位に関する一貫解析法が未確立であること、欠陥解析用試料作製におけるダメージ層の生成により精密な観察が阻害されることという 2 課題に対しその解決法を提案した。

1 つ目の課題に対しては MD-STEM 法による表面モフォロジーと転位に関する一貫解析法を確立し、2 つ目の課題に対しては Ga イオン、希ガスイオン、電子の 3 種の粒子線ビームによる試料加工装置を用いた低損傷薄膜試料作製技術を確立した。前者では、シリコンカーバイド素子の性能に多大な影響を与える貫通転位および基底面転位の精密構造解析と、素子形成層の結晶成長において高品質化を阻害する要因である「潜傷」の構造解明に成果を上げている。また後者では、窒化物半導体多層膜積層材料における積層界面の明瞭な可視化を実現し、この手法により結晶成

長条件の差異による界面構造の変化や膜組成の揺らぎを原子分解能で評価し得ることを明らかにしている。

いずれの手法も評価解析技術として重要な進展であり、また、得られた解析結果自体もワイドバンドギャップ半導体の研究開発に重要な貢献をするものと評価できる。今後、両手法によって得られる知見を基板製造技術にフィードバックすることで基板の品質が改善され、パワーデバイスの信頼性や性能の向上が期待でき、電力損失の低減、将来の安定な電力インフラの実現に貢献できると考えられる。

本論文は、ともにレフェリー制度のある学術雑誌および国際会議プロシーディングスに掲載された以下の論文 5 報を基に作成されたものである。なお、論文(1)は掲載号の推薦論文 (editor' s choice) に選ばれた特に質の高い論文である。

#### 【学位論文の基礎となった論文】

- (1) T. Sato, Y. Orai, Y. Suzuki, H. Ito, T. Isshiki, M. Fukui, K. Nakamura and C.T. Schamp: Surface morphology and dislocation characteristics near the surface of 4H-SiC wafer using multi-directional scanning transmission electron microscopy. *Microscopy* 66(5) (2017) 337-347.
- (2) T. Sato, Y. Orai, T. Isshiki, M. Fukui and K. Nakamura: Cross section and plan view STEM analysis on identical conversion point of basal plane dislocation to threading edge dislocation of 4H-SiC. *Materials Science Forum* 858 (2016) 397-400.
- (3) T. Sato, Y. Suzuki, H. Ito, T. Isshiki and K. Nakamura: Three Dimensional Dislocation Analysis of Threading Mixed Dislocation Using Multi Directional Scanning Transmission Electron Microscopy. *Materials Science Forum* 897 (2017) 173-176.
- (4) T. Sato, H. Matsumoto, S. Suzuki, T. Isshiki and N. Kuniyasu: Crystal defect analysis of latent scratch induced during CMP process on 4H-SiC wafer using electron microscopy. *Materials Science Forum* 924 (2018) 531-534
- (5) T. Sato, K. Nakano, H. Matsumoto, S. Torikawa, I. Nakatani, M. Kiyohara and T. Isshiki: High quality lamella preparation of gallium nitride compound semiconductor using Triple Beam™ system. *Journal of Physics: Conf. Ser.* 902 012019 (2017) 1-4.