



先端研究施設共用促進事業  
フォトンファクトリーにおける産業利用促進

課題番号： 2011I007  
 研究責任者： 長町 信治、株式会社イオンテクノセンター  
 利用施設： 高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設 BL-15C  
 利用期間： 2012年3月～2013年2月

**Al イオン注入 SiC 基板の X 線トポグラフィーによる欠陥の観察**  
**Observation of defects in Al implanted SiC by X-ray topography**

長町 信治、吉田 謙一  
 Shinji Nagamachi and Kenichi Yoshida

株式会社イオンテクノセンター  
 Ion Technology Center Co.,Ltd

アブストラクト：

SiC 基板に Al をイオン注入するときに、イオン注入濃度、イオン注入温度、アニール温度がイオン注入層に誘起される欠陥に対してどのような影響を与えているのかを調べるために 35 試料に対して X 線トポグラフィーの観察を行い、予備的な結果を得た。元々の基板中に存在する多くの欠陥に対してイオン注入に起因するものを分離するのは困難であったが、いくつかの傾向を見出すことができた。また X 線の入射角度を変えて深さの異なる情報を抽出する観測技術を確立した。

We measured 35 Al ion implanted and annealed SiC samples by X-ray topography in BL-15C to investigate influence of concentration of implanted Al, temperature of sample during implantation, and temperature of post annealing upon residual defects and dislocations caused by ion implantation and annealing, and obtained some preliminary results. Though we faced difficulty in distinction between ion implantation related defects/dislocations and originally existed dislocations due to too many originally existed dislocations, we possibly found a few phenomena. We also established depth dependent observation of X-ray topography by selecting X-ray penetration depth.

キーワード： SiC、欠陥観察、イオン注入、X 線トポグラフィー

1. はじめに：

ワイドバンドギャップ半導体である SiC は、これからの省電力、環境負荷低減の時代を実現する上で、キーテクノロジーのひとつとして注目されている次世代半導体材料であり、実用的なパワーデバイスとしての登場が期待されている。しかしながらそのプロセス技術はまだ成熟しているとは言えない。イオン注入技術においては、欠陥の発生の解析とそれを抑えるための技術開発が、真に実用的な高品位のパワーデバイスを実現するための課題となっている。

当社は、顧客の委託に応じ SiC エピタキシャル層にイオン注入を行うことを事業のひとつとしているが、注入後の欠陥の評価は主に電気特性と TEM 観察によって行ってきた[1][2]。しかし、イオン注入条件やダメージ回復のためのアニール条件等を最適化するためには、欠陥の密度や分布を直接的に把握する必要がある。このためには放射光利用による X 線トポグラフ像の観察

が有効と考えられるので、Al イオンの注入に限定してイオン注入濃度、イオン注入時基板温度、アニール温度をパラメーターとしてそれらの中に欠陥密度、分布に関して明確な傾向が見えてくるかどうかを主目的として観察を行った。使用した試料は当社が独自に行っている Al イオン注入におけるイオン注入条件の最適化、すなわちイオン注入濃度、イオン注入時の基板温度、アニール温度が電気特性に与える影響を系統的に評価し、最適なイオン注入条件を求め作業において得られたものを使用している。

X 線トポグラフィー自体の測定技術に関しては BL15C において深さ方向に感度を変えながら測定する技術の確立もこの研究課題に含まれている。

2. 実験 :

2-1. 試料

この課題において使用した試料は前述のように当社が社内の研究開発としておこなってきたイオン注入、アニール処理における最適条件の探索に用いてきたものの一部である。使用した基板は国内メーカー製のn型3インチエピタキシャルSiC (0001)基板で<11-20>方向に4°オフ、マイクロパイブ密度は50個/cm<sup>2</sup>以下、エピタキシャル層は膜厚5 μmでNドープ、ドナー濃度は5×10<sup>15</sup>/cm<sup>3</sup>である。イオン注入条件はAl注入で深さ200 nm、注入濃度は1×10<sup>19</sup>/cm<sup>3</sup>から1×10<sup>21</sup>/cm<sup>3</sup>までの5条件、注入時の温度は室温、150℃、300℃、500℃の4条件、アニール温度は1600℃、1650℃、1700℃、1750℃、1800℃の5条件(アニール時間は5分)である。合計100条件の試料を作成して主に電気特性の評価をおこなった。イオン注入における注入濃度分布の例を図1に示す。エネルギーを5段階とした多段注入で表面付近からおよそ200 nm付近まではほぼ均一な濃度が得られるように設計している。注入濃度が異なる条件は、単純にここに示されている条件に係数を乗じて得ている。

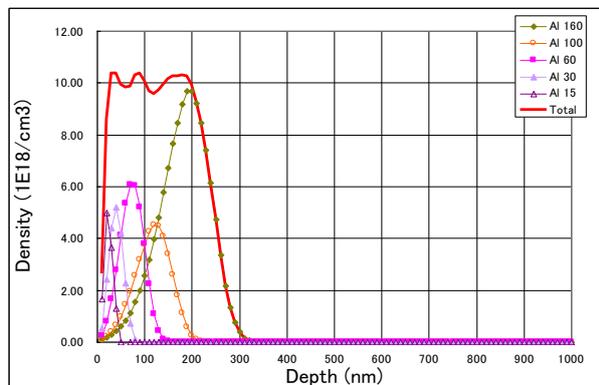


図1 Al濃度1×10<sup>19</sup>/cm<sup>3</sup>における濃度分布計算結果

次に表1に今回の課題において測定した試料とそのイオン注入、アニールの条件を示す。全条件のほぼ1/3の評価をおこなった。表2にイオン注入、アニールの条件と試料番号の対応表を示す。試料番号の100の桁の数字は基板の番号を意味し、500番台の試料と600番台の試料は異なる基板から切り出したものである。また、未注入の試料(試料番号565)も参照用に測定した。

電気特性の評価結果を図2および図3に示す。

表1 Alイオン注入、アニール条件表 (ハッチングの部分が今回測定した条件)

注入濃度	1×10 <sup>19</sup>	4×10 <sup>19</sup>	1×10 <sup>20</sup>	4×10 <sup>20</sup>	1×10 <sup>21</sup>
RT	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃
	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃
	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃
	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃
	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃
150℃	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃
	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃
	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃
	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃
	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃
300℃	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃
	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃
	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃
	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃
	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃
500℃	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃	1600℃
	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃	1650℃
	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃	1700℃
	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃	1750℃
	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃	1800℃

表2 主要な試料条件と試料番号

	1.00E+20	1.00E+21		
RT	1600	623		
	1650	632		
	1700	633		
	1750	642		
	1800	652		
150deg	1600	653		
	1650	657		
	1700	658		
	1750	666		
	1800	667		
300deg	1600	656	1600	528
	1650	659	1650	538
	1700	668	1700	539
	1750	669	1750	548
	1800	678	1800	549
500deg	1600	545	1600	517
	1650	515	1650	518
	1700	525	1700	526
	1750	524	1750	536
	1800	543	1800	537

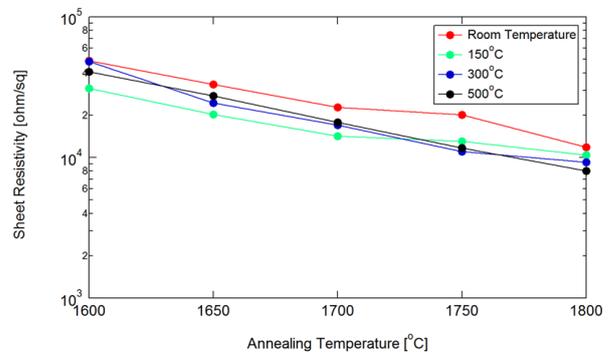


図2 注入濃度1×10<sup>20</sup>/cm<sup>3</sup>条件でのシート抵抗評価結果

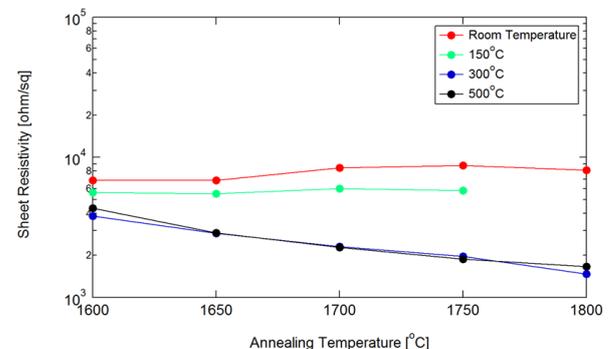


図3 注入濃度1×10<sup>21</sup>/cm<sup>3</sup>条件でのシート抵抗評価結果

2-2. 実験方法

実験はBL15Cにおいて行った。図4に光学系の概略を示す。X線の波長は1.260 Å~1.128 Å、回折面は(11-28)、計測はCCDおよび原子核乾板を用いた。測定は、表3に示す(a)から(d)の4条件でおこなった。動力学回折理論でSiC完全結晶へのX線侵入長、反射強度を見積り、求めるX線侵入深さが得られるよう波長と照射角を決定した(表3)。それぞれの侵入深さより(a)はバルク層及びエピタキシャル層界面、(b)はエピタキシャル層、(c)は注入層とエピタキシャル層の界面、(d)は注入層を反映させることを意図している。

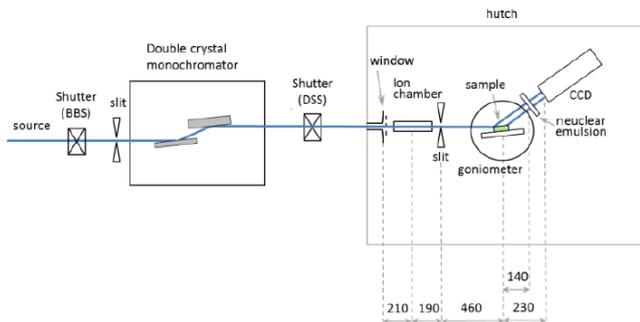


図4 X線トポグラフィーのための光学系 (側面図、図中の数字は単位mm)

表3 測定条件

	波長 [Å]	ブラッグ角 [deg]	照射角 [deg]	侵入深さ [nm]
(a)	1.26	40.3654	5.0	~11000
(b)	1.16	36.6024	1.3	~2500
(c)	1.13	35.2095	0.23	~300
(d)	1.128	35.4380	0.16	~100

3. 結果および考察:

まず、参照用として測定した未注入の試料(565)の結果を図5に示す。

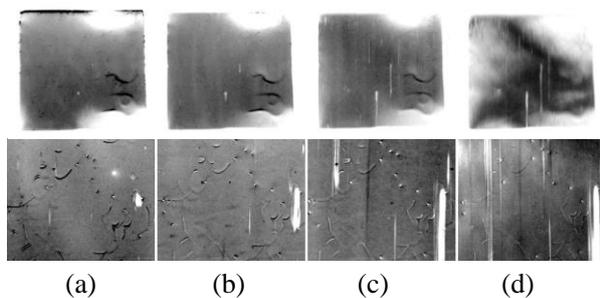


図5 未注入試料(565)の CCD 像(上)と原子核乾板像(下)

CCD 像はおよそ 8 mm 角の試料全体を示しており原子核乾板像は試料の中心付近のおよそ 1.5 mm 角の領域を示す。CCD 像は試料全体のゆがみを示しておりエピタキシャル層とバルクにほとんど差はない。最表面の観察(条件(d))ではゆがみに敏感になっている傾向がみられる。一方、原子核乾板像においては、文献[3]に示されているような、ドット状のらせん転位、刃状転位、湾曲した線状の基底面転位がみられる。しかし X 線侵入深さによる差はほとんど認められない。これが転位がバルク層からエピタキシャル層まで貫通したものなのか、転位の影響が及んでいるものなのかは判断できない。

次にイオン注入/アニール試料の CCD 像の比較をおこなう。図6に  $1 \times 10^{20}$  室温注入試料、図7に  $1 \times 10^{20}$  150 °C 注入試料、図8に  $1 \times 10^{20}$  300 °C 注入試料、図9に  $1 \times 10^{20}$  500 °C 注入試料、図10に  $1 \times 10^{21}$  300 °C 注入試料、図11に  $1 \times 10^{21}$  500 °C 注入試料の CCD 像を示す。

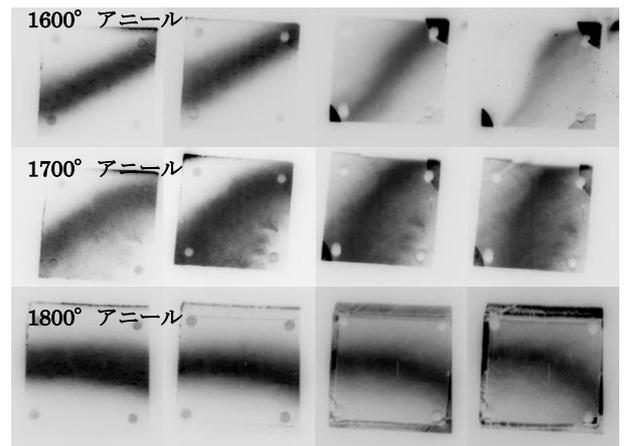


図6  $1 \times 10^{20}$  室温注入試料 CCD 像

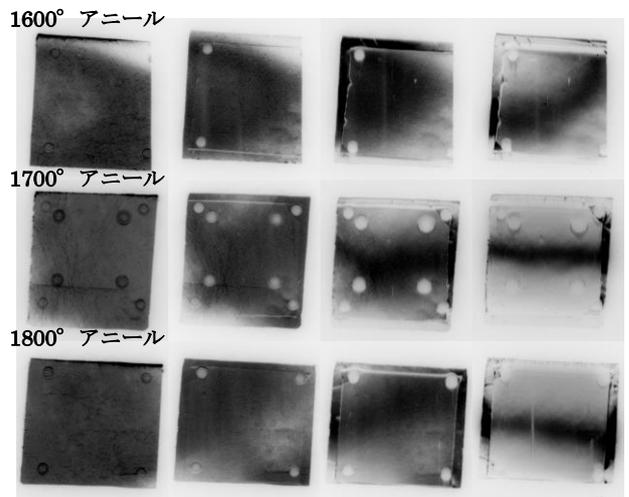


図7  $1 \times 10^{20}$  150 °C 注入試料 CCD 像

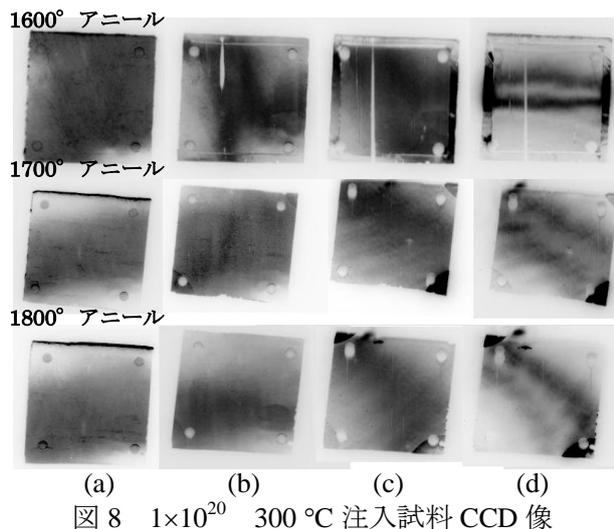


図 8  $1 \times 10^{20}$  300 °C 注入試料 CCD 像

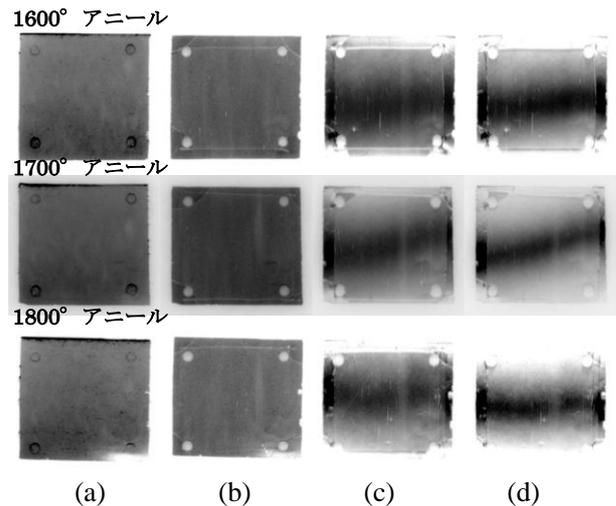


図 11  $1 \times 10^{21}$  500 °C 注入試料 CCD 像

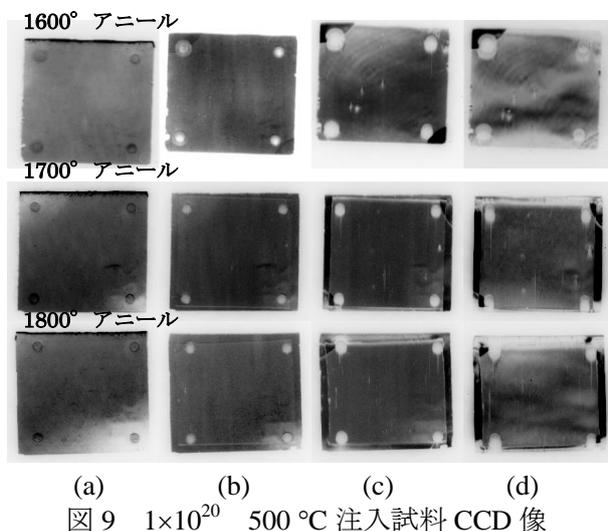


図 9  $1 \times 10^{20}$  500 °C 注入試料 CCD 像

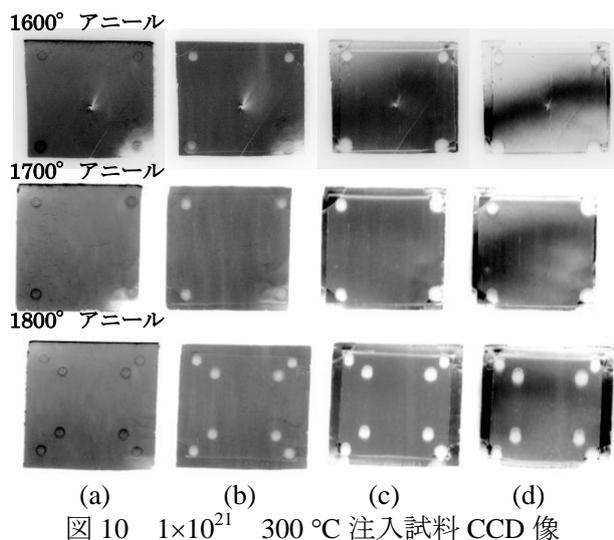


図 10  $1 \times 10^{21}$  300 °C 注入試料 CCD 像

図 6 に示されている  $1 \times 10^{20}$  室温注入試料以外は未注入試料と同様に侵入深さが浅いところで歪曲が強調されている結果である。図 6 のみがバルク層のほうが歪曲が大きい結果となっている。使用した基板にも依存しないので、これはイオン注入時の温度の効果である可能性がある。注入時の温度が低いときはイオン注入による損傷(空孔と格子間原子)の発生量が多くバルク層に影響が残るような応力が発生すると考えることができる。それ以外は、特にイオン注入、アニールの条件に依存するような目立つ傾向は見られない。

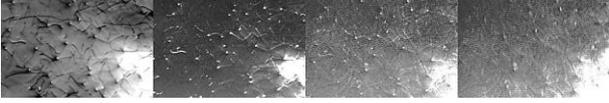
次に原子核乾板で観察した同条件の結果について図 12 から図 17 に示す。未注入試料と同様、基底面転位、らせん転位、刃状転位と見られる線状パターン、ドットがどの試料にも多く見られる。これらの転位の密度に関しては試料により差があり、全体を見渡すと転位の多いものと比較的少ないものに分類することが可能で、試料番号と照合すると、600 番台の試料では転位が多く、500 番台の試料では転位の少ないものが多い。もともとの基板で転位密度に相当な差があることが認められる。

未注入試料において認められた X 線進入深さの差が不明確である傾向(バルク層において認められる欠陥は最表面においても認められる)はどの試料においても同様であり、一見差があるように見える試料の場合も、画像の撮り方の影響を見ているものなのか区別はつかない。注入条件、アニール条件に対して確かな傾向を示す結果を求めておこなった測定であるが、これらの結果を見る限りでは明快な傾向は認められない。

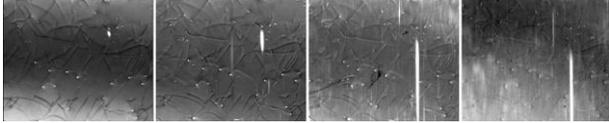
1600° アニール



1700° アニール

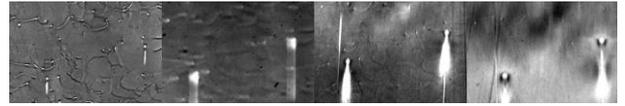


1800° アニール



(a) (b) (c) (d)  
図 12  $1 \times 10^{20}$  室温注入試料原子核乾板像

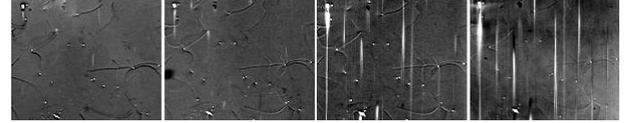
1600° アニール



1700° アニール

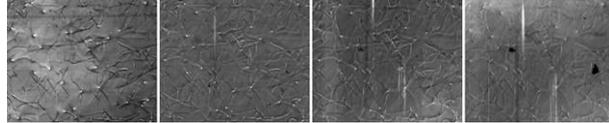


1800° アニール

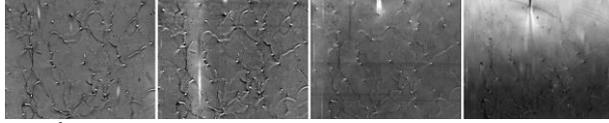


(a) (b) (c) (d)  
図 15  $1 \times 10^{20}$  500 °C 注入試料原子核乾板像

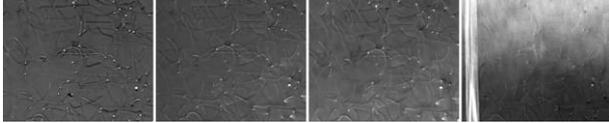
1600° アニール



1700° アニール

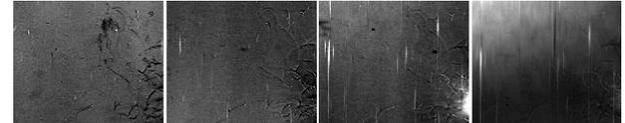


1800° アニール

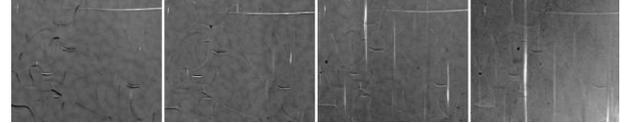


(a) (b) (c) (d)  
図 13  $1 \times 10^{20}$  150 °C 注入試料原子核乾板像

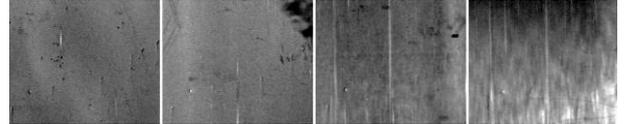
1600° アニール



1700° アニール

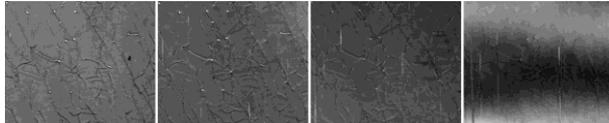


1800° アニール

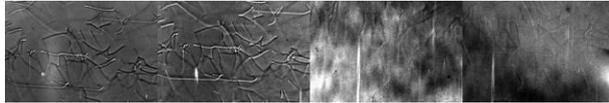


(a) (b) (c) (d)  
図 16  $1 \times 10^{21}$  300 °C 注入試料原子核乾板像

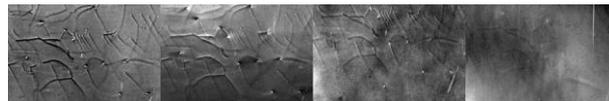
1600° アニール



1700° アニール

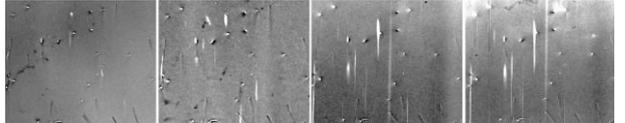


1800° アニール

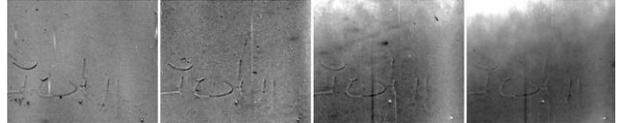


(a) (b) (c) (d)  
図 14  $1 \times 10^{20}$  300 °C 注入試料原子核乾板像

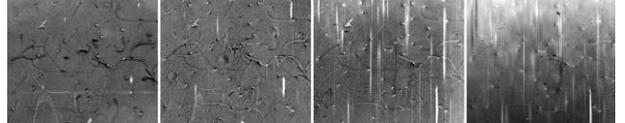
1600° アニール



1700° アニール



1800° アニール



(a) (b) (c) (d)  
図 17  $1 \times 10^{21}$  500 °C 注入試料原子核乾板像

図 15 の 1600 °C アニール試料において見られる 2 個の大きな欠陥はおそらくマイクロパイプであろうと思われる。また試料によっては縦方向(g ベクトルと平行方向) に白い線が見られる。これは表面に付着しているごみかあるいは表面に形成された何らかの欠陥を見ているものと思われる。イオン注入時に 500 °C である条件(図 15 および図 17)において多数観察されるので、イオン注入時の温度にかかわって形成される欠陥である可能性がある。あるいは基板間の差によるものかもしれない。

図 2、図 3 に示したシート抵抗の測定結果と以上の X 線トポグラフィーの結果を照合しても前述した室温注入における試料の歪曲とシート抵抗の大きめな値ということ以外には対応する可能性のある相関関係は認められない。しかし本課題の目的とするところは欠陥と電気特性の相関を取るのではなくイオン注入にかかわる欠陥の発生において最適な条件の存在の探索であり、その意味では 500 °C でのイオン注入が表面に何らかの欠陥をもたらした可能性は目的に沿った現象を見出したことになる。

今回の評価により明らかになったのは、市場で入手が可能な SiC 基板はマイクロパイプの密度は何とか制御されるようになりその密度を指定して購入できるようになっているとはいえ、基底面転位、らせん転位、刃状転位の密度に関しては仕様外とはいえ十分制御されているようには思えず、現状の入手できる基板により本来本課題で目指したような評価が可能なかどうか再考する必要がある。また、イオン注入に起因する欠陥の発生が X 線トポグラフィーにより評価可能な欠陥であるのかどうかについても再考を要する。

#### 4. まとめ：

SiC に対する Al イオン注入において、イオン注入濃度、イオン注入時の温度、アニールの温度がイオン注入により誘起される欠陥にどのような影響を与えるかを見極めてイオン注入およびアニールの最適な条件を求めるという作業の最初のステップとして、35 試料の X 線トポグラフィーを観察した。観察では 4 段階に X 線進入深さを変えてバルク層、エピタキシャル層、イオン注入層がそれぞれ評価できるような手法を採用した。その結果得られた X 線トポグラフィー像はもともとの基板のバルク層がもつ欠陥を強く反映したものであり、目指したイオン注入の効果が明白にそのままで見えるものとは言えなかった。しかし、 $1 \times 10^{20}$  室温注入では試料全体に歪曲が生じ、500 °C での注入では表面に何

らかの欠陥が生じている可能性があることがわかった。初回のサーベイとしては予定の結果を得ることができた。今後の予定としては、まず今回の測定結果内で観察されている欠陥を詳細に再測定／解析し、どのような種類の欠陥がどのように成長しているかを正確に把握する。次にともとも欠陥の少ない基板を用いて、同じ場所のイオン注入前、イオン注入後、アニール後観察をおこない、イオン注入によりどのような欠陥がどのように導入されるのかを把握する。次の段階として、イオン注入、アニールの条件が欠陥の発生にどのように関与するかを知悉した上で最適な条件の探索をおこない、現在イオン注入ではできないリーク電流の少ない pn 接合形成条件の探索、長期的なデバイスの安定性にかかわる欠陥の生成を最小にする条件の探索をおこなっていく予定である。

#### 参考文献

- [1] 吉田謙一、長町信治「4H-SiC への高ドーズ Al イオン注入における注入ダメージの影響」第 21 回シリコンカーバイト及び関連ワイドバンドギャップ半導体研究会 (2012) P-58
- [2] 吉田謙一、長町信治「4H-SiC への高ドーズ Al イオン注入における注入条件の最適化」第 60 回応用物理学会春季学術講演会 28p-PB4-21
- [3] T.Ohno et al."Direct observation of dislocations propagated from 4H-SiC substrate to epitaxial layer by X-ray topography", Journal of Crystal Growth **260** (2004) 209.

#### 成果発表状況：

現状なし

\* nagamachi@iontc.co.jp