

透過型偏光顕微鏡を用いた SiC 基板の結晶欠陥評価

Crystal Defect and Dislocation Analysis of SiC Wafers by Transmission Polarization Microscopy

竹中 研介 TAKENAKA, Kensuke

俵 武志 TAWARA, Takeshi

加藤 智久 KATO, Tomohisa

単結晶 4H-SiC 基板は、シリコン基板と比較すると結晶欠陥密度は依然として高く、その評価が重要である。非破壊での結晶欠陥の評価方法として、大型放射光施設による放射光 X 線トポグラフィが主に用いられるが、施設の利用自体が簡単ではない。そこで、非破壊で簡単に SiC 基板の結晶欠陥を評価する方法として、透過型偏光顕微鏡を用いて結晶転位により発生した結晶内部ひずみを観察する手法を検討した。放射光 X 線トポグラフィだけでは解析が困難な結晶転位のより詳細な評価、市販の SiC エピタキシャル基板の受入検査方法、SiC デバイス製造工程中の検査方法としての活用が期待できる。

4H-SiC single crystal wafers need to be analyzed carefully because they still have a higher crystal defect density than silicon wafers. As a method for non-destructive evaluation of crystal defects, synchrotron radiation x-ray topography is mainly used in a large synchrotron radiation facility, where is, however, not easily used. Therefore, as a non-destructive and convenient method for evaluating crystal defects in SiC wafers, we examined a technique for observing strain inside crystals caused by crystal dislocation using transmission polarization microscopy. This method is expected to be used in the detailed analysis of crystal dislocation that has been difficult by synchrotron radiation x-ray topograph alone, in acceptance inspections of commercially-available SiC epitaxial wafers, and in inspections of SiC device manufacturing processes.

1 まえがき

単結晶 4H-SiC (炭化けい素) 基板は、パワーデバイス用の単結晶 Si (シリコン) 基板と比較すると結晶欠陥密度は依然として高く、その評価はデバイスの特性劣化や品質管理の観点で重要である。非破壊で単結晶の結晶転位^(註1)を評価する方法としては、X 線トポグラフィが主に用いられるが、通常の X 線源を用いた X 線トポ装置では、X 線強度と分解能の不足から全ての転位に対して検出感度が十分ではない。このため、より詳細な解析を行う場合は、より高輝度・高平行度の X 線が得られる大型放射光施設を用いた放射光 X 線トポグラフィが用いられる。しかし、大型放射光施設の稼働は莫大なエネルギー消費を伴う上に利用期間は限定され、施設の利用自体も簡単ではない。このような背景から、もっと手軽で簡便な結晶欠陥評価方法の実現が求められている。

本稿では、放射光 X 線トポグラフィの代替手法として、透過型偏光顕微鏡を用いた非破壊で簡便な単結晶 SiC 基板の結晶欠陥評価を検討した結果について述べる。

2 透過型偏光顕微鏡を用いた SiC の結晶欠陥評価の背景

X 線トポグラフィは、結晶転位に伴い発生した弾性ひずみによる X 線回折のひずみを、X 線トポグラフィとして捉えている⁽¹⁾。放射光 X 線トポグラフィでの分解能は、原子

核乾板などの二次元検出器の制限から、1 μm 前後である⁽²⁾。

一方、光学的異方性を持つ材料、あるいは光学的等方体でも応力が加わると、複屈折が発生する。複屈折が起きている単結晶材料を偏光顕微鏡で観察すると、厚さの関数である位相差がひずみ場として観察されることが古くから知られている。光学分野で用いられる素材の単結晶 GGG (ガドリニウム・ガリウム・ガーネット: Gd₃Ga₅O₁₂) は光弾性による複屈折が大きい⁽³⁾ため、結晶転位によるひずみ場が偏光顕微鏡で見やすいことが知られており、貫通らせん転位 (TSD: Threading Screw Dislocation) や貫通刃状転位 (TED: Threading Edge Dislocation) のシミュレーションによる複屈折パターンが、実際の透過偏光像と一致することが報告されている⁽³⁾。

しかし、単結晶 SiC は材質が硬いことに起因して複屈折が小さいため、マイクロパイプ (MP: Micro Pipe) などの粗大な欠陥による複屈折パターンの透過偏光像しか報告されていなかった⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾。その後、Ma らが単結晶 6H-SiC バルク基板^(註2)の透過偏光像と放射光 X 線トポグラフィの比較を行った結果を 2003 年に報告した⁽⁷⁾。ところが、透過偏光観察による SiC 結晶転位の評価法の普及には至らず、Ma らの検討を参考とした Blasi, McGuire らも、主に MP 検査法として運用するのみだった⁽⁸⁾。これは、どのような観察条件なら SiC の結晶転位が観察しやすいかといったことや、SiC の結晶転位による複屈折パターンとシミュレーションとの相関が十分に示されなかったことなどによる影響と考えられる。

〈注 1〉結晶転位: 結晶の中では、原子が規則的に並んでいる。この原子の並びに生じたズレが直線状である結晶欠陥のことである。

〈注 2〉バルク基板: 原料となる SiC を加熱により昇華させて、温度の低い領域で SiC の単結晶のインゴットを得る。このインゴットから切り出したウェーハのことである。

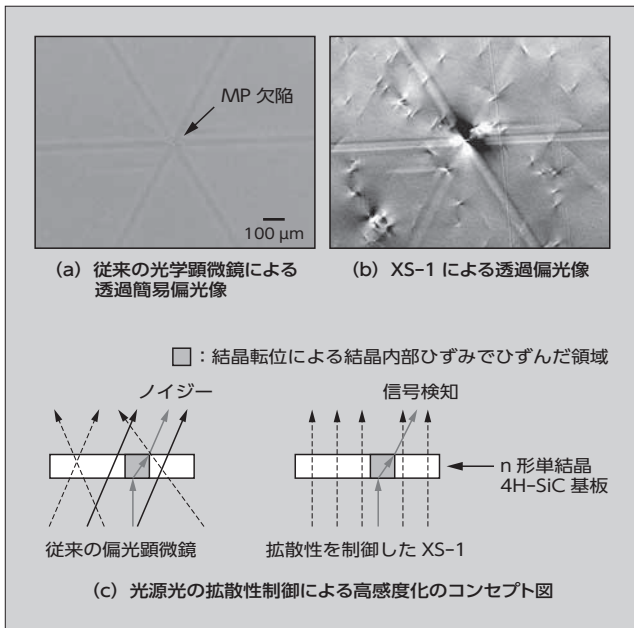


図1 透過偏光観察時の光源光の拡散性の影響

3 透過偏光観察時の光源光の拡散性の影響

一般的な透過型光学顕微鏡は、白色光をコンデンサレンズで集光した後、放射状の拡散光としてサンプルに照射して、対物レンズ側でも放射状に受光する光学系を用いる。

しかし、単結晶 SiC などの光弾性による複屈折が小さな材料の結晶転位によるひずみ場を光学的に観察する際は、放射状の拡散光を照射すると、光源光自体が多大なノイズ源になってしまう。一般的な光学系の光学顕微鏡で、MP 密度が 1 個/cm² 以下の高品質な n 形 4H-SiC バルク基板を観察した際の透過簡易偏光像を図 1(a) に示す。MP 欠陥の周辺に、その他の小さなひずみ場はほぼ見られない^{(10)~(12)}。

一方、Mipox 株式会社製の結晶転位高感度可視化装置 XS-1 (エクス・ワン) は、中心波長 405 nm の単色 UV-LED 光源を用いて 405±10 nm のバンドパスフィルタを介してからポラライザ (偏光子) を通して、直線偏光をサンプルに照射する。図 1(c) に示すように、光源光の拡散を制御して高感度化を図っている。この装置により撮像した透過偏光像を図 1(b) に示す。MP 欠陥の周辺には多数の小さなひずみ場が観察される。SiC 基板の MP 密度を考慮すると、これらの小さなひずみ場は結晶転位に由来すると考えられる。

4 透過偏光観察時の偏光入射面と裏面の粗さの影響

透過偏光観察では、基板の面仕上げ状態が粗かったりすると、表面または裏面の微細な凹凸形状がノイズとして観察されてしまう⁽¹¹⁾。基板のほぼ同じ位置で偏光入射面の表面粗さの影響を評価した結果を表 1 に示す。Si 面 CMP (Chemical Mechanical Polishing) 仕上げ・C 面鏡面仕

表 1 透過偏光観察時の偏光入射面と裏面の粗さの影響

面仕上げ	Si面側から偏光入射	C面側から偏光入射
Si面CMP C面鏡面	(a)	(b)
Si面CMP C面マット	(c)	(d)
両面CMP	(e)	(f)

上げの n 形 SiC バルク基板は、Si 面側から直線偏光を入射した場合はクリアな透過偏光像だが、C 面側から入射した場合はノイズな透過偏光像となることが分かる。この点から、偏光入射面側の表面粗さの影響の方が大きい傾向と分かる。ただし、C 面側がマット仕上げだと、表 1(c) のように完全にノイズとなって何も観察できない。

また、別の Si 面 CMP 仕上げ/C 面鏡面仕上げの n 形 SiC バルク基板について、日本分光株式会社製の紫外可視近赤外分光光度計 V-770 と、小型積分球ユニット ISN-923 を用いて、曇り度 (ヘイズ率) [= 散乱光/全光線透過光×100 (%)] について調べた。波長 200 ~ 850 nm での Si 面入射時と C 面入射時のヘイズ率を測定した結果、いずれも約 0.04% だった。これより、CMP 仕上げ面も鏡面仕上げ面も検知できるほどの拡散透過の差はなく、極めて僅かな偏光の散乱が多大なノイズ源となることが分かった。

5 SiC 基板の放射光 X 線トポグラフと透過偏光像の比較

厚さ約 350 μm、MP 密度が 1 個/cm² 以下の高品質な n 形 SiC バルク基板を両面 CMP 仕上げとした上で、X 線波長 0.15 nm、回折条件 $g=11\bar{2}\bar{8}$ 、原子核乾板を用いて C 面側の放射光 X 線トポグラフを撮像した結果を図 2(a)、ほぼ同じ位置の XS-1 透過偏光像を図 2(b) に示す。放射光 X 線トポグラフの右上に観察される六つの TSD による X 線回折のひずみと、透過偏光像でのひずみ場の位置は概ね一致した。TSD の応力で生じた結晶内部ひずみで TSD の周辺が光学的にもひずんでいると考えられる。このように、光源光の拡散性を制御した結果、放射光 X 線トポグラフィに匹敵する感度で偏光観察できることが分かった。放射光 X 線トポグラフィは、放射光が入射した領域で X 線回折条件を満たした回折ビームに基づく結晶内部ひずみだけを X 線トポグラフとして観察する。一方、透過偏光像は、基

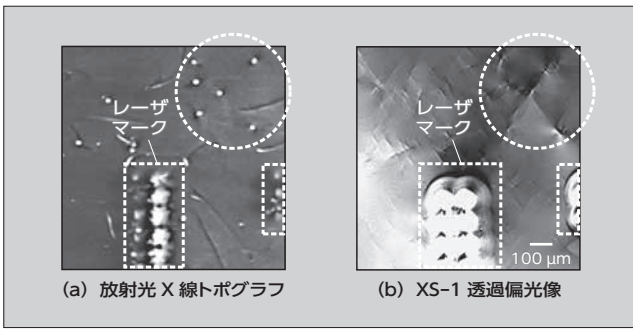


図2 n形SiCバルク基板の比較例

板の深さ方向の全ての結晶内部ひずみを観察するため、情報量はより多いと考えられる。透過偏光像の深さ方向の情報解析できれば、SiC デバイスの不良解析技術の向上に役立つ可能性がある。

6 SiC 自立エピタキシャル基板を用いた結晶転位の同定

6.1 SiC 自立エピタキシャル基板の試作

放射光 X 線トポグラフと XS-1 透過偏光像をより厳密に比較することで、結晶転位種の同定を試みた。この際、高速結晶成長に伴い深さ方向で複雑な結晶内部ひずみが発生しやすい n 形 SiC バルク基板は、必ずしも厳密な比較には適してはいないと考えられた。また、高濃度にドーピングされた窒素に由来する光吸収損失を伴う点でも、透過偏光観察の妨げとなる可能性があり好ましくないと考えられた。

これらの n 形 SiC バルク基板での問題点を考慮して、より高品質で低キャリア濃度の SiC 自立エピタキシャル基板を用いた評価による結晶転位種の同定を検討した。市販の 4° オフ 350 μm 厚 n 形 SiC バルク基板の Si 面側に、n⁺ バッファ層と、設定キャリア濃度 4×10¹⁴/cm³、設定膜厚 275 μm の n⁻ 厚膜層を連続エピタキシャル成長した後、図 3 (a) に示すように n 形 SiC バルク基板と n⁺ バッファ層を研削・研磨で全て除去し、残厚約 240 μm の両面 CMP 仕上げの SiC 自立エピタキシャル基板を作製した。作製した 15 mm 角の SiC 自立エピタキシャル基板を図 3 (b) に示す。低キャリア濃度であるため、ほぼ無色半透明であった。

6.2 放射光 X 線トポグラフと透過偏光像の比較

SiC 自立エピタキシャル基板の放射光 X 線トポグラフ

〈注 3〉エピタキシャル基板：バルク基板などの上に、基板の結晶面にそって薄膜を形成（エピタキシャル成長）した基板のことである。

〈注 4〉自立エピタキシャル基板：エピタキシャル基板において十分な厚さのエピタキシャル膜を形成したのち、バルク基板部分を研削・研磨により除去することで得られた、エピタキシャル膜だけからなる基板のことである。

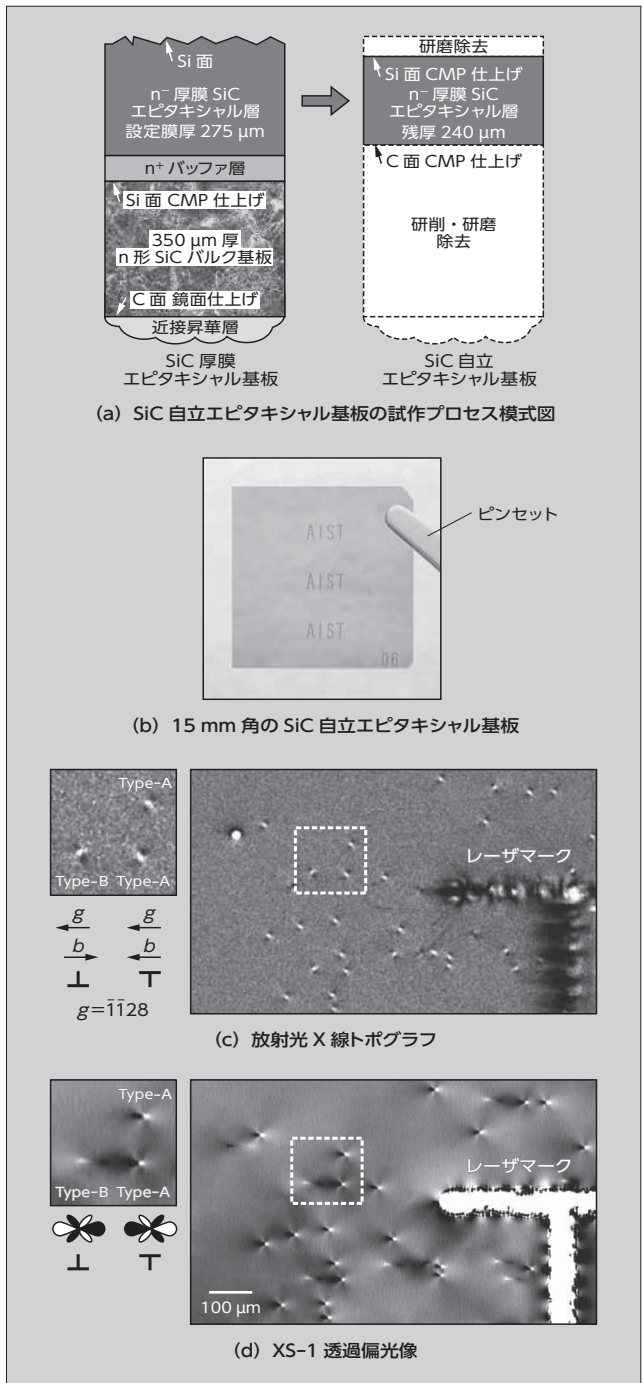


図3 SiC自立エピタキシャル基板を用いた評価

を図 3 (c)、ほぼ同じ位置の透過偏光像を図 3 (d) に示す。これより TSD と TED は、放射光 X 線トポグラフの転位コントラストと透過偏光像の複屈折パターンとの位置がほぼ完全に対応している。SiC 自立エピタキシャル基板では、より整った状態の貫通転位が観察できる。さらに、透過偏光像の TED の複屈折パターンは、Type-A と Type-B に大別された。SiC エピタキシャル膜中での TED の転位コントラストは、バーガース・ベクトル \mathbf{b} の向きに基づき 6 種類に分類されることが報告されており、Type-A と Type-B の違いは、TED のバーガース・ベクトル \mathbf{b} の向きの違いに基づくと考えられる。特に、Type-A は、単結晶 GGG のシミュレーションで示された TED の複屈折

パターンと同様の形状だった。なお、XS-1 は複屈折パターンの白黒反転を伴う位相差信号処理を行うため、一般的な透過型偏光顕微鏡像に対して複屈折の速い振動方向と遅い振動方向が逆転して表示されるので、転位線は図 3 (d) の複屈折パターンの模式図に添えて示した向きとなる。

また、Type-B の TED の複屈折パターンは一見、単結晶 GGG のシミュレーションで示された TED の複屈折パターンと異なる印象を受けるが、オフ角度を解消する方向に SiC 自立エピタキシャル基板を傾斜させて観察すると、Type-A の複屈折パターン形状に似た形状に近づく現象を確認しており、オフ角度の影響で見え方が異なると思われる。

一方、TSD は表 2 に示すようにさまざまな複屈折パターンが観察された。Type-C は、単結晶 GGG のシミュレーションで示された TSD の複屈折パターンと同様だが、Type-D は Type-C に対して 180° 反転している。

また、放射光 X 線トポグラフでは明らかに TSD のように観察されるのに対して、透過偏光像の複屈折パターンは TED の成分を伴って観察される転位 Type-E を複数確認した。これらは、TSD と TED の両方の成分を併せ持つ貫通混合転位 (TMD : Threading Mixed Dislocation) と考えられる²⁾。放射光 X 線トポグラフだけで TMD と識別するのは困難で、透過偏光観察法も用いることで、放射光 X 線トポグラフでの TSD の転位コントラストのより詳細な解析ができる可能性がある。

一方、Type-F に示す TSD は多様な複屈折パターンを示した。評価数を更に増やすとともに、シミュレーションを導入した解析が必要と思われる。また、Type-G に示す TSD より明らかに小さい中サイズの転位は、TED の複屈折パターンとも合致せず、放射光 X 線トポグラフだけでは同定が困難だった。別の評価法も導入した検討が必要

と考えられる。

7 透過偏光観察による基底面転位の評価

7.1 単結晶サファイア基板を用いた基底面転位の評価

図 2 から明らかなように、透過偏光観察では基板の水平方向に転位線が延びる基底面転位 (BPD : Basal Plane Dislocation) は位相差が小さいので、感度が低い問題点がある。今回、作製した 15 mm 角の SiC 自立エピタキシャル基板は光吸収損失が少なく、BPD の観察に適していたが、放射光 X 線トポグラフに BPD は観察されなかった。n⁺ バッファ層のエピタキシャル成膜中に BPD が全て TED に変換されたと推察される。

そこで、単結晶 SiC 基板より紫外帯域の透過率が高くて、BPD の観察に好適と考えられた単結晶サファイア基板 (方位 : c 面 (0001), 厚さ約 350 μm, 両面 CMP 仕上げ) について株式会社リガク製の X 線トポ装置 XRT-300 で透過 X 線トポグラフ (Mo kα 線, 回折条件 $g=11\bar{2}0$) を撮像して透過偏光像と比較した例を図 4 に示す。図 4 (b) の透過偏光像で観察される曲線状の模様は、図 4 (a) の透過 X

表 2 SiC の転位コントラストと複屈折パターンの比較

放射光X線トポグラフ	XS-1透過偏光像	備考
転位コントラスト	複屈折パターン	
	Type-C	単結晶GGGのコンピュータシミュレーションで示されたTSDと同様のタイプである。
	Type-D	単結晶GGGのシミュレーションで示されたTSDと同様だが、Type-Cと180°反転している。
	Type-E	TSDだが刃状転位成分も併せ持つタイプである。貫通混合転位(TMD)の可能性もある。
	Type-F	左記のTSDは一例で、判定が難しいタイプである。さまざまな複屈折パターンを示す。
	Type-G	TSDより明らかに小さい転位コントラストだが、TEDと異なる複屈折パターンを示すタイプである。

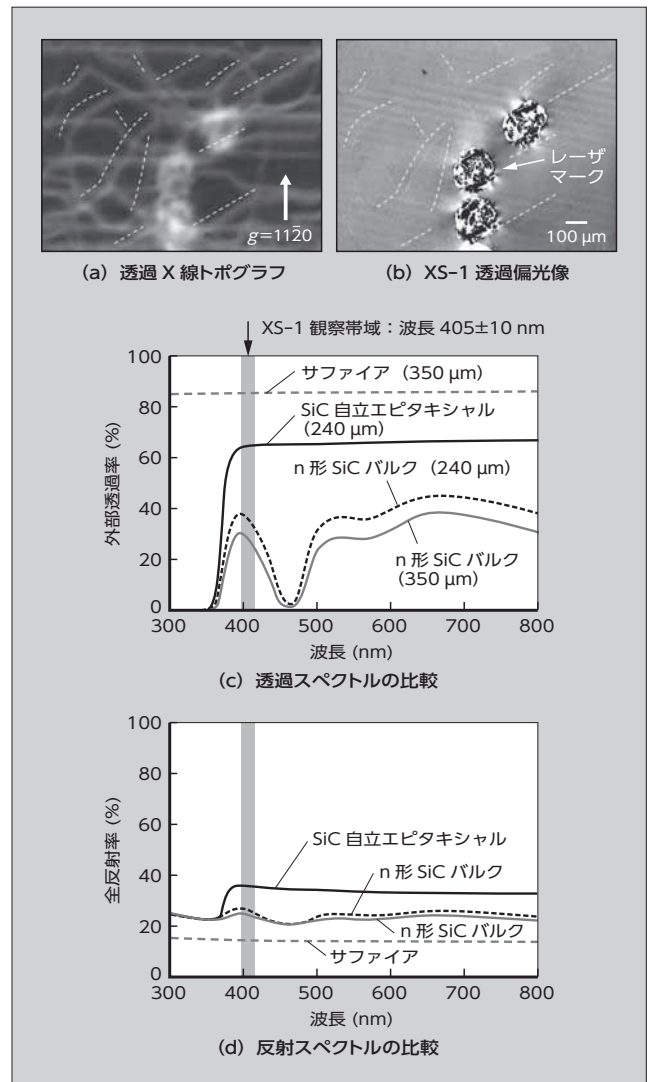


図 4 サファイアを用いた基底面転位 (BPD) の評価

線トポグラフで観察される BPD による曲線状のひずみと一致した。ただし、図 4 (b)の観察面に対して左から右方向の BPD は観察されず、基板を図 4 (b)の観察面に対して反時計回りに 45° 回転させると観察が可能だった。透過偏光像は、アナライザ（検光子）に対して 45° で消光位となる影響と考えられる。

7.2 単結晶 SiC とサファイアの光学特性の比較

紫外可視近赤外分光光度計 V-770 と絶対反射率測定ユニット ARMN-920 を用いて測定した透過スペクトルと反射スペクトルを、図 4 (c), 図 4 (d)に示す。なお、外部透過率 (%) は、空気の透過率を 100% とした場合の相対透過率である。また、全反射率 (%) は、アルミニウムミラーの反射率を 100% とした場合の相対反射率として測定した後に、測定された反射スペクトルをアルミニウムの理論反射率で補正した値である。

XS-1 の観察帯域の中心波長 405 nm での外部透過率はサファイアが約 85% で最も高く、次いで SiC 自立エピタキシャル基板が約 64%, n 形 SiC バルク基板は 350 μm 厚で約 28% という低さだった。

一方、波長 405 nm での全反射率（正反射率 + 拡散反射率）はサファイアが約 15%, SiC 自立エピタキシャル基板が約 36% で、反射損失を除いた素材自体の内部透過率 [= 外部透過率 / (100 - 全反射率) × 100 (%)] は、共にほぼ 100% だった。一方、n 形 SiC バルク基板の全反射率は約 25%, 内部透過率は約 38% で、半分以上の入射光がバルク中で吸収損失として失われており、BPD への感度が低い要因の可能性がある。UV-LED 光源のハイパワー化や光学系の低損失化が重要な課題と考えられる。

8 SiC エピタキシャル基板の評価例

裏面側を鏡面仕上げとした状態であれば、XS-1 は SiC エピタキシャル基板の透過偏光観察も可能である（図 5）。

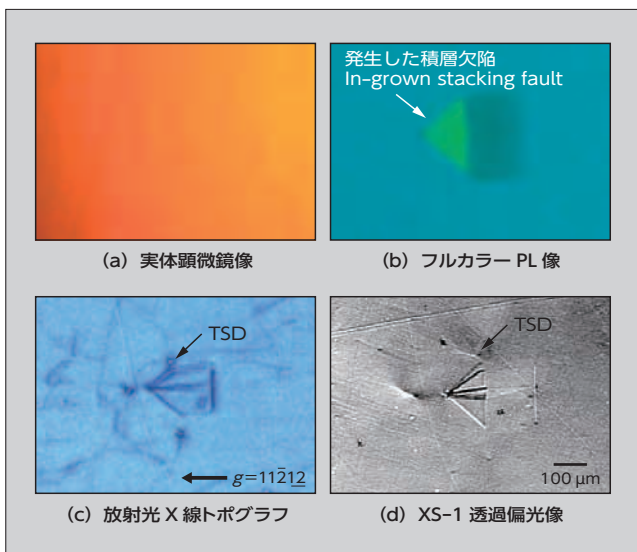


図 5 エピタキシャル膜中の積層欠陥の評価例

市販の SiC エピタキシャル基板のエピタキシャル膜中に発生した積層欠陥（In-grown stacking fault）は、実体顕微鏡像では何も見えないが、XS-1 透過偏光像ではエピタキシャル膜中の積層欠陥に加えて、周辺の貫通転位も観察できている。さらに、SiC エピタキシャル膜の表面に $3 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ のアルミニウムイオン注入と活性化アニール処理を行った後も、貫通転位による結晶内部ひずみを観察することが可能であった。このため、SiC エピタキシャル基板の受入検査方法や、SiC デバイス製造工程中の検査方法としても、透過偏光観察は役立つ可能性がある。

9 あとがき

透過型偏光顕微鏡を用いた SiC 基板の結晶欠陥評価について述べた。本稿では、SiC デバイスの信頼性に影響を与える単結晶 SiC 基板の中に含まれる結晶転位について、市販の n 形 SiC バルク基板に加えて、SiC 自立エピタキシャル基板や市販の SiC エピタキシャル基板を用いた評価を行い、透過型偏光顕微鏡観察による非破壊で簡便な結晶欠陥評価方法を提案した。本評価方法に対応可能な偏光光学系を備えた基板検査装置が実現すれば、今後は大型放射光施設と同等の精度での結晶欠陥検査を、工場や実験室において、いつでも容易に実施できるようになる可能性がある。

本論文の透過型偏光顕微鏡を用いた SiC 基板の結晶欠陥評価法と放射光 X 線トポグラフは、国立研究開発法人産業技術総合研究所の米澤喜幸殿、山口博隆殿、奥村元殿のご協力により得られた成果である。また、本論文で使用した結晶転位高感度可視化装置 XS-1（エクセス・ワン）は、本研究を検討するため、Mipox 株式会社の中川健二殿のご協力により旧・有限会社ビジョンサイテックの水谷誠二殿が開発された装置である。本研究の一部は、総合科学技術・イノベーション会議の SIP（戦略的イノベーション創造プログラム）“次世代パワーエレクトロニクス/SiC 次世代パワーエレクトロニクスの統合的研究開発”〔管理法人：国立研究開発法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）殿〕により実施された。関係各位に謝意を表す。

参考文献

- (1) 山口博隆, 松畑洋文. 平行ビームを使った X 線トポグラフィによる SiC の転位観察. 日本結晶学会誌. 2012, vol.54, no.1, p.18-23.
- (2) 志村孝功ほか. 放射光 X 線トポグラフィによる極薄ひずみ Si 層の結晶性評価. 日本結晶学会誌. 2012, vol.54, no.1, p.47-53.
- (3) Ming, Nai-ben; Ge, Chuan-zhen. Direct observation of defects in transparent crystals by optical microscopy. Journal of Crystal Growth 1990, vol.99, p.1309-1314.
- (4) Takahashi, J. et al. Institute of Physics conference

- series. No. 137, Silicon Carbide and Related Materials, (1994) p.13.
- (5) 金谷正敏ほか. ワイドギャップ半導体シリコンカーバイドのバルク単結晶成長. 応用物理. 1995, vol.64, no.7, p.642-652.
- (6) Kato, T. et al. Materials Science and Engineering : B. The photoelastic constant and internal stress around micropipe defects of 6H-SiC single crystal. 1999, vol.57, p.147-149.
- (7) Ma, X. et al. Extended SiC Defects : Polarized Light Microscopy Delineation and Synchrotron White-Beam X-Ray Topography Ratification. Japanese Journal of Applied Physics. 2003, vol.42, L1077-L1079.
- (8) Blasi, R. et al. International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2017 (ICSCRM2017), WE.CP.7.
- (9) Kamata, I. et al. Materials Science Forum. Vols.645-648 (2010), p.303-306.
- (10) 竹中研介ほか. “複屈折観察による単結晶4H-SiC基板の結晶転位の評価”. 第63回応用物理学会春季学術講演会. 2016. 20a-H101-7.
- (11) 竹中研介ほか. “偏光顕微鏡を用いた複屈折観察による半導体単結晶基板の結晶転位の評価”. 先進パワー半導体分科会・

第3回講演会. 2016, P-35.

- (12) Kato, T. et al. International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2017 (ICSCRM2017), WE.BP.6.



竹中 研介

半導体デバイスの研究に従事。現在、国立研究開発法人 産業技術総合研究所 先進パワーエレクトロニクス研究センター（富士電機より出向）。応用物理学会会員。



俵 武志

SiC パワー MOSFET, SBD の研究・開発に従事。現在、国立研究開発法人 産業技術総合研究所 先進パワーエレクトロニクス研究センター（富士電機より出向）。



加藤 智久

SiC 単結晶成長・ウェハ加工技術の研究に従事。現在、国立研究開発法人 産業技術総合研究所 先進パワーエレクトロニクス研究センター研究チーム長。博士（工学）。応用物理学会ほか会員。





*本誌に記載されている会社名および製品名は、それぞれの会社が所有する
商標または登録商標である場合があります。