

Feature Article

アプリケーション

パワーデバイス向けSiCウェハの非破壊評価 光分析技術を用いたマイクロ～ナノスケールの欠陥検出

Non-Destructive Evaluation of SiC wafer for Power Device
Defect detection in μm ~ nm scale using optical analytical technique

中庸行

Nobuyuki NAKA

清水 智也

Tomoya SHIMIZU

馬場 洋樹

Hiroki BABA

沼田 朋子

Tomoko NUMATA

青山 淳一

Junichi AOYAMA

粟田 正吾

Shogo AWATA

畑山 智亮

Tomoaki HATAYAMA

省エネルギーを実現する半導体パワーデバイス向け材料の1つであるシリコンカーバイド(SiC)は、結晶欠陥の少ない高品質なウェハが量産されていないことからHVやEVへの導入が進んでいない。本研究の目的は、この課題に対して分析から検査にわたる最適なソリューションを提供することである。本稿では、堀場製作所の有する様々な技術をSiCウェハ中の結晶欠陥評価に適用した。レーザ散乱式欠陥検出により、約3 minで4 inchウェハ全面のサブミクロンオーダーの表面欠陥・異物を検出可能である。カソードルミネッセンス(CL)によるパンクロマティック像測定により、多岐に亘るウェハ最表面の結晶欠陥を確認し、フォトルミネッセンス(PL)寿命測定ではキャリア寿命に関して有効なデータを得た。さらに、CL像により検出された欠陥周辺の応力分布をラマン分光により評価できることを示した。

Power devices using Silicon Carbide (SiC) were already commercialized and stepping into mass production. But commercial SiC wafers have a problem which several types of defects still exist. Analysis techniques for a variety of defects are important because these defects make yield ratio of SiC device worse. In this work, we carried out complex analysis for sub-millimeter and nanometer scale defect and stress in epitaxial/bulk SiC wafer. Laser scattering method is able to detect defects of submicron size on a whole surface of wafer about 3 min / 4 inch wafer. Our original CL imaging system is capable of evaluating crystal defects of nanometer-size by sub-millimeter scale panchromatic image acquired in short time and Photoluminescence (PL) lifetime measurement helps us to understand carrier lifetime. Moreover, we reveal that Raman spectroscopy can evaluate stress distribution around defects detected in CL image non-destructively.

はじめに

シリコンカーバイド(Silicon Carbide: SiC)は、その耐熱性や優れた電気特性により、今までシリコンが一般的であった半導体デバイスの中でも、電気自動車、スマートグリッドなど耐熱性・大電流動作が必要な機器、高変換効率が重要な設備向けパワーデバイスへの適用が期待されている^[1]。しかし、市販のSiCウェハにはFigure 1に示す模式図のような積層欠陥(Stacking Fault: SF)、基

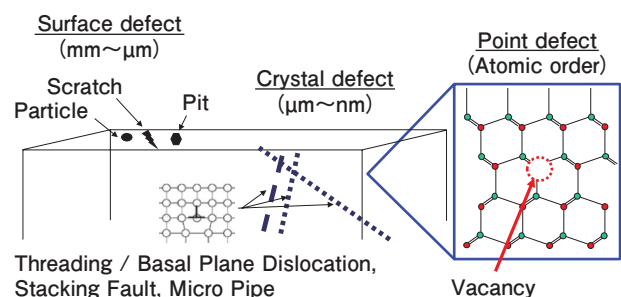


Figure 1 Schematic diagram of defect type in SiC wafer.

底面内転位(Basal Plane Dislocation : BPD), 貫通転位(Threading Dislocation : TD)などの結晶欠陥が高密度で存在している。これら欠陥は、デバイス動作中の絶縁破壊を引き起こす原因となることもあるため、産業上重要と考えられるMetal-Oxide-Silicon Field-Effect Transistor (MOS FET)などへの適用などは本格的になっていない。結晶欠陥密度を低減し、様々なタイプのデバイスへSiCウェハを使用するためには、より詳細な欠陥評価結果を結晶成長プロセスにフィードバックすることによって、ウェハ作製条件やデバイス作製条件などを最適化する必要がある。

我々の目的は、SiCウェハの結晶品質およびデバイス生産の歩留まり向上のために、新しい評価装置およびその手法を提供することである。SiCウェハ評価、とくに欠陥評価には、光を用いた分析技術が有効であることが知られているが^[1], HORIBAグループは数多くの光をベースとした分析技術を有しており、SiC評価のニーズに対して様々な分析技術を提供できるポテンシャルがある。本報告ではSiC評価、とくに4H-SiCのエピタキシャル膜付きウェハおよびバルクウェハの欠陥を、様々な非破壊分析手法で評価した結果を紹介する。具体的には、mm~ μm オーダの表面欠陥・異物に対してはレーザー散乱式欠陥検出技術、 μm ~サブ μm オーダの結晶欠陥にはカソードルミネッセンス(Cathodeluminescence ; CL), 格子欠陥やキャリア濃度など平均的な原子レベル欠陥にはフォトルミネッセンス(Photoluminescence : PL)寿命測定、さらにラマン分光による結晶欠陥部の応力評価結果である。中でも、これまで非破壊欠陥評価の報告が少ないSiCエピタキシャル膜および、バルクウェハのCL像測定によるnmオーダの転位欠陥観察に関しては有効なデータが得

られた。いずれの測定手法も、特殊なサンプル準備が不要であり、それぞれを組み合わせることによって非破壊で様々なスケールの結晶欠陥評価が可能となる。

評価方法および測定サンプル

評価方法

レーザー散乱式欠陥検出

特に、半導体プロセスのリソグラフィ工程で用いられるレティクル/マスク上の異物や欠陥を検出するために開発された株式会社 堀場製作所製 異物検査測定装置(PR-PDシリーズ)^[2]の光学系を、SiCウェハの欠陥検査測定に適用した。Figure 2にPR-PD2の外観を示す。本装置では、波長が488 nmのArレーザを用い、このレーザ光を測定面上にf θ レンズを用いて収束させながら、ガルバノメータを用いて測定面上で一次元走査し(Y方向)、同時に走査に垂直な方向(X方向)に一定速度で測定対象を移動させることで、測定対象物全面の測定を行っている。このとき、測定面上にレーザ光を散乱する物体があれば散乱光が発生するが、散乱光は集光レンズを用いて光電子増倍管(PMT)に集光される。PR-PD2はこのPMTの電気信号の変化を異物あるいは欠陥として検知している。本測定に用いた光学系は、ガラス面上クロム膜に形成された0.3 μm 以下のピンホールを感知できる性能を有する。

カソードルミネッセンス(CL)

電子線励起による物質の発光現象をカソードルミネッセンス(CL)と呼ぶ。このCL光は分光器を用いてスペクトルとして測定することで、物質の構造や結晶欠陥を評価することができる^[3]。ハードウェアは、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscopy : SEM)のサンプル室

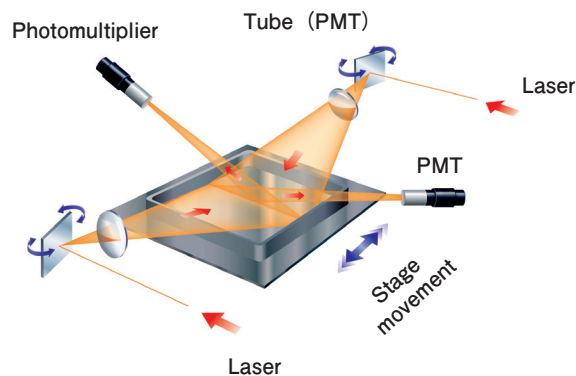


Figure 2 Apparatus and Optical configuration of particle/defect detection (PR-PD2).

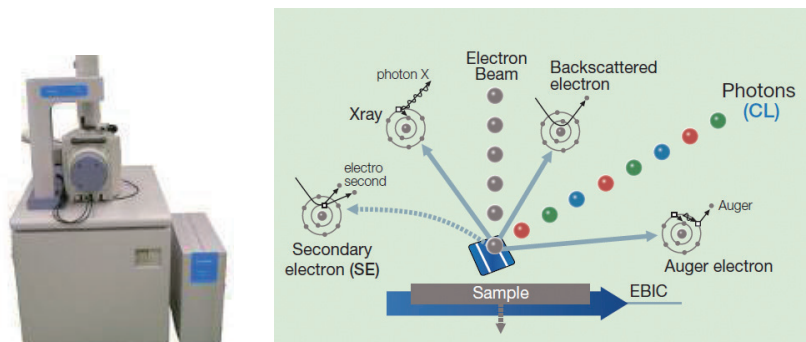


Figure 3 Imaging CL system(DF-100)and light emitting by electron beam irradiation.

である真空チャンバ内に、集光光学系とともにチャンバポートに分光器および検出器を取り付けた構成が一般的である。サンプル自動駆動ステージを用いたCLマッピング測定では、欠陥部と未欠陥部との発光スペクトル強度が異なることを利用し、二次元的に欠陥部を特定できる。本稿で用いたCL装置は、Figure 3に示す株式会社 堀場製作所製 Imaging CL DF-100である。本CL装置は、スペクトル測定用CL装置と比べて、比較的高速にパナクロマティック(分光せずにすべてのCL光を検出する)画像を取得することで、欠陥のない領域とある領域との発光強度の違いにより欠陥位置やその種別を短時間で評価できる。これは、信号処理速度を向上させた電気系の採用により、電子走査における1 pixelあたりの電子線照射時間を10 ns以下と短く設定できることによる。また、電子線照射時間を短くすることで、キャリア拡散を押さえて発光領域を小さくし、高い測定空間分解能による測定を可能とした。本装置は測定条件によるが、0.5 mm角領域をサブ μm オーダの空間分解能で数10分で測定することも可能である。本測定は、加速電圧10 kV、電流値1.0 nA、室温にて実施した。なお、CLスペクトル測定には分光測

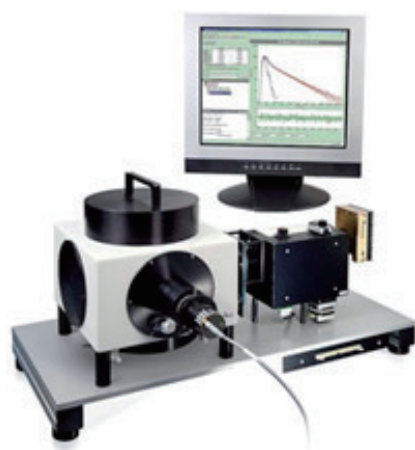


Figure 4 Apparatus of fluorescence life time measuring system (FluoroCube 5000U).

定が可能な株式会社 堀場製作所製 MP-Micro-Sを用いた。

フォトルミネッセンス(PL)寿命

ピコ秒レーザー光により励起するPL強度の時間変化を測定して得られる電子-正孔対再結合寿命測定は、半導体中の残留キャリア濃度や欠陥密度等の半導体の結晶性評価に有効である。PL寿命測定では、時間電圧変換器(Time-to-Amplitude Converter : TAC)方式を

採用したHORIBA Jobin Yvon製FluoroCube 5000Uを用いた。Figure 4は装置の外観である。TAC方式とは、光源からパルス光が発生されたタイミングをスタート、その励起光子によって発生したPL光子が検出器に到達したタイミングをストップとし、その時間に蓄積された電荷量を電圧に変換する方式であり、この時間をヒストグラム化し、得られた発光の減衰曲線に対応するフィッティングカーブを求めてPL寿命を算出する。本稿の測定は、波長355 nm、パルス幅592 psのパルスレーザーを光源とし、室温、低注入とみなせる条件にて行った。

ラマン分光

分子あるいは結晶振動に起因して得られるラマン散乱光を測定することにより、物質の構造や性質を評価する分析手法をラマン分光法と呼ぶ。励起光としてレーザーを物質に照射した際に、そのレーザー光の波長(エネルギー)と異なる波長の光が放出される現象がラマン散乱であり、この散乱光を分光器を用いてスペクトルとして測定することで、物質の分子格子構造に関する知見を得る事ができる。半導体のラマンスペクトルは、比較的鋭いピークを有する形状となり、そのピークシフトの相対位置から物質内の応力・ひずみを評価することができる。

Figure 5は顕微レーザーラマン分光装置であるHORIBA Jobin Yvon製LabRAM HR Evolutionの外観である。



Figure 5 Apparatus of Raman scattering measuring system (LabRAM HR Evolution).

Table 1 Main specification of SiC wafer (Size : 4inch).

Sample	Wafer type	Surface	Crystal axis	Dopant conc. (cm ⁻³)	Polished surface	Thickness (μm)
Sample A	4H-SiC Epitaxial film on bulk	Si	[11-20] 8° off	4 × 10 ¹⁴	One side	20
Sample B	4H-SiC bulk	Si	[11-20] 4° off	>1 × 10 ¹⁸	Both side	—
Sample C	4H-SiC bulk	Si	[11-20] 8° off	>1 × 10 ¹⁸	One side	—

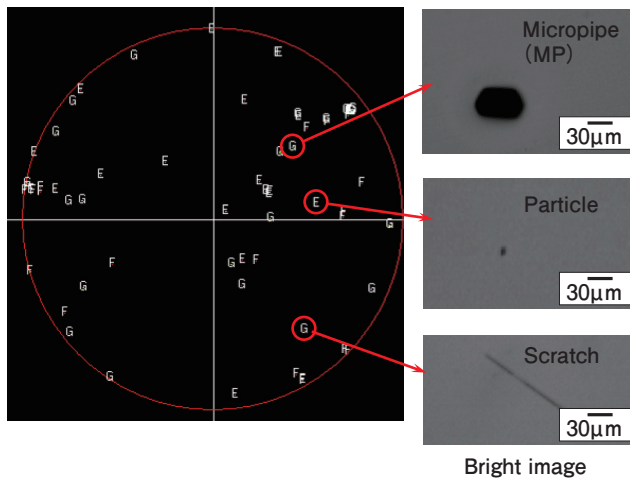


Figure 6 Particle/Defect detection result of Sample B (Bulk wafer).

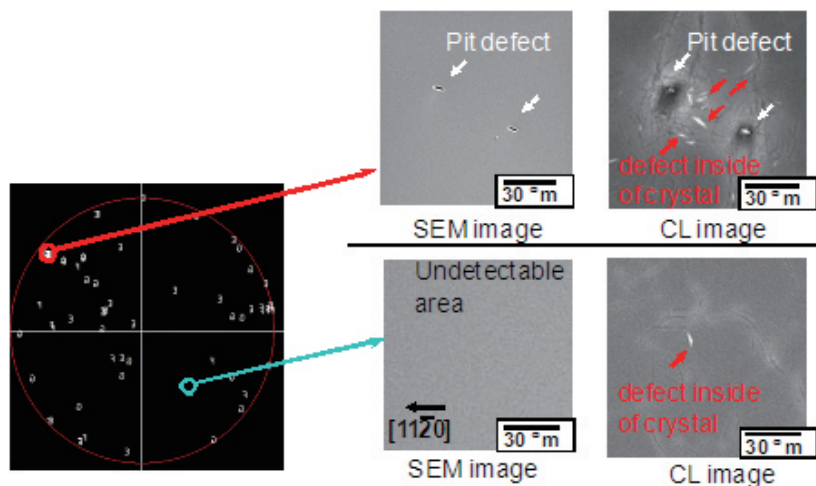


Figure 7 Particle/Defect detection result and CL image of Sample C (Bulk wafer).

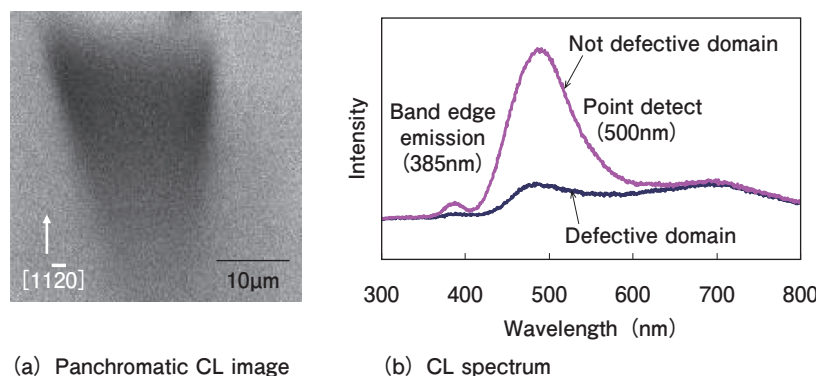


Figure 8 CL image and CL spectrum for stacking fault of Sample A (Epitaxial wafer).

本測定では励起光にArレーザ(488 nm)を用いて室温、後方散乱配置にて行った。

測定サンプル

測定サンプルは, Sample A, BおよびCとして4H-SiCエピタキシャルウェハ, および2つの4H-SiCバルクウェハを用いた。ウェハ仕様をTable 1に示す。いずれもウェハサイズは4インチである。

結果と考察

表面欠陥および結晶欠陥評価

Figure 6に, レーザ散乱式欠陥検査装置PR-PD2による欠陥測定結果を示す。サンプルはバルクウェハSample Bであり, 本データは4インチウェハ全面を3分で測定したものである。同Figureより, 数μm~数10 μmサイズのマイクロパイプ, パーティクルやスクラッチといった欠陥, 異物が検出され, 検出された欠陥, 異物の総数は73個であ

った。さらに, バルクウェハSample CのPR-PD2による欠陥測定結果およびCL像測定結果をFigure 7に示す。本サンプルでは, Sample Bの欠陥に加えて数μmサイズの表面上ピットが観察された。また, 本サンプルに対してピット周辺のCL像測定を実施し, ウェハ表層部の欠陥観察を試みた。同Figureより表面の欠陥のみならずピット周辺のウェハ内部には, SEM像では観察されなかったピットを起点とした線状の欠陥が多数存在することがわかる。また, 同じウェハ内でSEM像ではまったく欠陥が見られなかった領域においても, CL像では結晶粒界と考えられるラインや欠陥が観察された。

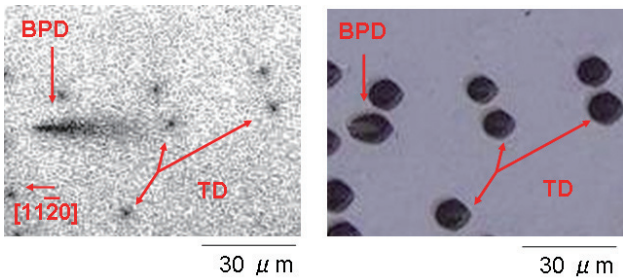
このようなCL像による欠陥評価は, 次に示すようなスペクトル強度の変化を捉えることで得られる。

Figure 8(a)および(b)に, エピタキシャルウェハSample AのCL像測定結果およびCLスペクトルを示す。同Figureに示すように, SEM像では何も観察され

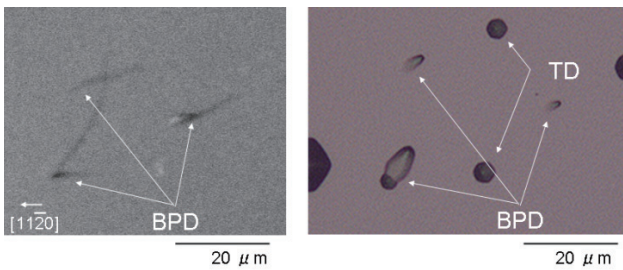
なかった領域において、CL像では台形状の像が存在することが確認された。これは表面近傍に存在する積層欠陥と推定される。**Figure 8(b)**に示すこの領域のCLスペクトルから、欠陥のない領域では385 nm付近のバンド端発光と、500 nm付近から残留不純物および点欠陥に起因すると推定される強い発光を確認できるのに対して、積層欠陥領域ではスペクトル強度が弱いことがわかる。すなわち、これらのスペクトル強度の違いが欠陥像とし

て得られていると言える。

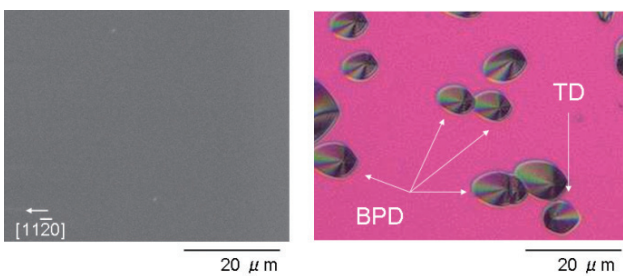
Figure 9(a)および**(b)**にエピタキシャルウェハSample AのCL像および溶融塩KOHエッチング後の明視野像を示す。なお、KOHエッチング後に表面観察するエッチピット法は、SiCウェハの精度の高い欠陥評価方法として知られている^[4]。SEM像ではスクラッチ等が観察されなかった平滑な領域において、CL像ではダークラインおよびダークスポットが観察された。このCL像におけるダークラインの起点において、エッチング後の明視野像ではシェルピットが観察された。また、CL像におけるダークスポットと同一箇所において、エッチング後の明視野像では六角形ピットが観察された。溶融塩KOHエッチングによって形成されるシェルピットは基底面内転位(BPD)に、六角形ピットは貫通転位(TD)に対応していることが報告されており^[4]、CL像におけるダークラインはBPDに、ダークスポットはTDに対応していることが確認された。これまでにPL像測定による転位欠陥観察像は報告されてきたが^[5]、CL像測定による転位欠陥観察像は報告されていなかった^[6]。本CL像測定では、測定時の信号処理速度を向上させ電子線照射時間を短くしたことにより、電子線照射部で拡散されるキャリアが少なく発光領域が小さくなるため、BPD、TDに関して高いコントラストで転位欠陥観察像が得られたと考えられる。



(a) Panchromatic CL image (b) Optical image after KOH etching
Figure 9 Defect evaluation result of Sample A (Epitaxial wafer).



(a) Panchromatic CL image (b) Optical image after KOH etching
Figure 10 Defect evaluation result of Sample B (Bulk wafer).



(a) Panchromatic CL image (b) Optical image after KOH etching
Figure 11 Defect evaluation result of Sample C (Bulk wafer).

Figure 10(a)および**(b)**にバルクウェハであるSample BのCL像および溶融塩KOHエッチング後の明視野像を示す。SEM像ではスクラッチ等が観察されなかった平滑な領域において、CL像ではダークラインが観察された。CL像におけるダークラインの起点において、エッチング後の明視野像ではシェルピットが観察された。すなわち、このダークラインはBPDに対応していると言える。これまで非破壊欠陥評価の報告が少ないSiCバルクウェハについても、本CL像測定では高いコントラストにてBPD観察が可能になったと考えられる。一方、エッチング後の明視野像の六角形ピットと同一箇所におけるCL像においてダークスポット、すなわち、TD観察像は得られなかった。

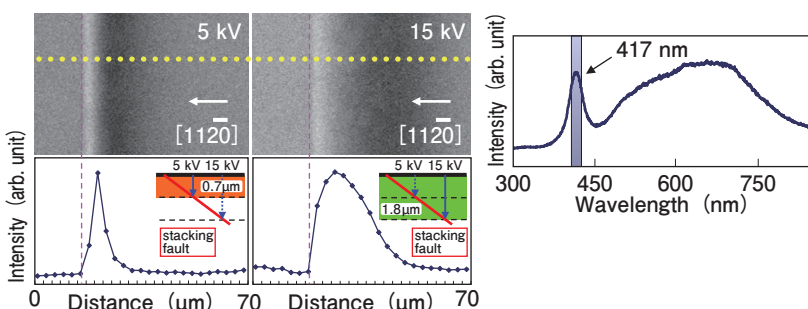


Figure 12 Evaluation result in depth direction for stacking fault of Sample B (Bulk wafer).

Figure 11(a)および**(b)**にバルクウェハであるSample CのCL像および溶融塩KOHエッチング後の明視野像を示す。SEM像およびCL像では何も観察されない領域において、明視野像では、BPD、

TDが観察された。これまでに、高密度の点欠陥 $Z_{1/2}$ センターは、キャリア寿命減少の原因となり、PL像測定における欠陥観察像のコントラストを低下させることが報告されている^[6]。今回のCL像測定においても、バルクウェハであるSample BおよびSample Cは不純物濃度が高くキャリア寿命が短かったため、転位欠陥観察像のコントラストが低く、CL測定により観察が困難な欠陥が存在することが推定される。

つづいて、CL測定における深さ方向分解能を検討した結果を示す。バルクウェハSample Bに電子線の加速電圧を変えてCL像測定した結果および本ウェハのCLス

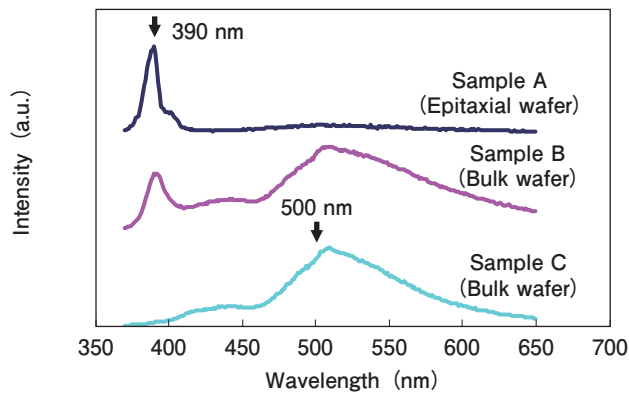


Figure 13 Fluorescence spectrum of Sample A, B and C.

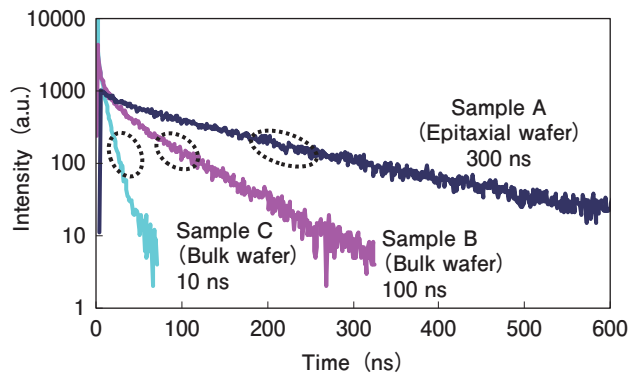


Figure 14 Lifetime curve of Sample A, B and C.

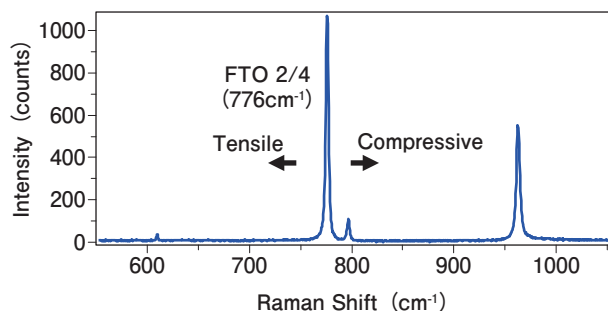


Figure 15 Raman spectrum of Sample B(Bulk wafer).

ペクトルをFigure 12に示す。同Figureは加速電圧5 kVおよび15 kVのCL像と、積層欠陥領域で高い強度を有する417 nm付近のスペクトル^[7]の一次元強度分布である。ダークエリアの(112-0)方向の長さから、電子線の侵入深さを求めると、5 kVのときで0.7 μm 、15 kVのときで1.8 μm となった。すなわち、加速電圧を変えることで得られる深さ方向を制御することが可能と言え、本データはCL測定はサブ μm オーダの表層欠陥観察について有効であることを示している。

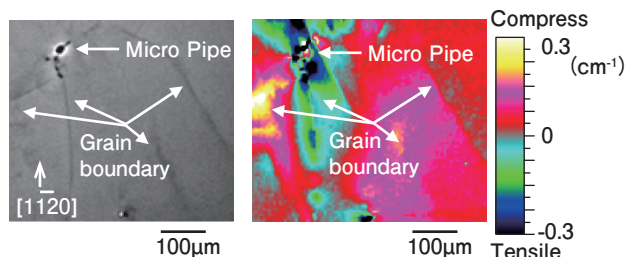
レーザ散乱式の欠陥検出技術やCL測定技術はSiCの非破壊欠陥評価方法として有効であることが分かる。特に、本CLイメージング装置を用いたサブ μm オーダの測定空間分解能の測定により、結晶欠陥位置およびその種別を正確に特定できる。一方で、エピタキシャルウェハとバルクウェハで明瞭に確認できる欠陥種別が異なることも確認された。これは、不純物濃度の違いに起因すると考えられ、他手法を用いた不純物濃度評価などとの組み合わせた考察が重要と考えられる。

キャリア寿命評価

前節で考察されたウェハの違いすなわち、不純物濃度によるCL発光の違いを詳細に検討するために、PL寿命測定によるキャリア寿命評価をおこなった。Figure 13にサンプルA, B, CのPLスペクトルを示す。サンプルAでは主に390 nmのバンド端発光、サンプルBおよびCでは、バンド端発光に加え、500 nmをピークとする長波長側にブロードなスペクトルが観察された。サンプルA, B, Cの390 nmバンド端発光におけるPL寿命測定の結果をFigure 14に示す。同Figureより、サンプル間で明らかに異なる寿命成分が観察でき、破線部分内の領域にて1/eキャリア寿命を算出すると、サンプルAでは300 ns、サンプルBでは100 ns、サンプルCでは10 nsとなった。今回の測定は、低注入条件にて行っており、得られた値は少数キャリア寿命とみなせる。これまでにKleinらにより、キャリア寿命と点欠陥 $Z_{1/2}$ センター密度との相関が報告されており、キャリア寿命がサンプルAの300 nsからサンプルCの10 nsと短くなると、 $Z_{1/2}$ センターの密度が高くなっていると推定される^[8]。

欠陥周辺の応力評価

本節では、CL像で確認された欠陥部をラマン分光により



(a) Panchromatic CL image (b) Raman peak shift map

Figure 16 CL image and stress evaluation result of Sample B (Bulk wafer)

応力評価した結果について示す。4H-SiCバルクウェハBのラマンスペクトルをFigure 15に示す。ラマンスペクトルのピークシフトは格子に印加されている応力と相関関係があり、フォノン($\text{FTO}_{2/4}$)ピークのシフト量を求めることで、結晶中の応力変化を調べることができる^[4]。

Figure 16(a)および(b)に、バルクウェハSample BのCL像およびこの領域においてラマン分光測定を実施して得られたフォノン($\text{FTO}_{2/4}$)ピークシフト分布を示す。同Figure 16(a)CL像より、Sample Bには直径10 μm 以上の空孔を伴う欠陥およびその周辺に線状の欠陥が観察された。空孔を伴う欠陥はマイクロパイプ(MP)であり、線状の欠陥は結晶粒界(Grain Boundary: GB)と考えられる^[9]。このGB部分と対応した位置にフォノンピーク周波数変化が生じていることが同Figure 16(b)からわかる。MP近辺には強い引張応力や圧縮応力が生じており、MP近傍のGBには急峻な応力分布があると言える。この結果は、SEM像で欠陥が観察されない領域においても、内部で欠陥がある場合にはウェハ内部で応力分布が存在する可能性があることを示唆している。

まとめ

HORIBAグループが有する様々な光分析技術を用いたSiCの欠陥評価について紹介した。SiCの本格的な市場導入には、とくに欠陥検査技術のさらなる高感度化が必要になると考えられる。今回はウェハレベルの評価について紹介したが、高信頼性が求められるパワーデバイスという観点からは、今後デバイスレベルでシリコンデバイスとは異なる物性評価や欠陥検出についても重要な技術になる。HORIBAグループは、SiC研究やデバイス開発に関係する方々と連携を取りながらSiCの本格導入に寄与できる技術開発を行い、パワーデバイスの発展に寄与したいと考えている。

参考文献

- [1] 松波弘之, 他: 半導体SiC技術と応用(日刊工業新聞社, 2011)
- [2] 神崎豊樹: HORIBA Technical Reports Readout(2005)
- [3] R. Sugie, et al., *Mater. Sci. Forum*, 600-603, **353**(2009).
- [4] H.Matsuhata, et al., *Mater. Sci. Forum*, 600-603, **309**(2009).
- [5] G.Feng, et al., *J. Appl. Phys.*, **110**, 33525(2011).
- [6] S.I.Maximenko, et al., *Appl. Phys. Lett.*, **94**, 92101(2009).
- [7] B.Chen et al., *Appl. Phys. Lett.*, **93**, 33514(2008).
- [8] P.B.Klein, et al., *Appl. Phys. Lett.*, **88**, 52110(2006).
- [9] M.Tajima, et al., *Appl. Phys. Lett.*, **86**, 61914(2005)



中庸行

Nobuyuki NAKA

株式会社 堀場製作所
開発本部 アプリケーション開発センター
科学・半導体開発部 マネージャー
博士(工学)



清水 智也

Tomoya SHIMIZU

株式会社 堀場製作所
開発本部 アプリケーション開発センター
科学・半導体開発部



馬場 洋樹

Hiroki BABA

株式会社 堀場製作所
開発本部 アプリケーション開発センター
科学・半導体開発部



沼田 朋子

Tomoko NUMATA

株式会社 堀場製作所
開発本部 アプリケーション開発センター
科学・半導体開発部



青山 淳一

Junichi AOYAMA

株式会社 堀場製作所
開発本部 先行開発センター
博士(理学)



粟田 正吾

Shogo AWATA

株式会社 堀場製作所
開発本部 先行開発センター
博士(工学)



畑山 智亮

Tomoaki HATAYAMA

奈良先端大学院大学
博士(工学)