



課題番号： 2007I002
研究責任者： 清水肇、(財)新機能素子研究開発協会
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-4A
利用期間： 平成20年1月～12月

蛍光X線分析による半導体ウエハの不純物元素マッピング Impurity element mapping on semiconductor wafer by X-ray fluorescence analysis

大柳 孝純¹、山口 博隆²、松畑 洋文²、清水 肇¹
Takasumi Ohyanagi¹, Hiroataka Yamaguchi², Hirofumi Matsuhata², Hajime Shimizu¹

¹新機能素子研究開発協会、²産業技術総合研究所
¹FED, ²AIST

アブストラクト：

ワイドギャップ半導体 SiC によるパワー半導体素子の動作不良に転位が関わっていると考えられているが、なぜ転位が問題になのか、その直接的な原因は不明である。一つの可能性として転位への不純物元素の偏析が挙げられるが、それを分析するためにマイクロビームX線による高感度な蛍光X線元素分析をビームライン BL-4A で行った。転位と不純物元素濃度との直接的な関係を得ることはできなかったが、ウエハ中に金属不純物濃度が明らかに高い箇所が存在することがわかった。SIMS などの分析とあわせ、金属不純物元素のデバイス不良への影響が見いだされた。

In order to investigate the influence of impurity atoms on the SiC power device failures, we have performed X-ray fluorescence analysis using micro-beam synchrotron X-ray beam at beamline BL-4A. As a result, the relationship between the concentration of impurity atoms and the failure position was unclear, but it was found that some metal impurity atoms were condensed locally on a wafer. By combining this study and other analyses including SIMS, we successfully found evidence for the existence of impurity atoms affecting device failures.

キーワード： silicon carbide, impurity, fluorescence X-ray, dislocation, power electronics, wide-gap semiconductor

1. はじめに： 電力の変換と制御を高速に効率よく行うためのエレクトロニクスである「パワーエレクトロニクス」は、電気自動車の普及、高度情報通信機器の増加などに加え、分散電源や電力貯蔵装置などを含む高電圧配電システムが電力系統に幅広く導入されるのに伴い、電力変換容量拡大、変換損低減と小型化が要求されている。一方、従来のシリコン (Si) を用いたパワーエレクトロニクスはSiの物性値の限界からさらなる性能向上は困難であり、新材料としてワイドギャップ半導体SiCによる超低損失化・小型化・軽量化を目指した研究開発が進められている[1]。

SiC によるデバイス実現において大きな課題は結晶欠陥である。私たちはこの問題と取り組むために、放射光を利用したX線トポグラフィによる転位の評価を進め[2]、SiC 基板、エピタキシャル膜や素子中の転位の非破壊的に観察

より、デバイス特性の不良箇所と転位との関連を直接的に調べることに成功した[3]。しかし、デバイス特性や信頼性を向上させて実用化の道を開くためには、転位がなぜ問題なのかを解明する必要がある。

これまでの研究で、デバイスの動作不良が転位と同一箇所で行っていることが観察されている。しかし、同種の転位でも動作不良を起こさない場合もあり、転位そのものより、付加的要因によって引き起こされている可能性も示唆されている。その要因と考えられるものに転位に取り込まれた不純物元素が挙げられる。これまで、EBIC、カソードルミネッセンス、フォトルミネッセンスなどの手法による検証を進めてきたが、明確な結果は得られていない。これらの手法は不純物元素だけでなく、結晶欠陥の情報も含んでいて、それらの分離が困難であるからである。

一方、蛍光X線分析では、元素固有の特性X線によって元素同定とその濃度分析が可能である。

また、マイクロビームを使用することによってウエハのマッピングが可能である。さらに、試料を破壊することなく分析にかけられる上に、分析が試料へ損傷を与えないため、プロセスの前や途中にも分析にかけられるという大きな利点を持つ。

そこで、本研究では、SiCウエハにおいて蛍光X線のマッピング評価を行い、エミッション顕微鏡による発光点およびX線トポグラフィーによる転位位置との不純物元素分布の比較を行い、デバイス動作不良に対する不純物元素の効果の検証を行うことを目的とした。

2. 実験： 本研究は、マイクロビームによるSiCウエハ上の不純物元素のマッピングをおこなうが、これは、1) X線トポグラフィーによる転位位置の特定、2) SiCウエハ上に施されたデバイス構造におけるエミッション顕微鏡による不良箇所特定、3) SIMSによる元素分析、と連携して進められる。すなわち、マッピング領域は、転位、あるいはデバイス不良箇所の周辺を選択することで、それらの不純物元素分布との相関を調べる。また、いくつかの選択領域についてはSIMSによる元素分析を行った。

実験は、BL4Aのマイクロビーム（エネルギー：約14 keV）を用い、蛍光X線をSSDによって検出した。上記1) あるいは2) によって分析箇所が決められている試料では、ウエハ上にエッチング処理によるグリッドがつけられており、それによって座標が特定されるようになっている。

3. 結果および考察：

実験は3回行われ、第1回目は、ウエハ上の転位を含む領域の2次元マッピングを行った。当初の予想として、転位への局在が予想される元素およびその濃度が不明であったことから、転位を含む領域の2次元スキャンを行った。ビームサイズは5ミクロン角で、150ミクロン角の領域を35×35の測定点に分けて測定した（計測時間は1点あたり50秒）。スペクトルの例を図1に示す。

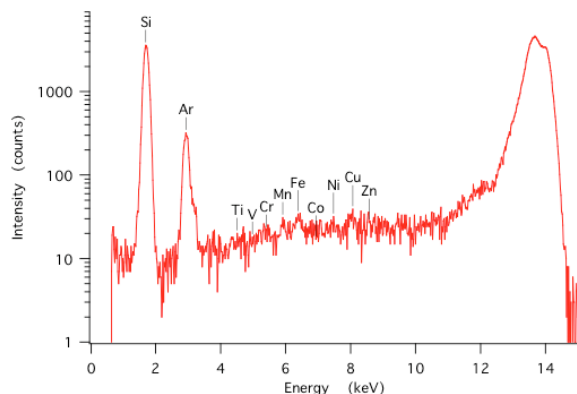


図1 第1回目の実験で測定された蛍光X線スペクトル

スキャン範囲で転位との明確な相関は見られなかった。ただし、計測時間が限られたため、バックグラウンドの統計精度が十分ではなく、不純物元素の存在を明確にするものではなかった。図1には、ピーク位置に対応する元素を示している。空気中のArとSiCに含まれるSiの明確なピーク以外に、TiからCuの3d遷移金属とZnが見られる。これらの元素の存在を主張するものではないが、ほかの元素分析でもウエハによっては、存在が確認される元素群である。しかし、試料以外からの信号が混入している可能性も考えられる。そこで、バックグラウンドを明確にすること、十分な統計精度が得られるよう十分な信号の蓄積を行うことが求められた。

第2回目では、バックグラウンドに試料以外からの迷光の混入の可能性を検討するために、純度が高いシリコンウエハからの蛍光X線を調べた。その結果、FeとCuの蛍光X線線が周囲から混入していることがわかり、これらをシリコンウエハを試料周りに設置することによって、低減した（図2）。

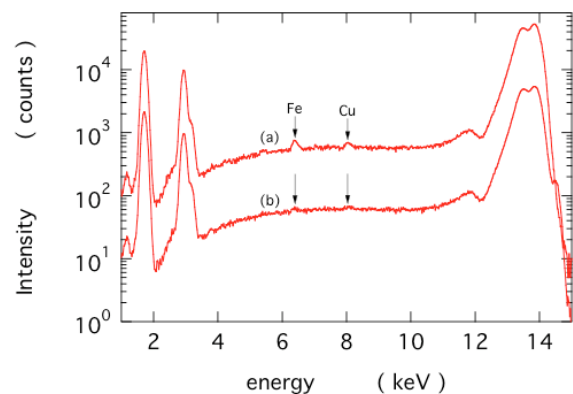


図2 シリコンウエハからの蛍光X線スペクトル。(a) 試料ホルダーにシリコンウエハのみを設置した場合。(b) 試料背面にシリコンウエハを2枚重ねて試料の後方に抜けるX線を減衰させた場合。

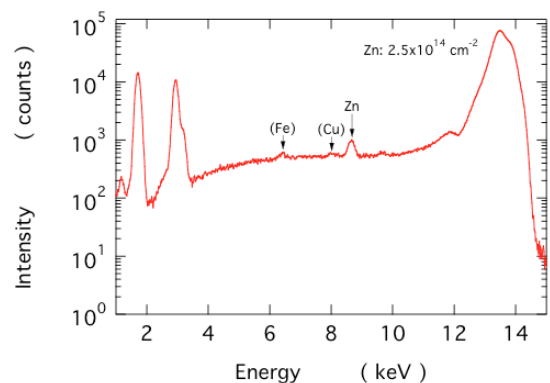


図3 Znをイオン注入されたSiCウエハからの蛍光X線スペクトル。FeおよびCuは試料後方に抜けたX線ビームの散乱に起因する。

次に、検出感度の検証のために、一定量の Ti および Zn をイオン注入した SiC ウェハからの蛍光 X 線スペクトルを測定した。その結果、Ti、Zn のいずれも $2.5 \times 10^{14} \text{cm}^{-2}$ の濃度においてはピークとして蛍光 X 線が検出されたが、 $2.5 \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$ では検出されなかった (図 3)。

つづいて、あらかじめ X 線トポグラフによって転位分布の調べられている Ti ドープウェハについて蛍光 X 線のマッピング測定を行った。ビームタイムの範囲内で有効にマッピングを行うために、スキャン範囲を 1 次元とした。測定点は 3 ミクロン間隔で 56 地点の約 160 ミクロンの範囲であり、各地点で 10 分の測定を行った。X 線トポグラフ上では、図 4 で示される範囲に相当する。得られたスペクトルにおいてバックグラウンドを除去して得られた Ti の蛍光の積分強度の分布を図 5 に示す。蛍光強度の算出にはスペクトルの統計的な誤差の影響も含んでいる。特に、Ti 強度の導出のためのバックグラウンドの除去において、スペクトルのばらつきのためにバックグラウンドの引き方に曖昧さが残り、これが信号強度の算出に効いている。このような効果も含めて考え、Ti の蛍光強度と転位位置との明確な相関を見いだすには至らなかった。

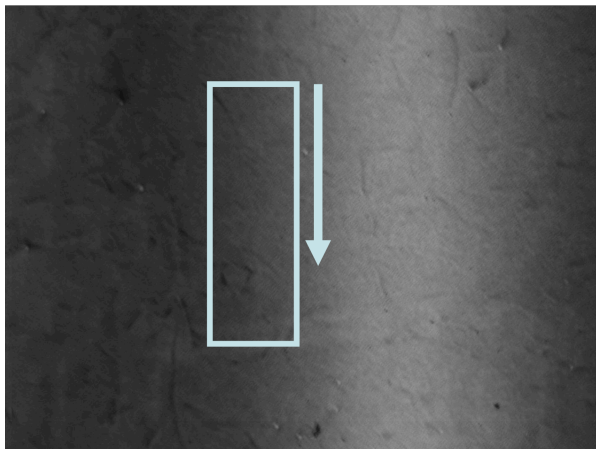


図 4 X 線トポグラフによる転位像。蛍光 X 線スペクトル測定の走査範囲と方向を示している。

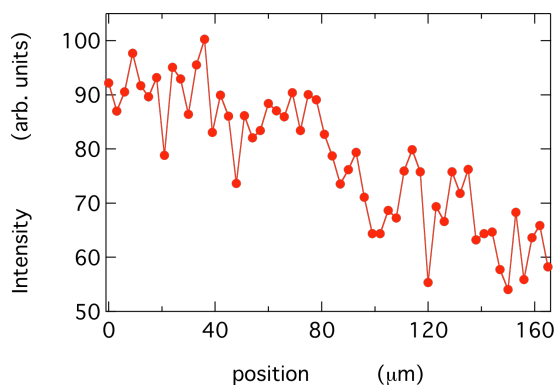


図 5 走査範囲の Ti の蛍光 X 線強度。

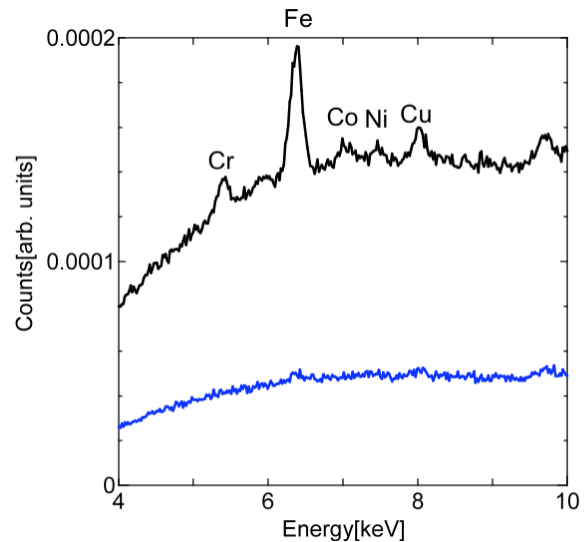


図 6 SiC ウェハ内の異なる 2 点での蛍光 X 線スペクトルの例。

第 3 回目は、蛍光 X 線スペクトルの統計精度を稼ぐために測定点数を減らし、信号積算時間を増やした。そのために、エミッション顕微鏡の発光点、あるいは X 線トポグラフによって決められた転位位置などの問題箇所やウェハ上の数点を選んだ。測定時間を長くすることで、信号の統計精度が改善されたが、問題箇所での明確な異常は見られなかった。しかし、いくつかのケースについて、ウェハ内に不純物元素の偏析が見いだされた。最も顕著な例を図 6 に示す。

4. まとめ: SiC 基板中に含まれる不純物の量は、非常に少なく当初目標とした不純物マッピング測定には至らなかった。また、転位との関係を明らかにするために、あらかじめ金属をイオン注入したサンプルについても、明確な関係を得ることはできなかった。しかし、図 6 に示したように明らかに金属不純物濃度が高い箇所が見つかるとともに、その金属種が明らかになったことは非常に意味がある。本文では触れていないが、これらの金属種をターゲットに、デバイスでの不良箇所での SIMS 測定を行った結果、不良箇所のみそれら金属が存在することが判明しており、デバイス不良との関係を示すことができた。

本検討で得られた結果を SiC 基板メーカーにフィードバックすることで、基板品質の向上につながり、SiC デバイスの拡大へとつながることが期待される。

参考文献

[1] 荒井和雄、吉田貞史 共編「SiC 素子の基礎と応用」(オーム社、2003 年)

- [2]T. Ohno, H. Yamaguchi, S. Kuroda, K. Kojima, T. Suzuki and K. Arai, *J. Cryst. Growth* **260** (2004) 209; *Ibid.* **271** (2004) 1.
- [3]T. Ohyanagi, C. Bin, T. Sekiguchi, H. Yamaguchi and H. Matsuhata, *Materials Science Forum* **615-617** (2009) 707.

成果発表状況： 本研究の成果は、今後、学会や論文で発表していく予定である。