

平成 20 年度修士学位論文

**Below-gap 励起蛍光法による SiC  
の結晶欠陥評価**

**Characterization of Crystallite Defects in SiC  
by Below-Gap-Excitation Luminescence**

東京大学大学院工学系研究科

電子工学専攻 田島研究室

76436 磯野秀明

指導教員： 田島道夫 教授

# — 目次 —

<b>1. 序論</b> .....	1
1.1. はじめに .....	1
1.2. 本研究の背景および目的 .....	1
1.3. 本章のまとめ .....	2
<b>2. 半導体 SiC</b> .....	3
2.1. SiC 結晶構造 .....	3
2.2. SiC の性質 .....	4
2.3. SiC の結晶成長 .....	5
2.4. 結晶欠陥 .....	7
2.5. 本章のまとめ .....	8
<b>3. 測定原理および装置</b> .....	9
3.1. フォトルミネッセンス法の原理 .....	9
3.2. 励起スペクトル .....	11
3.3. スペクトル表示 .....	12
3.4. 実験装置 .....	12
3.5. 測定試料 .....	15
3.6. 本章のまとめ .....	16
<b>4. 結果および考察</b> .....	17
4.1. PL/PLE 分光による欠陥準位の解析 .....	17
4.2. PL トポグラフによる欠陥検出 .....	29
<b>5. 結論</b> .....	40

**謝辞**

**本研究に関する発表文献**

## 1. 序論

### 1.1. はじめに

近年、地球温暖化問題などによる省エネ技術への意識の高まりに伴い、電力の変換や制御を高速に効率よく行うための技術であるパワーエレクトロニクスが注目を集めている。特に自動車(電気自動車、ハイブリッドカー)や太陽電池などの『エコ』な製品をはじめ、電気を使う様々な分野でその応用が期待されている。しかし現在用いられているシリコン(Si)を用いた半導体素子は、Si の材料物性的な限界によって性能の向上が困難になってきている。そこで、パワーエレクトロニクス装置の性能向上のため、物性的に Si を超える性質をもつワイドバンドギャップ半導体(ガリウムナイトライド、シリコンカーバイド:SiC、ダイヤモンド)を使う研究が盛んに行われている。

SiC パワーデバイスでは Si デバイスの性能を大きく超えた高性能のデバイスが期待できる。既にダイオードやFETでその高い性能を持ったデバイスが数多く発表されている。SiC パワーデバイスを用いれば、電気エネルギーの低損失変換に加えて、高温動作が可能であることから水冷から空冷システムへの変更によるモジュールの小型・軽量化、高信頼性化が可能となる。SiC デバイスの実用化によって自動車・コンピューター(CPU 電源)・産業機器(インバータ)といった分野では2020年には石油換算で407万klの省エネ効果が有ると言われている[1]。これは2020年における省エネ目標値5600万kl(石油換算)の7.3%に相当する。

SiC は他の化合物半導体やダイヤモンド半導体と比べると、単結晶成長技術、プロセス技術、デバイス技術で先行しているため、最も実用化に近い位置にいるとされるが未だ残された課題も多い。結晶成長に関しては、SiC バルク単結晶におけるマイクロパイプと呼ばれる中空状の貫通欠陥は、デバイスの動作上論外の欠陥であるため、その低減が長年叫ばれてきた。近年、漸くその解決の方向性が示され、極めてマイクロパイプ密度の低い単結晶基板が発表されている。現在、結晶開発者、デバイス開発者の関心は転位欠陥の低減に移りつつあるが、SiC 結晶中の転位欠陥の挙動についての知見は未だ十分とはいえず、各種転位の発生、伝播等のプロセスが結晶成長プロセス中にどのように起こっているのか、また転位欠陥のデバイスへの影響の有無や、転位密度との比較など、SiC 基板ウエハーの結晶品質の分野に限っても残されている問題は多い。

### 1.2. 本研究の背景および目的

SiC の実用化には結晶中の欠陥の解析やその低減が課題である。従って結晶中の構造欠陥の精密評価は必須である。評価技術としては必要とされている条件は、非破壊、高速かつ高感度であることである。非破壊、特に特別な処理無しに測定することが出来れば結晶成長からデバイス化の各プロセスごとの測定も可能であり、プロセスの解析・改善のために非常に有効である。また、高速であればプロセスごとの評価や測定するサンプル数を増やすことが出来、研究開発のスピードが加速している現代では非常に有効である。本研究では、非破壊、高速、高感度という条件を満たし、近年 SiC の評価手法として注目を集めているフォトルミネッセンス(PL)法を用いて、6H-SiC ウエハーの

評価を行った。半絶縁性 6H SiC についてはバナジウム添加のものはバナジウムの PL (0.9 eV) が、アンドープのものはシリコン空孔関連の PL (1.3 eV) が観察され、またそれぞれの発光が転位の分布と強い相関が有ることが報告されている[2]。しかしそのほかに起源不明の PL (1.2 eV) が支配的である試料があり、その発光の起源が明らかとなっていなかった[3]。そこで、この 1.2 eV の発光について、(1)発光起源を明らかにする、(2)他の発光同様に欠陥との相関が有るかを明らかにすることを目的とした。さらに加えて(3)1.2 eV 発光、1.3 eV 発光を利用した転位欠陥の検出手法の高度化に取り組んだ。

本論文は第 1 章～第 5 章で構成されており、第 1 章は背景、第 2 章は SiC の基本的な特性などについて述べ、第 3 章では実験の原理、測定で用いた装置・サンプルを紹介し、第 4 章では測定結果及び考察を行い、第 5 章で結論とした。

### 1.3. 本章のまとめ

本章では SiC 開発の社会的背景や実用化の展望、また開発の現状を述べた。そして本研究の背景と目的を示し、最後に本論文の構成を示した。

### 参考文献

- [1] 平成 15 年度 新エネルギー・産業技術総合開発機構委託業務 調査研究報告書 SiC 半導体／デバイス事業化・普及戦略に関わる調査研究, 新機能素子研究開発協会 (2004)
- [2] E. Higashi, M. Tajima, N. Hoshino, T. Hayashi, H. Kinoshita, H. Shiomi, S. Matsumoto, *Materials Science in Semiconductor Processing* **9**, p53 (2006)
- [3] N. E. Korsunskaya, V. Kushnirenko, I. Tarasov, and S. Ostapenko, *phys. stat. sol. (c)* **2**, No. 6, p1892 (2005)

## 2. 半導体 SiC

本章では SiC の結晶構造とその性質について示す。また SiC 結晶の製造方法や結晶中に存在する欠陥の影響について説明する。

### 2.1. SiC の結晶構造

SiC は原子対あたり 8 個の価電子を持った一連の二元化合物  $A^N B^{8-N}$  の一つで、それぞれ原子の周りに異なる4個の最近接原子が正四面体配位をしている構造をもつ。Si と C はいずれも IV 族原子であるから、それらの間の結合は基本的には共有結合性であるが、Si が C よりも電気陰性度が大きいことから約 18% のイオン性を持つ。このため、SiC は Si と C が 1 対 1 の定比化合物である。これは同じ IV-IV 族化合物の組み合わせである SiGe が完全な共有結合性で、全組成域で混晶を作ることと大きな違いがある。Si と Ge の原子半径がそれぞれ 111, 125 pm と Si に対して Ge が 13% の大きいだけなのに対して、C の原子半径は 70 pm であり C は Si に対して 37% も小さい。したがって SiGe との違いはヒューム・ロザリーの法則により原子半径の差が 15% を超えるとほとんど固溶しなくなることから説明できる。

Si-C 正四面体の配列方法に六方最密充填構造と立方構造があり、六方細密充填構造では、さらに層の積重なり(繰返し周期)の違うものが数多く存在し、200 種類以上の結晶多形(ポリタイプ)が知られている。SiC のポリタイプのうち重要なのは 3C, 4H, 6H である。ここで 3C 等を表記したのは、ポリタイプの表記において一般的な Ramsdell 表記法である。数字は何層で同じ構造が表れるかという積層の周期を表し、アルファベットは結晶系を表す単語の頭文字 (Cubic: 立方晶系、Hexagonal: 六方晶系)を表している。立方晶系は 3C のみで、これを  $\beta$ -SiC、その他をまとめて  $\alpha$ -SiC と呼んでいる。図 2.1 に六方晶系の面方位を示す。また図 2.2 に、デバイス応用で最も研究が進んでいる 3C, 4H, 6H について、(11-20)面から見た原子配列を示す。3C 構造では原子層が同じ方向に積層しているが、4H と 6H では積層の方向が逆になる部分があり、折り返されている。このように折り返されている部分を h サイトという。

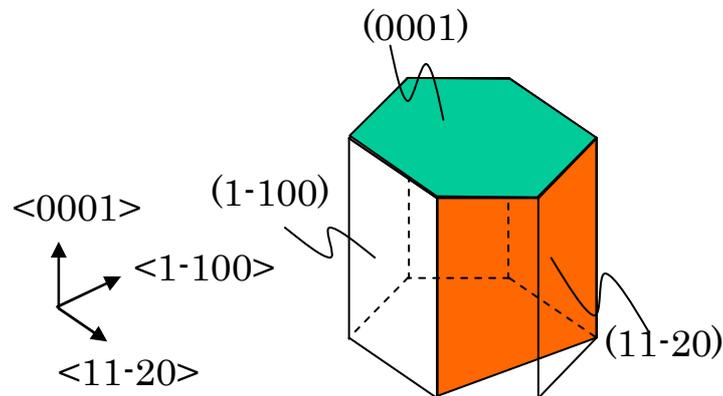


図 2.1. 六方晶の面方位.

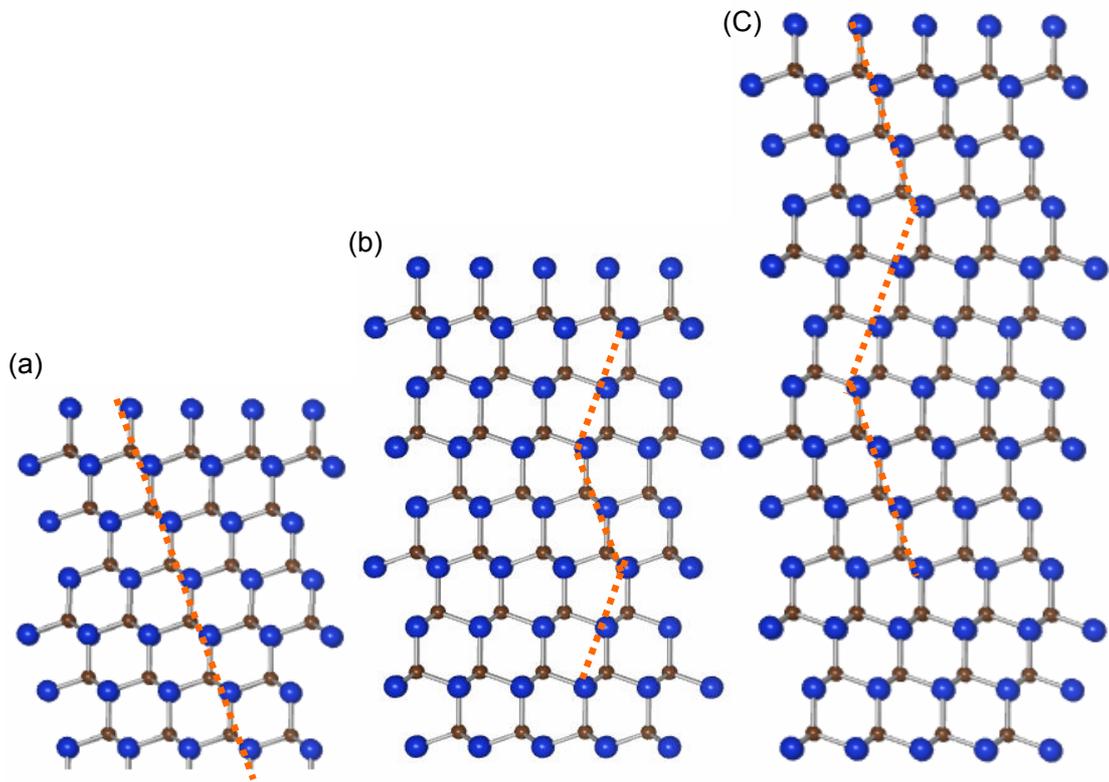


図 2.2. SiC の結晶構造(a)3C、(b)4H、(c)6H.

## 2.2. SiC の性質

本節では SiC の性質について説明する。SiC はポリタイプによってバンドギャップ、誘電率などの物性が異なる。いずれのポリタイプも伝導帯の底は  $\Gamma$  点に無く、間接遷移型半導体である。バンドギャップはポリタイプによって異なり、室温で 2.2 eV(3C)、3.3 eV(2H)の間にある。

数多くの SiC ポリタイプの中で、現在最もデバイス応用に適していると考えられているのは 6H、4H-SiC である。この理由として、電子移動度、禁制帯幅や絶縁破壊電界が大きいこと、電気伝導の異方性が小さいこと、ドナーやアクセプタ準位が比較的浅いことなどが挙げられる。表 2.1 に 4H-SiC、6H-SiC、Si、GaN の主な物性値とそれを基に計算した Johnson の性能指数を示す (Si の値で規格化している)。表のように、いわゆるワイドバンドギャップ半導体は優れた素子特性を有するが、SiC は他のワイドバンドギャップ半導体と違って、*p* 型および *n* 型の伝導性が容易に制御できることや、Si と同様に熱酸化で Si 酸化膜が得られ、素子構造においても Si のモデルを流用できることなどの特徴を持ち、単結晶技術、プロセス技術、デバイス技術において先行していることから実用化に最も近い位置にあるとされる。

SiC ウェハの用途としては、導電性のは光デバイスの基板、パワーデバイスの基板として、また半絶縁性のは高周波デバイス用の基板として考えられている。特に 6H-SiC は GaN デバイス用の基板として 4H-SiC は SiC デバイス用の基板として用いられる。

表 2-1. 4H-SiC、6H-SiC、Si、GaN の主な物性値、性能指数.[1]

	4H-SiC	6H-SiC	Si	GaN
禁制帯幅 (eV)	3.2	3.0	1.12	3.42
電子移動度 ( $cm^2 / Vs$ )	1000	600	1350	1200
絶縁破壊電界 (MV/cm)	3.5	3.0	0.3	2.6
飽和ドリフト 速度(cm/s)	$2.7 \times 10^7$	$2.0 \times 10^7$	$1.0 \times 10^7$	$2.7 \times 10^7$
熱伝導率 (W/cmK)	4.9	4.9	1.5	1.3
Johnson の 性能指数	990	400	1	550

## 2.3. SiC の結晶成長

本節ではバルク SiC の成長方法について説明する。

### 2.3.1. 改良レーリー法

SiC は、2830 °C で黒鉛と炭素を含有した Si 融液に分解する。従って SiC 融液からの液相成長は原理的に適応できない。また、Si 融液中の炭素溶解度が小さいために、Si 溶液からの単結晶成長も困難である。従って SiC のバルク単結晶成長には常に気相成長が用いられてきた。SiC は古くから工業的にアチソン法で人工合成されてきた。アチソン法は現在でも研磨粉作製には用いられている。この方法は、SiO<sub>2</sub> と炭素源を 2000 °C 以上の高温で加熱して SiC 粉末を生産する手法である。レーリー法は、純度の良い結晶成長法として初めて試みられた昇華再結晶法であって、黒鉛坩堝内で原料の SiC 粉末を昇華させ、低温部に再結晶させる方法である。これらの方法では、最大でも 10~15 mm 程度の結晶しか得られず、半導体デバイス用途の生産に適するものではなかった。

現在、大型の SiC 単結晶成長に用いられている方法は、レーリー法を応用した改良レーリー法と呼ばれる方法である。この方法は準閉鎖空間で原料から昇華した Si と C からなる蒸気が、Ar などの不活性ガス中を拡散し、原料より温度の低い種結晶上に過飽和となって凝結するというものである。従って、結晶成長速度は原料の温度と系内の温度勾配、圧力によって決まる。図 2.3 は改良レーリー法の模式図である。黒鉛製坩堝はアルゴンで雰囲気制御された空間内で高周波により誘導加熱

される。温度勾配は、黒鉛坩堝を加熱する高周波コイルの配置により付加することができる。

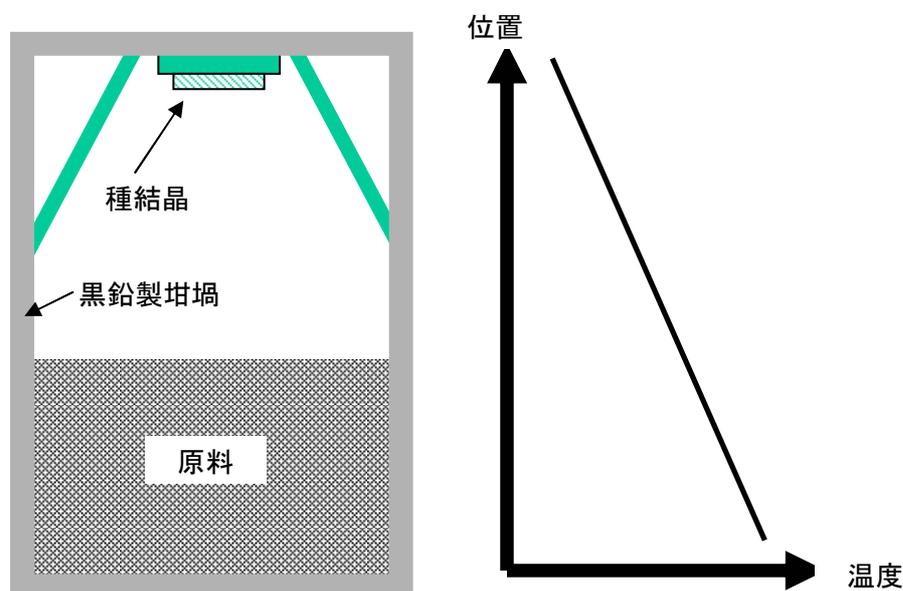


図 2.3. 改良レーリー法の模式図.

改良レーリー法の技術的に困難な点としては 2000 °C 以上という光でエネルギーが伝搬する高温においては、絶対温度だけではなく、温度差を制御することが困難であり、成長速度の再現性、ならびにインゴット径方向の温度勾配の再現性を得ることが困難である。また、種結晶自体の品質が悪いと、成長した結晶もその品質を遺伝のように引き継ぐので、種結晶は品質の良いものを選択する必要がある。種結晶の欠陥の減少については何世代にもわたって少しずつの改良をしなければならぬ。

大口径化については、図にあるようにふた部分にテーパをつけることで種が取り付けられている坩堝の内径をすこずつ大きくすることにより実現される。ただし、口径が大きくなるにつれ、径方向の温度制御はさらに重要になり、またウエハー加工・平坦性の確保も難しくなってゆく事など技術的に難度が高い。

### 2.3.2 改良レーリー法以外の成長法

閉鎖空間で気相からバルク単結晶を成長する改良レーリー法は、Si に代表される融液成長法、光学結晶等に用いられている溶液成長法に比べ、結晶成長の科学的・技術的課題が多い。そのため、改良レーリー法にかわる SiC 単結晶成長法、SiC 単結晶基板製作技術の検討がなされている。代表的なものを以下に示す。

•LPE (Liquid-phase epitaxy)

Si 融液にカーボンを融解させ、種結晶上で結晶成長させる。結晶成長速度を大きくするために、高温・高圧環境を利用してカーボン溶解度を高めるなどの検討がなされている。[2]

•HTCVD(High temperature chemical vapor deposition)

CVD の基板温度を 1800-2300 °C と高温にすることで、結晶成長速度を上げ、CVD 法でバルク結晶を作製する。原料をガスで供給するため、改良レーリー法と比べて高純度化に優れている[3]。

•CVD (Chemical vapor deposition)

特に立方晶 (3C) 基板作製技術として検討されている。Si 基板上に熱 CVD により成長させる。この際、Si 表面を溝加工することで欠陥低減を図っている。成長後 Si 基板を除去し 3C-SiC 基板としている[4]。

## 2.4. 結晶欠陥

半導体結晶の結晶性改善のための欠陥制御には、欠陥の種類およびその特性を知る必要がある。半導体結晶中に存在する主な構造欠陥は、

- (a) 点欠陥 (原子空孔、格子間原子、置換型および侵入型の不純物原子)
- (b) 線欠陥 (刃状転位、らせん転位)
- (c) 面欠陥 (積層欠陥、双晶)

である。現在、SiC では、デバイス特性と構造欠陥の関係の解明が求められており、特に転位および積層欠陥の議論が多くなされている。

SiC 結晶中の転位は、転位線方向が<0001>方向の貫通転位とこれに垂直な面である基底面 (0001) 面上の基底面転位 (Basal plane dislocations: BPD) に大別される。表 2.2 に六方晶系 SiC 単結晶でこれまでの結晶性評価で観測される転位についてまとめる。マイクロパイプはデバイス性能への影響が非常に大きい、近年低減が進んでいる。貫通らせん転位はマイクロパイプの低減化により、欠陥制御の次の課題の一つとして注目を集めており、高耐圧デバイスなどの劣化の原因とも言われている。

基底面転位はデバイス動作時に積層欠陥の発生サイトとなりデバイス性能を劣化させる原因として、積層欠陥とともに大きな課題と考えられ、盛んに研究されている。

表 2.2. 六方晶系 SiC で観測される転位.

転位	転位線方向	すべり面	バーガースベクトル
貫通らせん転位	$\langle 0001 \rangle$	-	$\langle 0001 \rangle$ : 6H $\langle 0001 \rangle$ またはその 2 倍: 4H
マイクロパイプ	$\langle 0001 \rangle$	-	$\langle 0001 \rangle$ の n 倍 ( $n \geq 2$ ): 6H $\langle 0001 \rangle$ の n 倍 ( $n \geq 3$ ): 4H
貫通刃状転位 小傾角粒界	$\langle 0001 \rangle$	(1-100)	$1/3 \langle 11-20 \rangle$
基底面転位	円弧状: バルク基板 $\langle 11-20 \rangle$ : エピ層	(0001)	$1/3 \langle 11-20 \rangle$

## 2.5. 本章のまとめ

本章では SiC の結晶構造や特性を説明し、またその製法について示した。併せて現在問題となっている欠陥について概説した。

## 参考文献

- [1] 松波弘之, 半導体 SiC 技術と応用, 日本工業新聞社 (2003)
- [2] D. Hofmann and M. H. Muller, Mat. Sci. Eng. B, **29**, p61 (1999)
- [3] O. Kordina, C. Hallin, A. Ellison, A. S. Bakin, and I. G. Ivanov. Appl. Phys. Lett., **69**, p1456 (1996)
- [4] H. Nagasawa, Mater. Sci. Forum, **389-393**, p319 (2002)

### 3. 測定原理および装置

本章では本研究で用いたフォトルミネッセンス(PL)法の原理と励起スペクトル測定(PLE: Photoluminescence excitation spectroscopy)や below-gap 励起について紹介する。また測定に使用した装置および試料について述べる。

#### 3.1. フォトルミネッセンス法の原理

PL法では、結晶に光を照射することで過剰の電子・正孔を励起し、それらが再結合する際に発生する光を分析する事で、結晶の特性や中に含まれる欠陥に関する情報を得る。PL法の長所としては、

- (1) 不純物や欠陥に対して高感度である。
- (2) 非破壊・非接触で測定できる。
- (3) 空間的分解能が高い。
- (4) 測定試料に特殊な前処理を必要としない。
- (5) 正確な同定が可能である。
- (6) 実験室規模の装置で測定できる
- (7) 高速な評価が可能である

ということがある。また、短所としては

- (1) 非発光センターに対して適応できない。
- (2) 一般に定量性がない。
- (3) 特に deep level の場合、発光スペクトルの解釈が困難。

などが上げられる[1]。本節では PL の原理について説明する。

##### 3.1.1. 発光再結合

光によって励起され発生した電子・正孔が再結合過程において、始状態・終状態がどのようなものであるかによって、以下のようにさまざまな場合が考えられる。

###### (a) 励起子再結合

測定の対象とする試料の結晶性が良く、不純物や欠陥が十分少ない場合には自由励起子の再結合による発光が観察される(図 3.1(b))。このときの発光のエネルギー  $h\nu$  は直接遷移ではバンドギャップエネルギー  $E_g$  と励起子の結合エネルギー  $E_X$  とから  $h\nu = E_g - E_X$  で与えられる。間接遷移の場合はフォノンエネルギー  $E_p$  だけ小さく  $h\nu = E_g - E_X - E_p$  となる。

不純物がある程度含まれている場合は、それによるドナー準位、アクセプタ準位に束縛された束縛励起子となり、そのときの発光エネルギーはさらにその束縛エネルギー分だけ小さくなる(図 3.1(c))。また同一価数原子の置換による等電子トラップに束縛されている場合も同様にその束縛エネルギー分小さなエネルギーで発光する。

(b) バンド間直接遷移

励起子における電子-正孔の結合が熱エネルギーや電場によって解離する時などに、電子の伝導帯から価電子帯への遷移に伴う発光が観察される(図 3.1(a))。高濃度にドーパされた試料では縮退した電子状態となり、フェルミ準位が伝導帯あるいは荷電子帯の中に形成され、発光のピークがバンドギャップより大きいエネルギーとなる。

(c) 不純物準位遷移

不純物に束縛された電子が始状態もしくは終状態となる遷移も考えられる。ドナー準位と荷電子帯(図 3.1(d))、伝導帯とアクセプタ準位(図 3.1(e))、ドナー準位とアクセプタ準位(図 3.1(f))の遷移である。特にドナー準位とアクセプタ準位間の遷移を DA pair(DAP)と呼ぶ。この発光は再結合するドナー-アクセプタ原子間の距離によってエネルギーが異なり、それぞれの発光ラインが重なりブロードな発光が観察される。また、低温においてはペア間隔に依存するシャープな発光ラインが観察される。

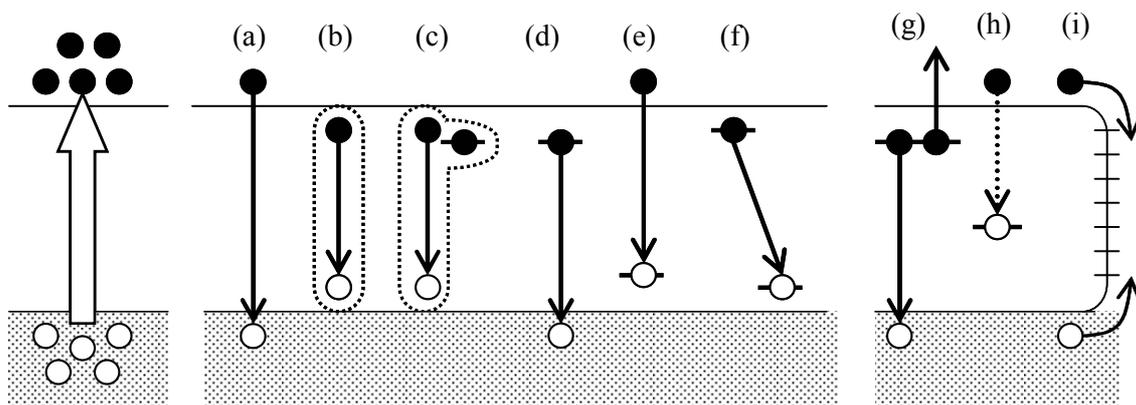


図 3.1. 半導体結晶における代表的な発光遷移および非発光遷移.

### 3.1.2. 非発光再結合

前項で述べた発光を伴う再結合に加えて、以下のような発光を伴わないで再結合する過程がある。

(a) オージェ過程

オージェ過程とは再結合時の遷移エネルギーを光として放出する代わりに、近接の他の電子を励起することでエネルギーを放出する過程である(図 3.1(g))。

(b) フォノンの多重放出

励起状態の電子がフォノンを放出して基底状態に緩和するためには多数のフォノンを放出する必要がある。多重フォノン放出によって直接遷移する場合や、もしくはバンドギャップ中に何らかの準位が存在する場合にはその中間準位を介して遷移することが考えられる(図 3.1(h))。

(c) 表面再結合

結晶表面での電子状態は内部と異なり、バンドギャップ中に多くの準位(表面準位)が存在する。励起された電子-正孔対は表面へと拡散するとこれらの準位を介して非発光で再結合する(図 3.1(i))。

3.1.3. Below-gap 励起

PL 法では通常はバンドギャップエネルギー以上の光子エネルギーを持つ光を励起光として用いる (above-gap 励起)。それに対してバンドギャップエネルギー以下の光を用いて励起する手法を below-gap 励起という。この手法では次節で述べる PLE のように特定の欠陥を選択的に励起することが出来る。それにより特定の欠陥からの発光スペクトルや、発光の面内分布などを得ることが出来る。

3.2. 励起スペクトル

フォトルミネッセンス励起スペクトル法(PLE: photoluminescence excitation spectroscopy)は特定の波長(光子エネルギー)の PL がどの波長の光で励起されるかを調べる手法である。この方法は吸収スペクトルのように電子が励起される波長を調べるだけではなく、特定の緩和過程(発光再結合過程)について、その励起過程および励起された電子がどのように緩和・再結合するかについての知見を得ることができる。特に図 3.2 に示す配位座標モデルで表せるように欠陥などによって局在した電子状態の基底状態、励起状態における電子格子相互作用を調べる際に非常に有効である[2][3]。このモデルでは式に示したように、電子格子相互作用により励起状態では基底状態にたいし、位置や曲率が変わるという事を示している。

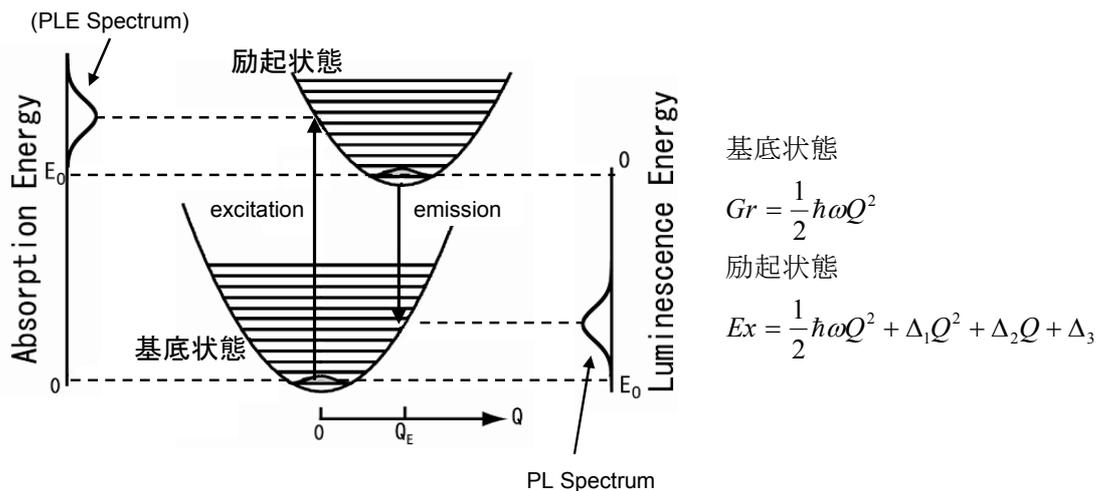


図 3.2 配位座標モデル.

### 3.3. スペクトル表示

光スペクトルを測定・解析する際には測定値を補正し真のスペクトルを求める必要がある。補正のための要素として大きく分けて2つのことが上げられる。

#### (a) 光学系の波長特性

測定に用いているレンズやミラー、分光器、検出器にはそれぞれ波長特性が有る。それらを考慮した光学的伝達関数を求め、測定した生データを補正する必要がある。本研究では 1000°C に熱した黒体炉を用いて、その黒体放射の実測値とプランクの式

$$U(\lambda) = \frac{8\pi hc}{\lambda^5} \times \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda k_B T} - 1\right)}$$

より求めた理論値から光学的な伝達関数を求め補正を行った。

#### (b) グラフの横軸、縦軸の単位

測定したスペクトルは単位波長あたりの光の放射エネルギーに比例する量である。一般的に理論的な解析を行う場合には横軸をエネルギー表示にしたほうが都合がいい。E = hc/λ の関係から光エネルギーを横軸としたスペクトル I<sub>e</sub>(E)は

$$I_e(E) = I_e(\lambda) \Delta\lambda/\Delta E \propto \lambda^2 I_e(\lambda)$$

となる。また縦軸を放射エネルギーではなくフォトン数とした場合のスペクトル I<sub>n</sub>(E)は

$$I_n(E) = I_e(E) hc/\lambda \propto \lambda I_e(E)$$

で与えられる。

従って本研究の PL スペクトルでは測定データを伝達関数で割り、λ<sup>3</sup> を乗じて補正を行った。なお PLE スペクトルは発光強度の励起光強度依存性が線形であると仮定し、光源強度スペクトルで補正し、さらに λ を乗じることで、単位入射光子数に対する発光光子数を示す表記としている。

### 3.4. 実験装置

#### 3.4.1. PL・PLE スペクトル

PL および PLE スペクトル測定装置[4]の概略を示す。PL 測定では励起光にレーザーを用いてサンプルを励起し、発光を分光器で分光し検出器で検出する。分光器の回折格子を回転し測定波長を走査して測定する。

PLE 測定では光源にタングステンランプを用いて、その光を分光器で分光しサンプルに照射する。そして受光側の分光器を固定し特定の波長の PL を測定する。測定時には励起光側の分光器の回折格子を回転することで励起光の波長を走査する。また図に示したのは室温での測定であるが、低温で測定する場合はクライオスタット内にサンプルを設置し冷却して測定する。

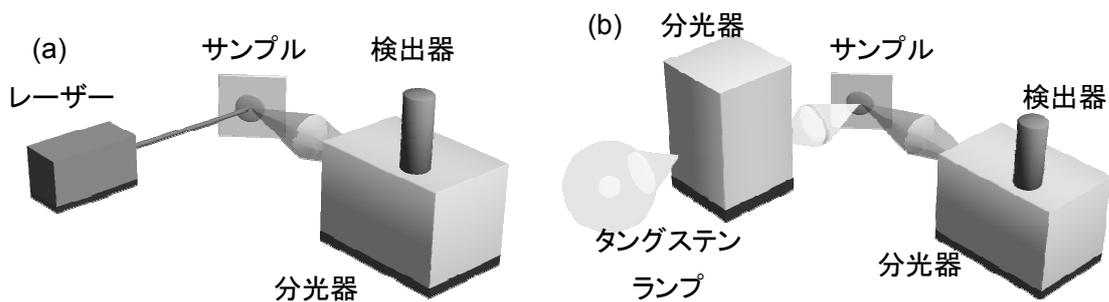


図 3.3 PL スペクトル測定装置(a)および PLE スペクトル測定装置(b)概略図.

### 3.4.2. PL マッピング

PL マッピング[5]では励起光をサンプルに照射し、サンプルステージを2次元的に走査することによってPL強度の面内分布を測定する。特定の波長のPLを測定するためにバンドパスフィルタを用いて選択的に検出を行う。励起光を絞り、ステージの走査ステップを小さくすることで最大  $1\mu\text{m}$  の空間分解能を得ることができる。

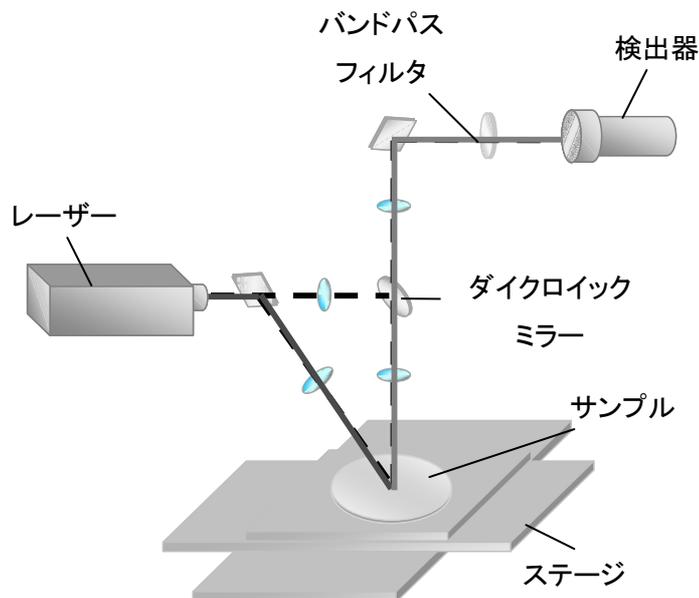


図 3.4. PL マッピング測定装置概略図.

### 3.4.3. PL イメージング

PL イメージング[6]は励起光を広い範囲に照射することでサンプル全体を同時に励起し、CCD カメラによってPLの強度分布を測定する方法である。特定の波長のPLのみを測定するためにレンズの前にバンドパスフィルタやロングパスフィルタを設置する。マッピングに比べ単純な構成であり、またステージを走査しないので高速な測定が可能である。

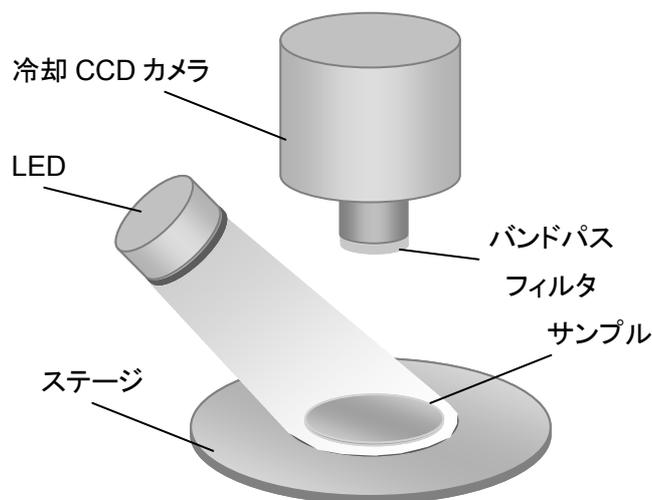


図 3.5 PL イメージング測定装置概略図.

### 3.4.4. 測定条件

#### 3.4.4.1. PL、PLE スペクトル

本研究では PL 測定に above-gap 励起の光源として  $\text{Ar}^+$  レーザーを用いた。また below-gap 励起用の光源として  $\text{Kr}^+$  レーザーを用いた。PLE 測定では白色光源のタングステンランプを分光し励起光源として用いた。表 3.1 に測定条件をまとめて示す。

表 3.1 スペクトル測定条件.

励起光源	$\text{Ar}^+$ レーザー	364 nm (3.53 eV)	18 mW
	YVO4 第 2 高調波	532 nm (2.33 eV)	5 mW
	$\text{Kr}^+$ レーザー	647 nm (1.91 eV)	15 mW
	タングステンランプ	600 ~ 1050 nm (波長幅 20 nm)	0.01~0.5 mW
分光器	焦点距離:320 mm、回折格子:600 本/mm (J ovin Yvon-HR320)		
光検出器	Ge-pin ダイオード(North-Coast EO817L)		
ビーム径	PL $\phi$ 0.1 mm、PLE 1 mm x 5 mm		
波長分解能	PL: 5 nm、PLE: 20 nm		
測定波長域	PL: 800 ~ 1800 nm、PLE :600 ~ 1050 nm		
測定温度	4.2 K ~ 300 K,		

### 3.4.4.2. PL マッピング

PL マッピングの測定条件を以下の表 3.2 に示す。光源はスペクトル測定で用いたものである。1.2 eV 発光、1.3 eV 発光をそれぞれ選択的に検出出来るようにバンドパスフィルタを用いて測定を行った。

表 3.2 PL マッピング測定条件.

励起光源	Ar <sup>+</sup> レーザー	364 nm (3.53 eV)
	Kr <sup>+</sup> レーザー	647 nm (1.91 eV)
光検出器	光電子増倍管 (浜松ホトニクス R5509-72)	
ビーム径	ウエハスケール測: 100 μm 顕微測定: 1 μm	
測定間隔	ウエハスケール測: 100 μm 顕微測: 20、5 μm	
測定波長域	バンドパスフィルタ: 中心波長 942 nm(1.32 eV)、半値幅 44 nm	
光学フィルタ	バンドパスフィルタ: 中心波長 1026 nm(1.20 eV)、半値幅 51 nm	

### 3.4.4.3. PL イメージング

PL イメージングの測定条件を以下表 3.4 に示す。Above-gap 励起用の光源として紫外線 LED、Below-gap 励起用の励起光源には可視光の LED を用いた。500nm の励起光は多結晶シリコンの評価用として実績のあるものである[6]。検出に使用した CCD の感度が 1100nm 程度までなので 1.2eV 発光の測定の際には光学フィルタにはバンドパスフィルタとロングパスフィルタを用いて測定した。

表 3.3 PL イメージング測定条件.

励起光源	LED 365 nm、LED 500 nm、LED 740 nm	
光検出器	電子冷却 CCD	
ピクセルサイズ	約 50μm	
測定波長域	バンドパスフィルタ: 中心波長 942 nm(1.32 eV)、半値幅 44 nm	
光学フィルタ	ロングパスフィルタ: 透過波長 950 nm 以上(1.31 eV 以下)	

※ CCD の感度は 1100nm 程度まで。

## 3.5. 測定試料

本研究ではアンドープの半絶縁性の 6H SiC を用いた。詳細を以下の表 4.4 にまとめる。室温 PL スペクトル測定において 1.3 eV 帯にシリコン空孔関連の発光が観察されるサンプル 2 種と、1.2 eV 帯に起因不明の発光が観察されるサンプル 3 種を使用した。

表 3.4 測定試料.

	基板厚 さ[mm]	ポリタ イプ	基板伝 導型	基板面方位	直径 [mm]	基板抵抗	備考
SX-1	0.4	6H	半絶縁	Si(0001)	50	$>10^5\Omega\text{cm}$	片面研磨
SX-2	0.4	6H	半絶縁	Si(0001)	50	$>10^5\Omega\text{cm}$	両面研磨
SX-18	0.4	6H	半絶縁	Si(0001)	50	$>10^5\Omega\text{cm}$	片面研磨
SX-27	1.0	6H	半絶縁	Si(0001) 8°off<1-100>	40	-	両面研磨
SX-28	1.0	6H	半絶縁	Si(0001) 8°off<11-20>	40	-	両面研磨

### 3.6. 本章のまとめ

本章では本研究でも用いたPLの原理について説明し、使用した測定装置および測定した試料について概説した。

### 参考文献

- [1] 生駒俊明、長谷川文夫 半導体材料の欠陥評価技術(復刻版) 株式会社サイエンスフォーラム (2002)
- [2] 小林浩一 光物性入門 裳華房 (1997)
- [3] 田島道夫 結晶光学スクールテキスト 光学的評価の基礎 応用物理学会(1997)
- [4] 田島道夫 応用物理学会 第56巻, 第9号, p1183 (1987)
- [5] M. Tajima, Z. Li and R. Shimidzu, Jpn. J. Appl. Phys., **41**, L1505 (2002)
- [6] H. Sugimoto and M. Tajima, Jpn. J. Appl. Phys. **46**, L339 (2007),.

## 4. 結果および考察

本章では測定した結果およびそれに対する考察を述べる。まずスペクトル測定の結果を 1.2eV 発光と 1.3eV 発光についてまとめ、次にその結果を利用して測定した PL トポグラフの結果についてまとめる。

### 4.1. PL および PLE スペクトル測定

#### 4.1.1. 1.2 eV 発光

半絶縁性の 6H SiC を室温 PL スペクトル測定した際に観察され、半絶縁性の原因ではないかと考えられている起源不明の 1.2 eV 発光[1][2]について PL および PLE スペクトルから解析を行った。

##### 4.1.1.1. PL スペクトル

室温での SX-18、SX-27、SX-28 の PL スペクトルを図 4.1~図 4.3 に示す。いずれも 1.2 eV 付近にピークを持つブロードな発光が観察されており、いずれのサンプルも可視領域では発光が非常に弱かった。SX-28 では他の試料に比べ発光が 10 倍ほど強く、バンド端発光が観察されたことから、比較的結晶性が良いと考えられる。なおスペクトルを補正しているためグラフ両端部では信号レベルが拡大されており、発光強度が弱い時には S/N が悪くノイズが強調されて見えている。

さらに SX-18 に対して 1.2 eV 発光帯の低温(4.2K)における PL スペクトルを測定した(図 4.4)。UD-1、3 といわれる起源不明の発光ラインが観察された[3]。またブロードな発光は UD-3 のフォノンレプリカによる発光であると考えられる。これらの室温、低温のスペクトルから低温でのいくつかのピークが室温での発光に何らかの関係が有ることが示唆される。

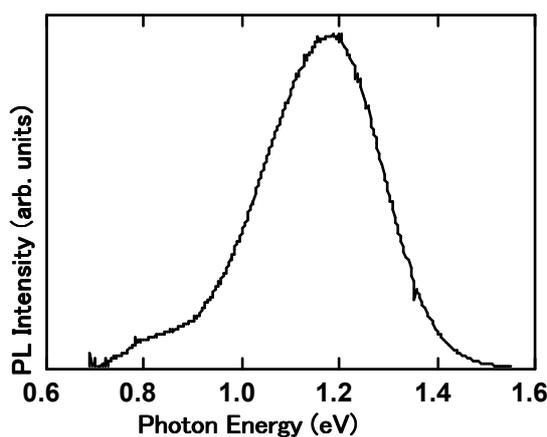


図 4.1. 364 nm 励起による試料 SX-18 の室温 PL スペクトル  
(可視光領域の発光は、観測限界以下).

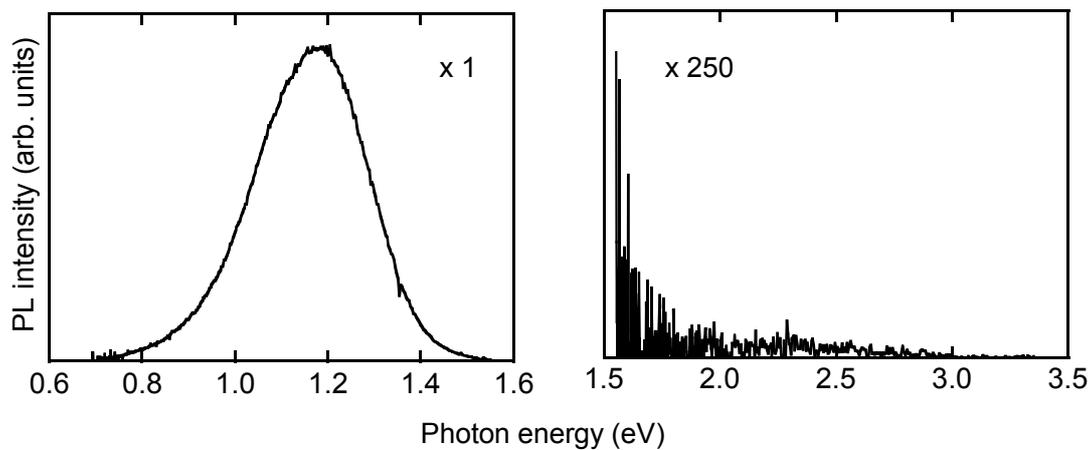


図 4.2. 364 nm 励起による試料 SX-27 の室温 PL スペクトル.

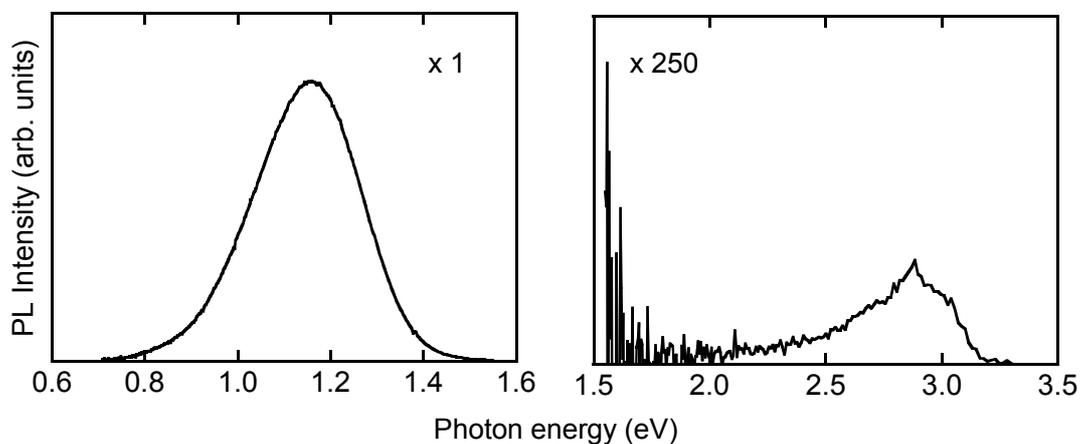


図 4.3. 364 nm 励起による試料 SX-28 の室温 PL スペクトル.

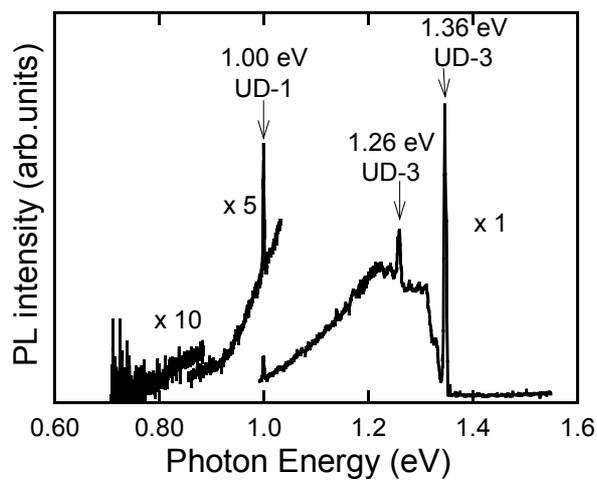


図 4.4. 364 nm 励起による試料 SX-18 の低温(4.2K)PL スペクトル.

そこでSX-18 および SX-28 について PL スペクトルの温度依存性を取ることで室温のピークとなっているのがどの欠陥であるかを調べた(図 4.5)。温度上昇に伴い発光ピークが低エネルギー側に移動しているが、これはバンドギャップが小さくなる事に対応していると考えられる[4]。2 つのサンプルの結果から室温で 1.2 eV 帯の発光となっているのは UD-3 といわれる欠陥起因の発光であることが明らかになった。なお図 4.5(b)に示した点線は次に示す PLE スペクトルで測定した光子エネルギー(波長)1.34 eV(922 nm)、1.24 eV(1003 nm)、1.16 eV(1065 nm)を表している。なおその波長範囲は 10 nm である。

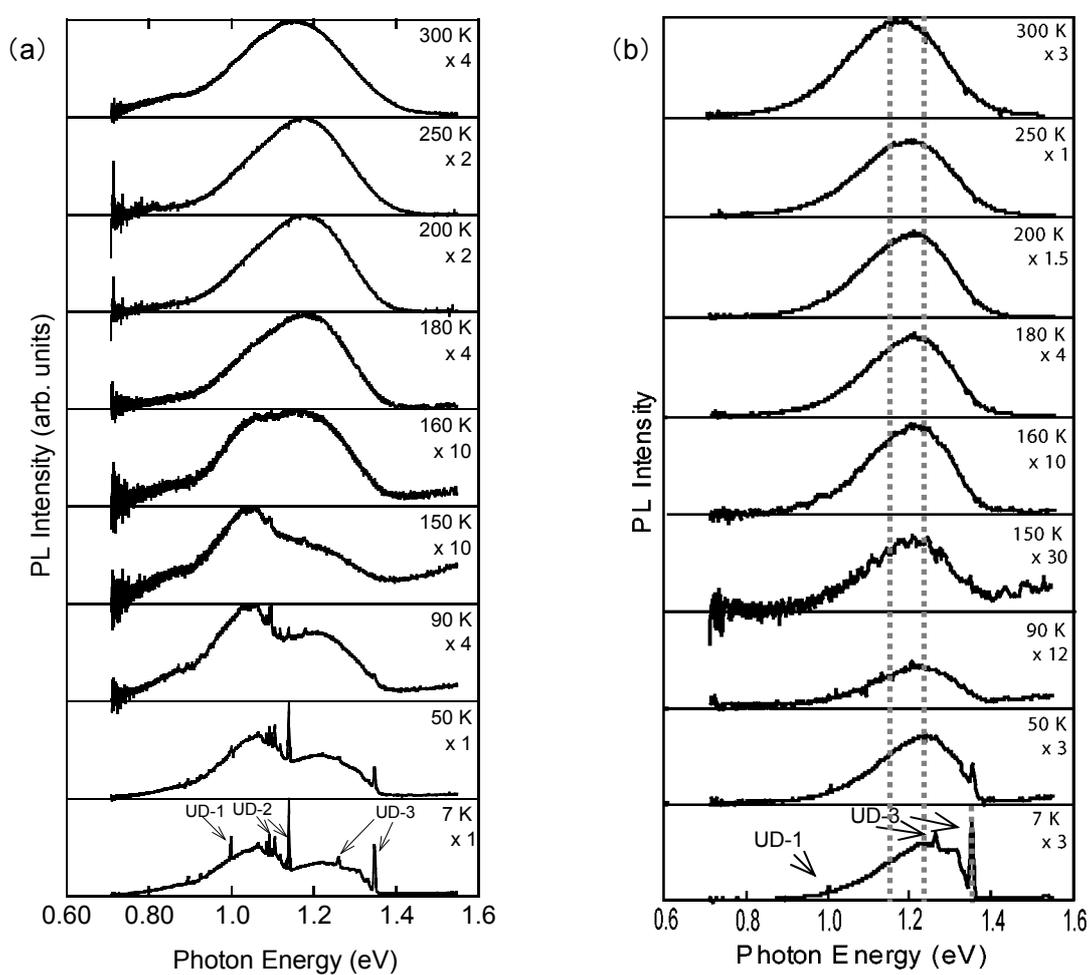


図 4.5. 364 nm 励起における(a)SX-18 および(b)SX-28 の PL スペクトル温度依存性。

#### 4.1.1.2. PLE スペクトル

1.2 eV 発光をさらに詳細に調べるために発光強度の強い SX-28 について PLE を行った。図 4.5(b)に示したように UD-3 の発光ライン 1.34 eV とそのフォノンレプリカと考えられるブロードな発光 1.24 eV、1.16 eV について PLE スペクトルを測定した。図 4.6 に UD-3 ラインの低温での PLE スペクトルを、図 4.7 にブロードな発光の PLE スペクトル温度依存性を示す。

UD-3 発光ラインとブロードな発光の PLE では、同じく 1.75 eV 付近にピークを持ち高エネルギー側に長く裾を引くような形のスペクトルが観察された。従って低温でのブロードな発光は同じ起源であり UD-3 のフォノンレプリカである確認できた。今回の PLE 測定では報告のある UD-3 の零フォノンライン、1 次のフォノンレプリカなどのピーク[4]が観察されなかったが、これは励起光強度が弱いことや、分解能が低いためと考えられる。図 4.6 に矢印で示した低エネルギー側の 1.6eV 付近に肩のような部分があるが起因は不明である。これについては次項で述べる。PLE スペクトルの温度依存性では温度による強度の変化はみられるがスペクトル形状は、ほとんど変化しなかった。温度上昇によるピークシフトは図 4.8 に示すように温度によるバンドギャップの変化のため UD-3 の励起準位のエネルギーも低エネルギー側に変化したためと考えられる。

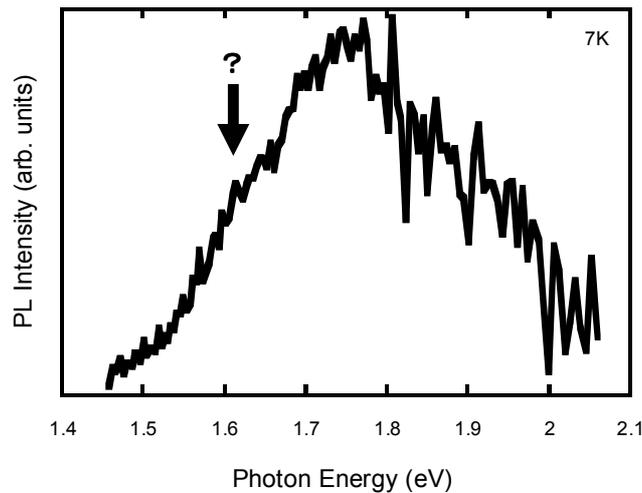


図 4.6. UD-3 ライン(1.34eV)の PLE スペクトル.

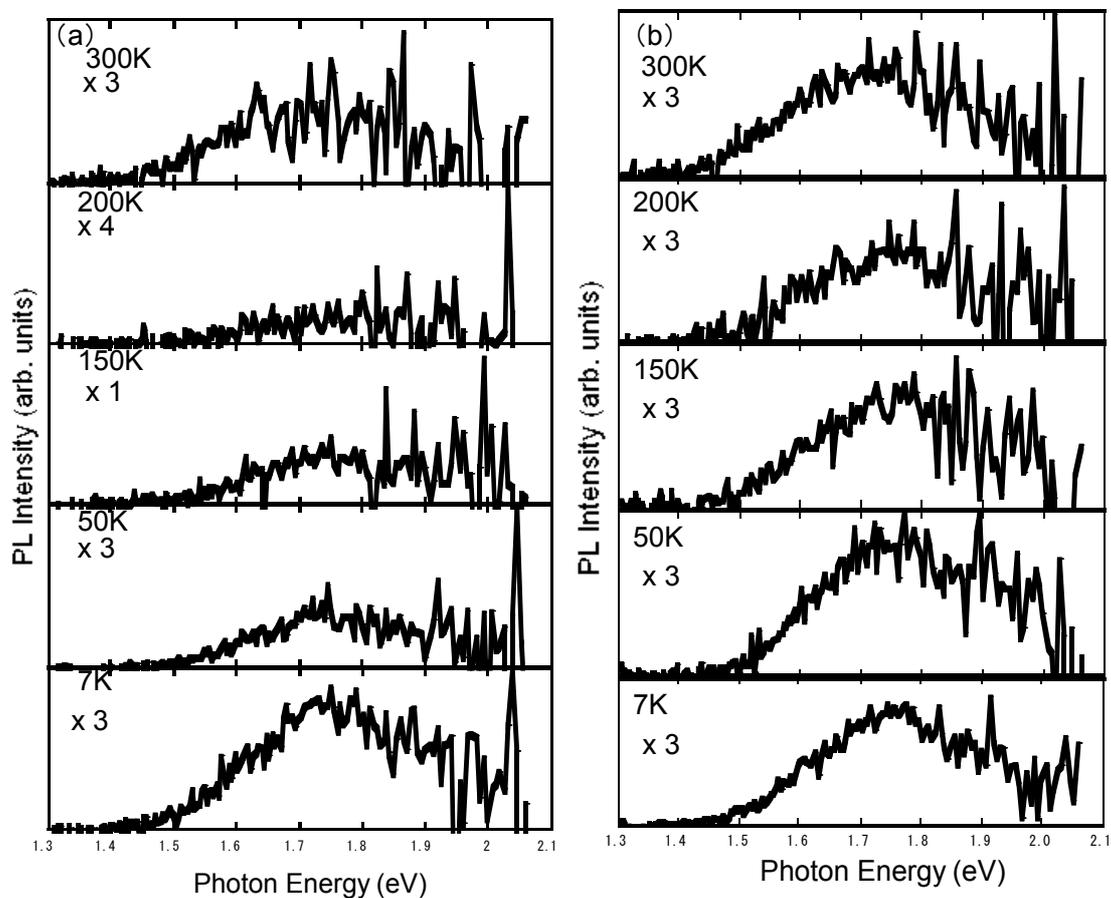


図 4.7. ブロードな発光(a)1.24eV 帯、(b)1.16 eV 帯の PLE スペクトル温度依存性.

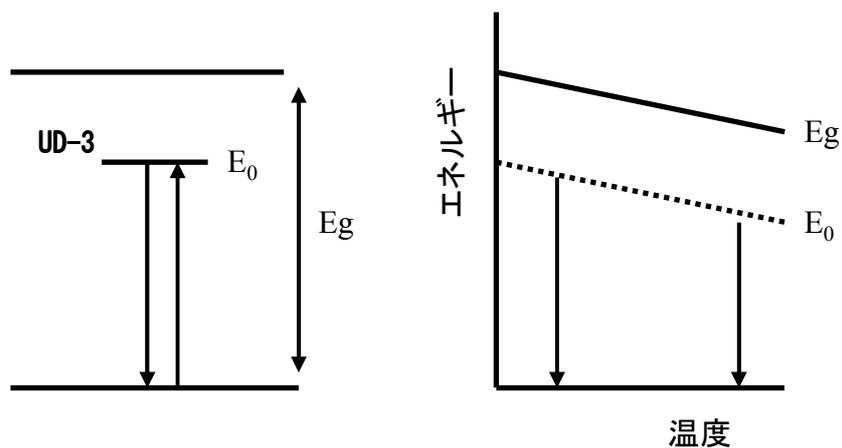


図 4.8. UD-3 準位の温度変化の模式図.

#### 4.1.1.3. Below-gap 励起 PL スペクトル

PLE によってこの UD-3 起因の室温 1.2 eV 発光について励起帯が明らかになった。そこで、同じ SX-28 についてこの発光帯を below-gap 励起によって直接励起して PL 測定を行った。図 4.6 の PLE で肩ようになっていた部分が UD-3 以外に起因しているのかを確かめるために肩の部分のエネルギー 1.61 eV と励起帯のピーク 1.74 eV の 2 つのエネルギーの光をつかって励起して測定した。結果は以下の図 4.8 のようになった。どちらのエネルギーで励起しても PL スペクトルの形状は一致しており、同一の欠陥によるもので有ることが分かった。さらにスペクトル形状が above-gap 励起におけるスペクトル(図 4.4、4.5)と比べると同じ 7K より 4.2K の測定結果に近いことが分かった。これは UD-1 の発光が消えていることから分かるように UD-3 をのみを励起しているため、その他の再結合過程の影響が少なくなっているためと考えられる。

以上よりこの準位の配位座標モデルが以下の図 4.9 のように求められた。基底準位と励起準位の差である零フォノンの発光のエネルギーを中心に鏡対称にはならず、発光帯のピークに比べ励起帯のピークが零フォノンから離れている結果となった。従って基底状態と励起状態の準位の曲率が異なっていると考えられる。これは電子-格子相互作用が複雑な形となっており、その影響が図 3.2 の式で言うところの変位  $Q$  の 1 次の項だけでなく 2 次の項にも影響しているためと考えられる。

またもう一つの考えとして図 4.11 のように UD-3 を直接励起している成分と、UD-3 に近い準位を励起してそれを介して UD-3 で再結合しているということも考えられる。このモデルでは図 4.6 で見られた肩のような部分についても説明がつく。この場合は厳密には直接励起ではないが、図 4.9 の below-gap 励起での PL スペクトルから UD-3 のみで再結合していることがわかるため、選択的に励起できているといえる。いずれのモデルが正しいかについては判断が出来ないためこれ以上の議論は控える。

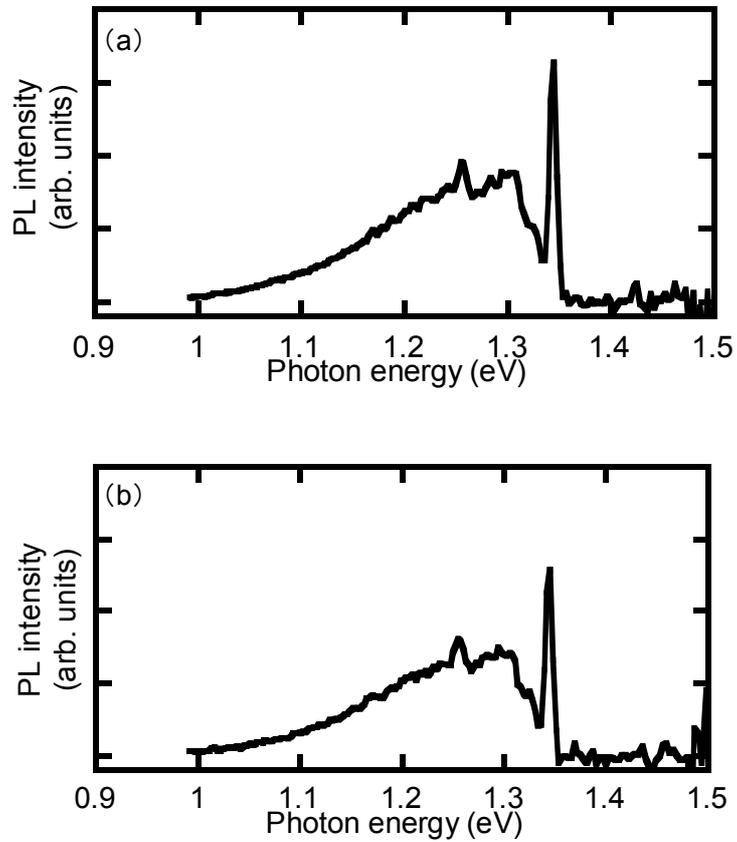


図 4.9. below-gap 励起 PL スペクトル (a) 770nm 励起 (1.61eV)、(b) 710nm 励起 (1.74eV).

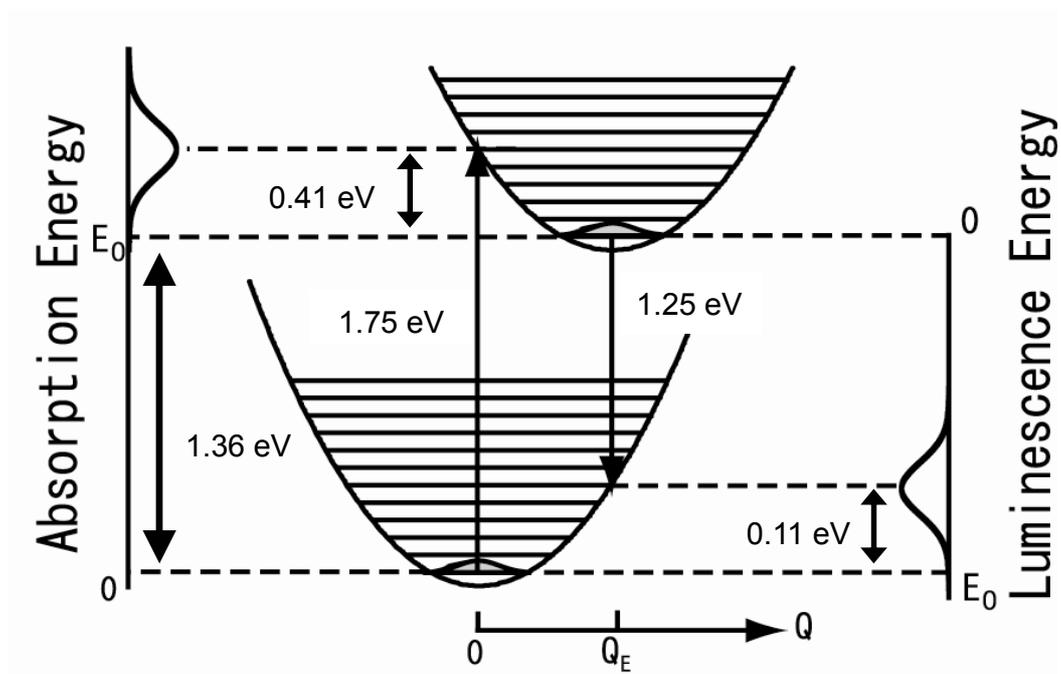


図 4.10. UD-3 の配位座標モデル.

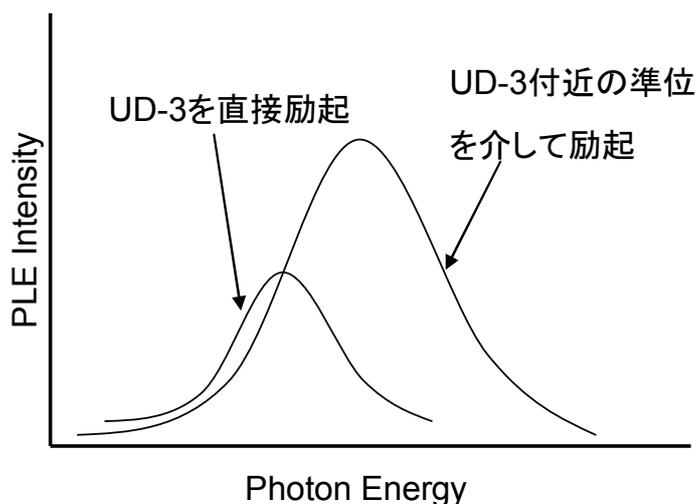


図 4.11. UD-3 の励起スペクトルの考察

#### 4.1.2. 室温 1.3 eV 発光

室温 1.2 eV 発光と同様にシリコン空孔起因の 1.3 eV 発光について PL 測定、PLE 測定を行い、発光帯について解析を行った。

##### 4.1.2.1. PL スペクトル

以前にも報告されているが SX-1 および SX-2 の室温、低温での PL スペクトルおよびスペクトルの温度依存性を図 4.12 から 4.16 に示す[6]。室温でブロードな 1.3 eV の発光が観察される。またいずれのサンプルも可視領域では有意な形状は得られていない。ここで PL スペクトルの温度依存性の結果を見ると先の 1.2eV とは違いブロードな発光のピーク位置がシフトしていないことが分かる。これは、この発光が伝導帯から欠陥準位へ、もしくは欠陥準位から荷電子帯へと遷移する緩和過程ではなく、E.Sorman らが提唱するようにバンド内にあるシリコン空孔の荷電状態が違う 2 つの準位を遷移する殻内遷移で発光するためであると考えられる[7]。

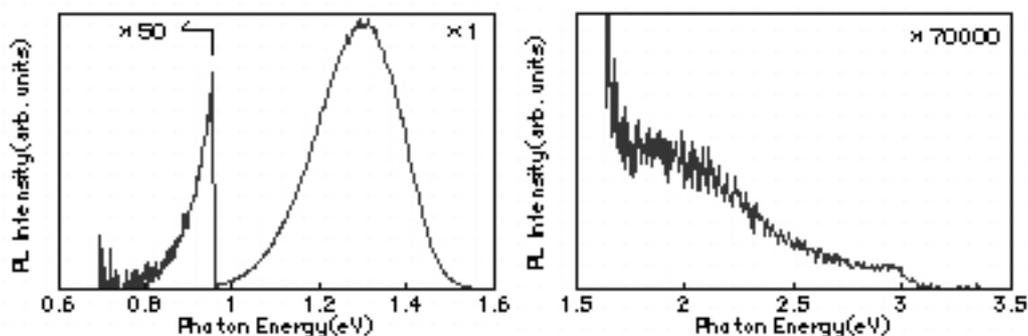


図 4.12. 364nm 励起における試料 SX-1 の室温 PL スペクトル.

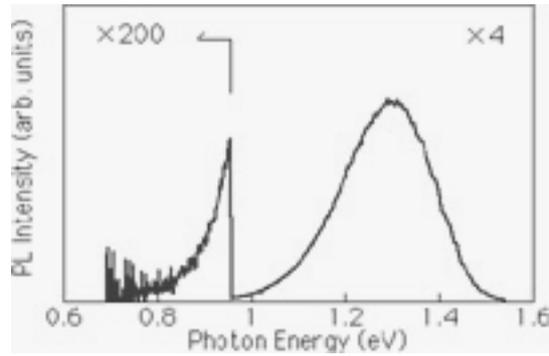


図 4.13.364nm 励起における試料 SX-2 の室温 PL スペクトル.  
(可視領域は観測限界以下)

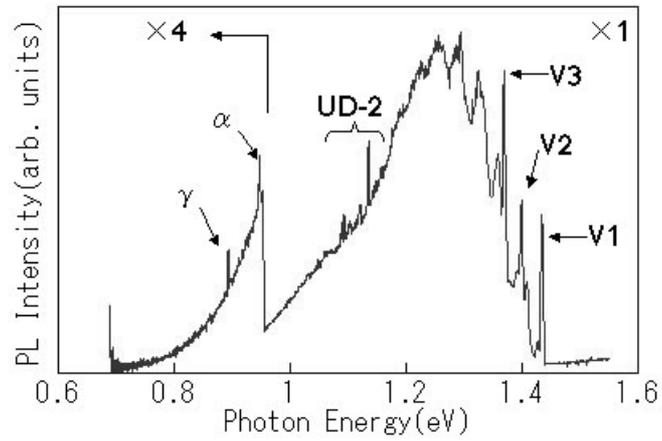


図 4.14. 364nm 励起における試料 SX-1 の低温(4.2K)PL スペクトル.  
(波長分解能 : 2.5 nm)

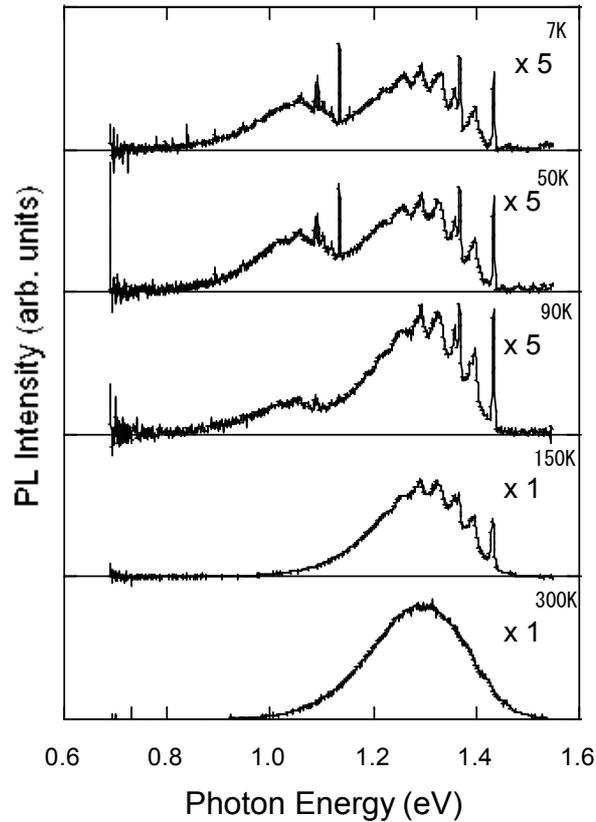


図 4.15. 364nm 励起による SX-1 の 1.3eV 帯の PL スペクトル温度依存性.  
(波長分解能 : 2.5 nm)

#### 4.1.2.2. PLE スペクトル

1.2 eV 発光帯と同様にブロードな 1.3 eV 発光に対して PLE スペクトル測定を行った。結果を図 4.16 に示す。温度依存性を測定すると低温において PL スペクトルと 1.39eV を中心としたミラーシンメトリーなスペクトルが得られた。ただし、ブロードなピークの裾が PL と PLE で重なっており完全なミラーシンメトリーとはなっていない。これは V1~V3 の準位が近くそれぞれの発光帯・励起帯が重複しているためと考えられる。

1.2eV 発光と異なり温度によって PLE スペクトルの形状が大きく変わった。温度が上がるに従って励起スペクトルのピークが高エネルギー側にずれていることが分かる。なお低エネルギー側の立ち上がりは励起光の写り込みによるものである。

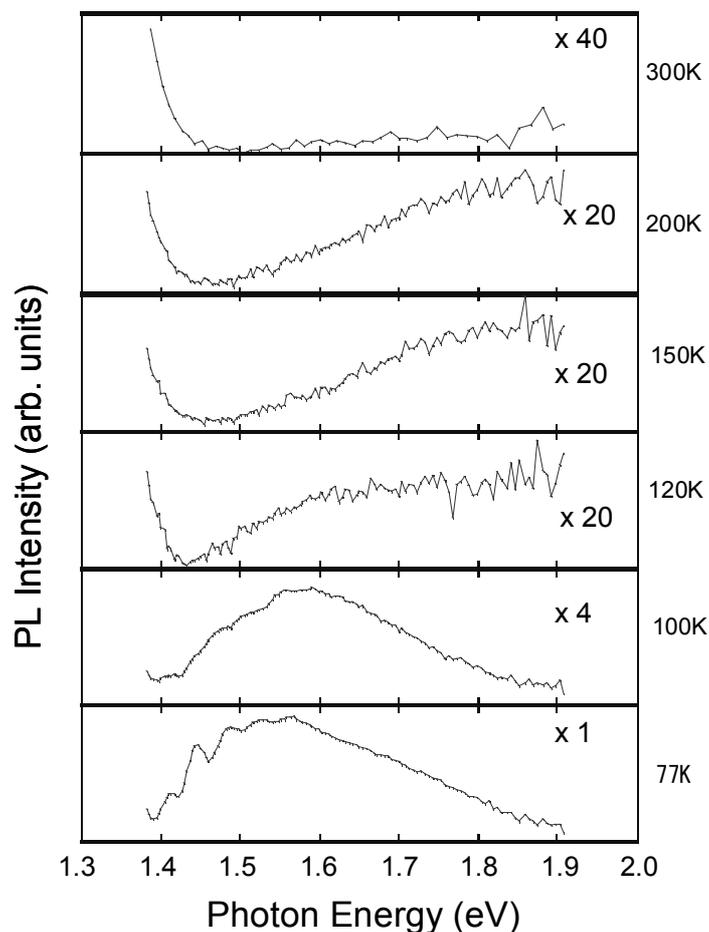


図 4.16. SX-1 の 1.3eV 帯の PLE スペクトル温度依存性.

#### 4.1.2.3. Below-gap 励起 PL スペクトル

1.2 eV 発光と同様に below-gap 励起で PL スペクトルを測定した(図 4.17)。励起帯と発光帯が近いために励起光の写り込みが観察されてしまったため、加えて 532nm のレーザーでも測定を行った。800 nm の光での励起では低エネルギー側で立ち下がりが早くシリコン空孔の V1~3 だけを励起できたと考えられる。532nm 励起の場合は低エネルギー側に裾を引いており above-gap 励起と同様に UD-2 などの発光が励起されていると考えられる。

さらに、以上の結果からこの 1.3eV 遷移の配位座標モデルが図 4.18 のように得られた。PLE スペクトルが PL スペクトルと対称に近い形で得られた事からも分かるように、1.2eV 帯と違い、基底状態と励起状態の曲率が近く電子格子相互作用の形が単純で、図 3.2 における Q の 1 次の項への影響が主になっていると考えられる。

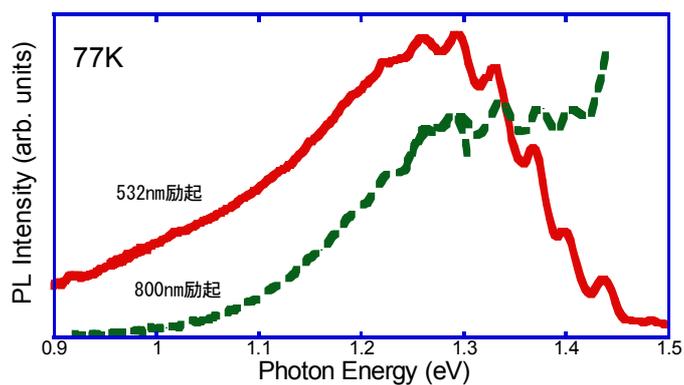


図 4.17. SX-1 の 1.3 eV 付近の Below-gap 励起 PL スペクトル.  
(励起源はレーザー 532 nm、W ランプを分光した 800 nm)

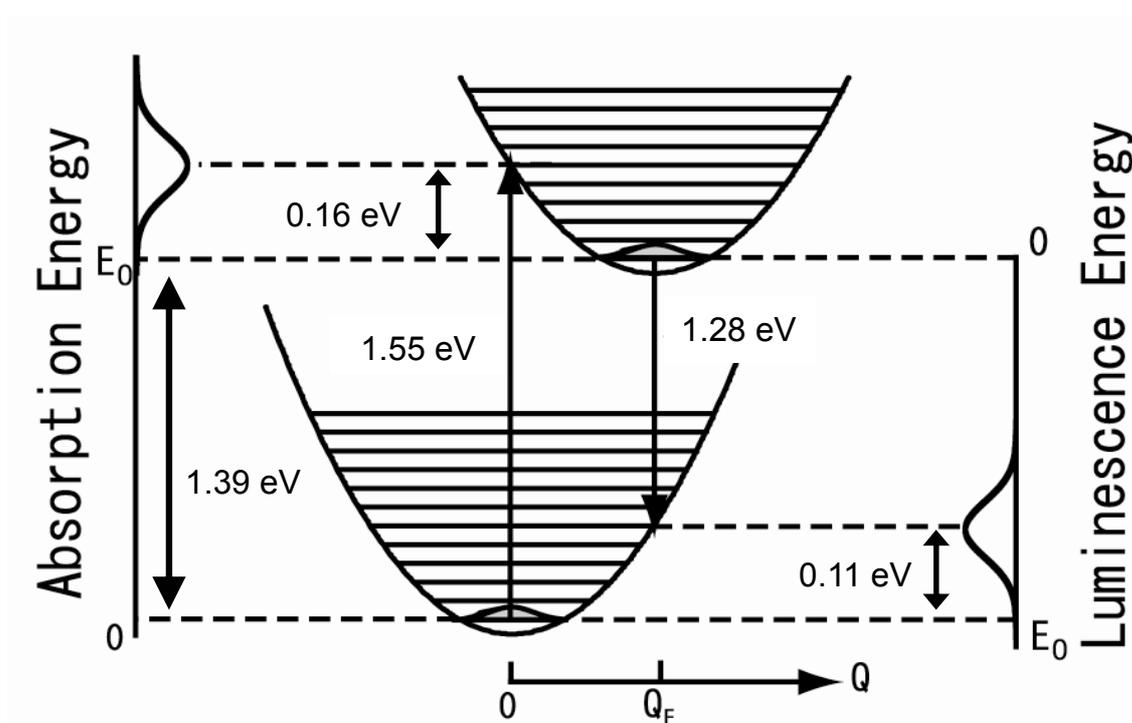


図 4.18. 1.3eV 発光帯の配位座標モデル.

## 4.2. PL トポグラフ

### 4.2.1. PL mapping

結晶成長条件へのフィードバックを迅速に行うため、またデバイスの劣化原因の特定、歩留まりの改善のためにウエハスケールでの高速な構造欠陥の検出手法が強く望まれている。これまでバナジウムやシリコン空孔起因の Deep レベル発光の PL 強度分布が転位欠陥の分布と良く対応しており、それにより高速、高感度な構造欠陥検出が可能であると報告[3]があるが、この UD-3 起因の 1.2 eV の発光帯についても同様であるかを確認するため、PL マッピングを測定した。さらに従来の紫外光を用いる above-gap 励起に加えて PLE 測定により明らかになった励起帯を直接励起する below-gap 励起を用いることにより、さらに高感度な欠陥検出や above-gap 励起とは異なる情報が得られるのではないかと考え、above-gap 励起、below-gap 励起それぞれを用いて測定を行い、両者の結果を比較検討した。

#### 4.2.1.1. 1.2 eV 発光帯

図 4.17、図 4.18 に SX-18、図 4.19、図 4.20 に SX-27 の結果をそれぞれ示す。また参考のため合わせて X 線トポグラフも示す。なお SX-18 は低温スペクトル測定のために分割したため 4 つに割れている。

ウエハスケールにおいても顕微スケールに対しても Above-gap 励起と below-gap 励起では得られた像は大きく異なった。Above-gap 励起では大型の欠陥のみが検出されており、欠陥の検出感度は低かった。それに対して below-gap 励起では欠陥パターンが黒い部分として明瞭に検出出来ていた。これは 4.1.2 項で述べたように 7K における above-gap 励起と below-gap 励起での PL スペクトルが違う形状になっていたことと関連して考えると、UD-3 以外に起因する発光がこの帯域に重畳している事を示唆している。Below-gap では UD-3 のみを励起しているためその影響が無く、スペクトル形状が違う形となり、マッピング像で欠陥起因のパターンが検出出来たと考えられる。

また UD-3 の準位を直接励起して測定した PL トポグラフが構造欠陥分布と明らかな相関が有ったことから、UD-3 といわれる欠陥が構造欠陥と相互作用するという事が示唆された。

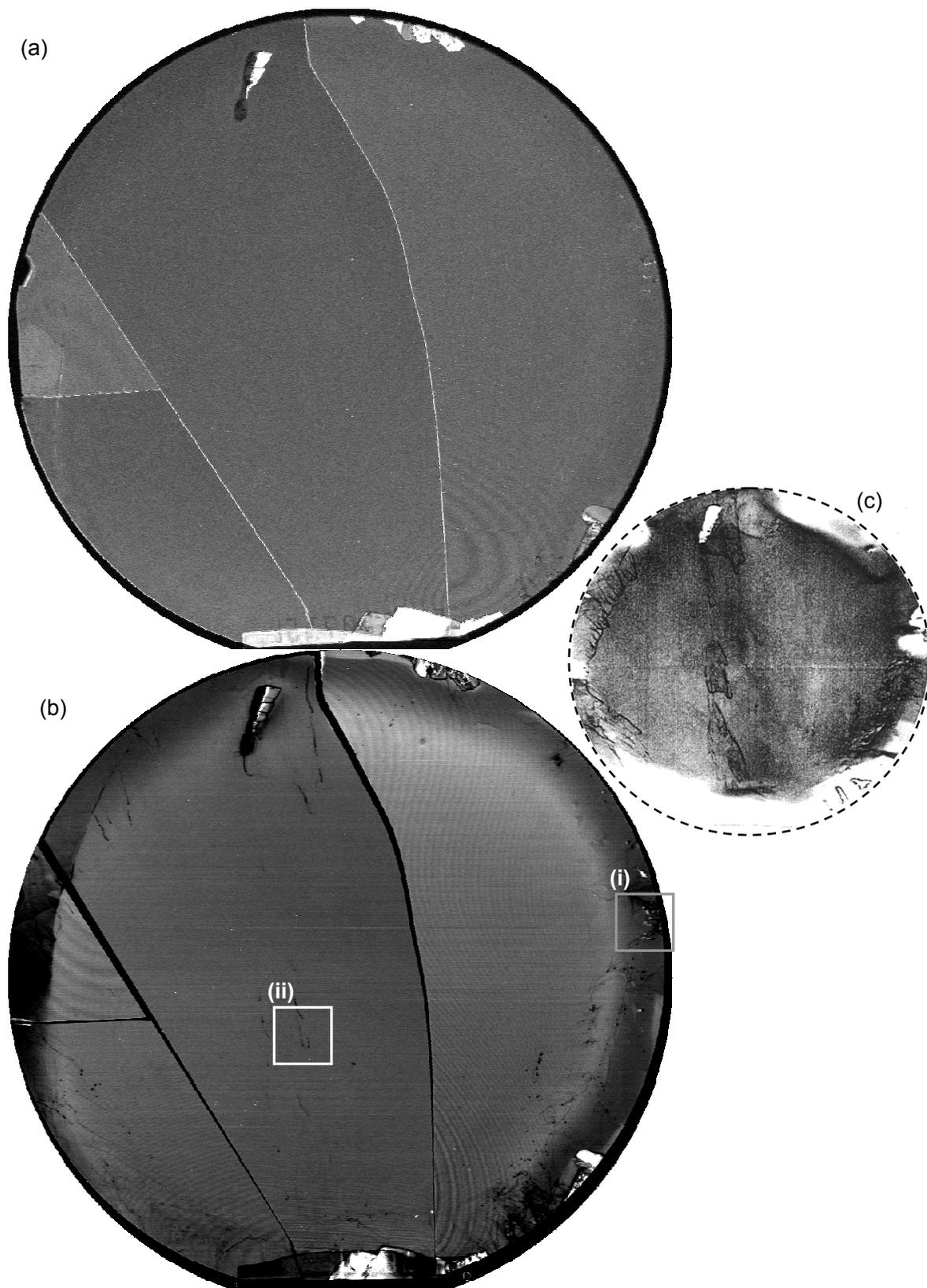


図 4.17. SX-18 の PL マッピング.(a)364nm 励起、(b)647nm 励起 (c)X 線トポグラフ像.  
(マッピング測定間隔  $100\mu\text{m}$ 、測定時間 60 分)

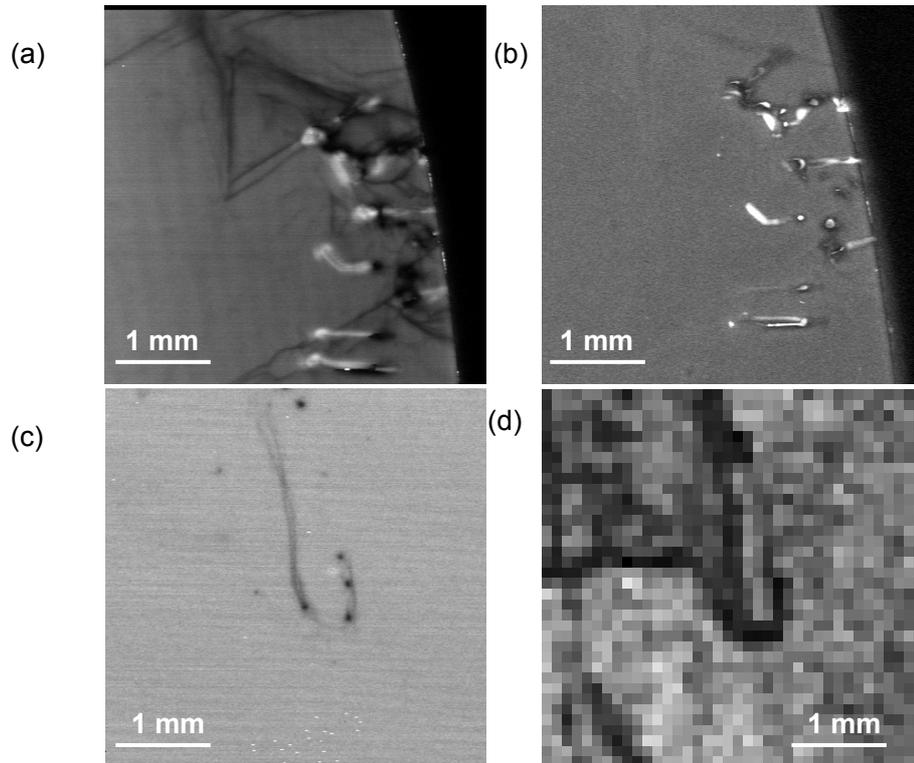


図 4.18. SX-18 の顕微 PL マッピング像.図 5.17 枠(i)の(a)364 nm 励起(b)647 nm 励起、図枠(ii)の(c)647 nm 励起(d)X 線トポグラフの拡大(測定間隔:分解能  $5 \mu\text{m}$ 、測定時間 20 分).

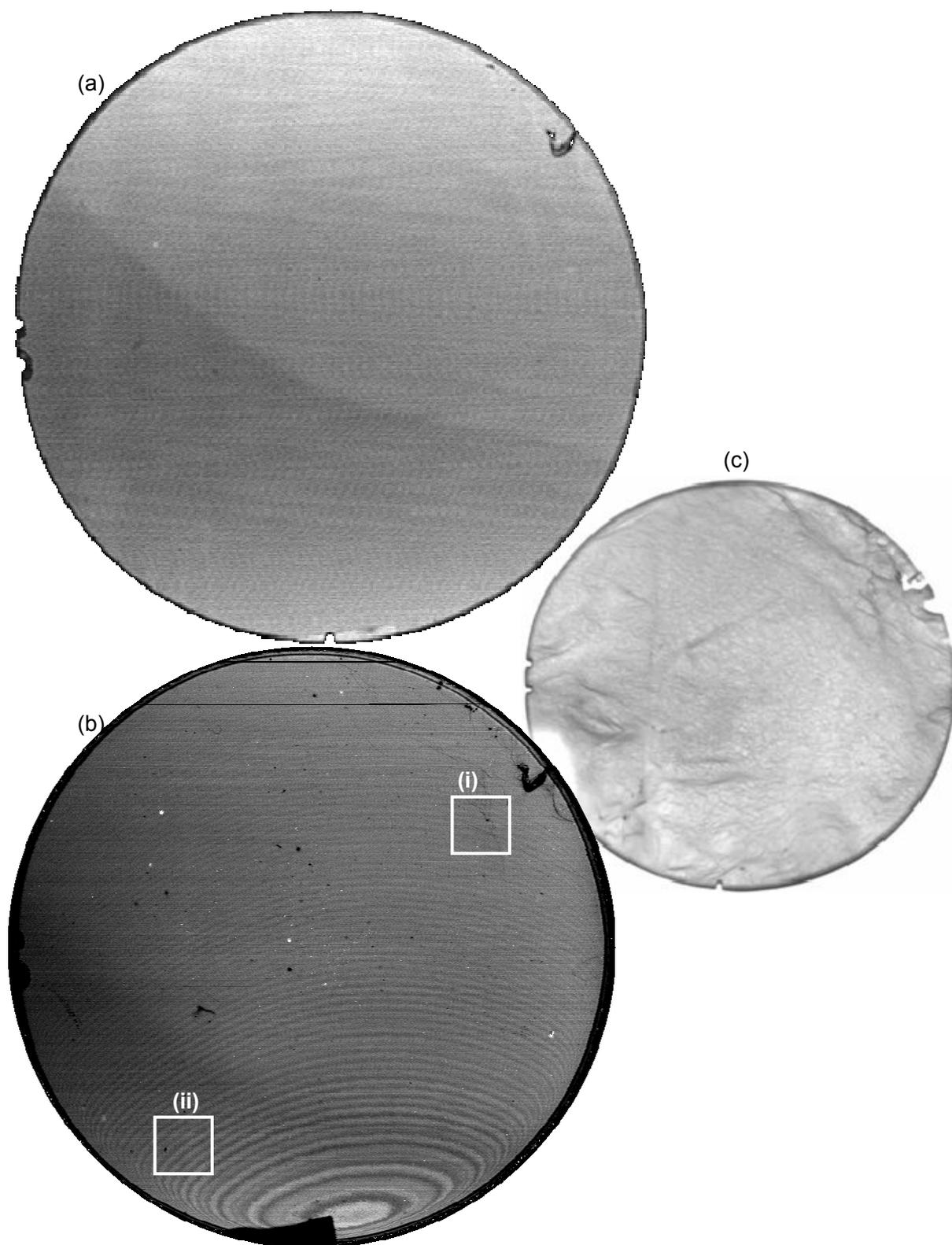


図 4.19 SX-27 の(a)364 nm 励起、(b)647 nm 励起 PL マッピング、(c)X 線トポグラフィ像  
(マッピング : 測定間隔  $50 \mu\text{m}$ 、測定時間 60 分).

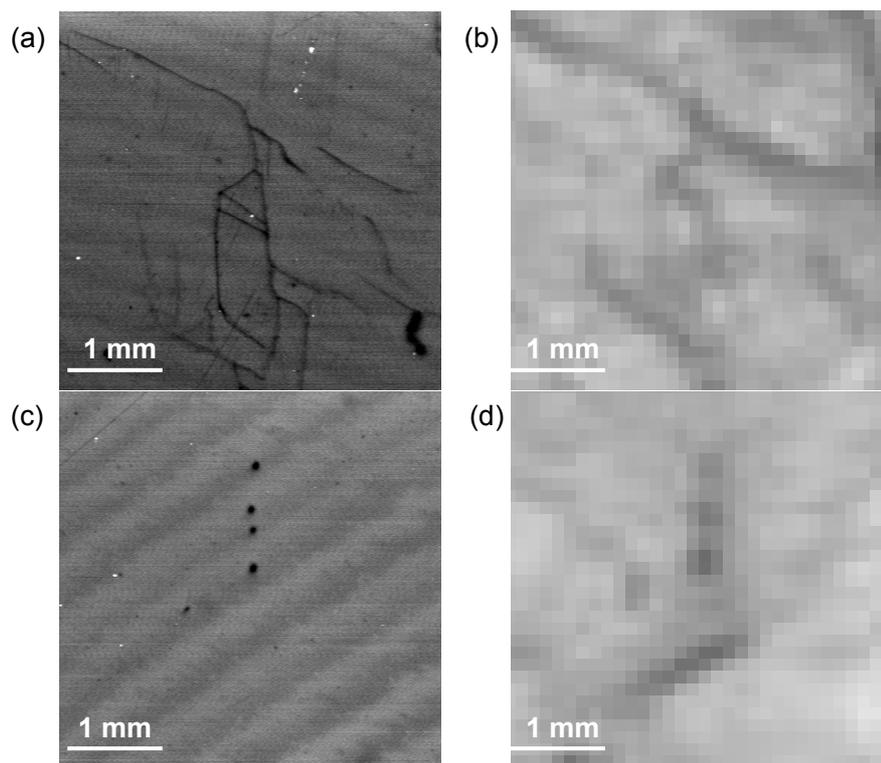


図 4.20. 図 5.19 枠(i)の(a)マッピング(b) X 線トポグラフィの拡大図、図枠(ii)の(c)647 nm 励起 (d)X 線トポグラフィの拡大(マッピング：測定間隔  $5\ \mu\text{m}$ 、測定時間 20 分)

#### 4.2.1.2. 1.3 eV 発光帯

同様にシリコン空孔関連の室温 1.3 eV 発光帯について測定した。結果を図 4.21、22 に測定結果を示す。以前報告があったように紫外励起のマッピング像で欠陥起因のパターンが検出出来ているが、below-gap 励起によるマッピング像でもウエハスケールでの測定、顕微スケールでの測定いずれも同様な像が得られた。しかし、特にウエハスケールでの測定では above-gap 励起で PL 強度分布が平坦な部分でも below-gap 励起では濃淡があらわれている。これは励起光がウエハを透過する波長域の光であるため、深さ方向の欠陥分布が積分されて出てきているためだと考えられる。したがって、貫通型の欠陥の場合は非常に検出感度が高くなっていると考えられる。

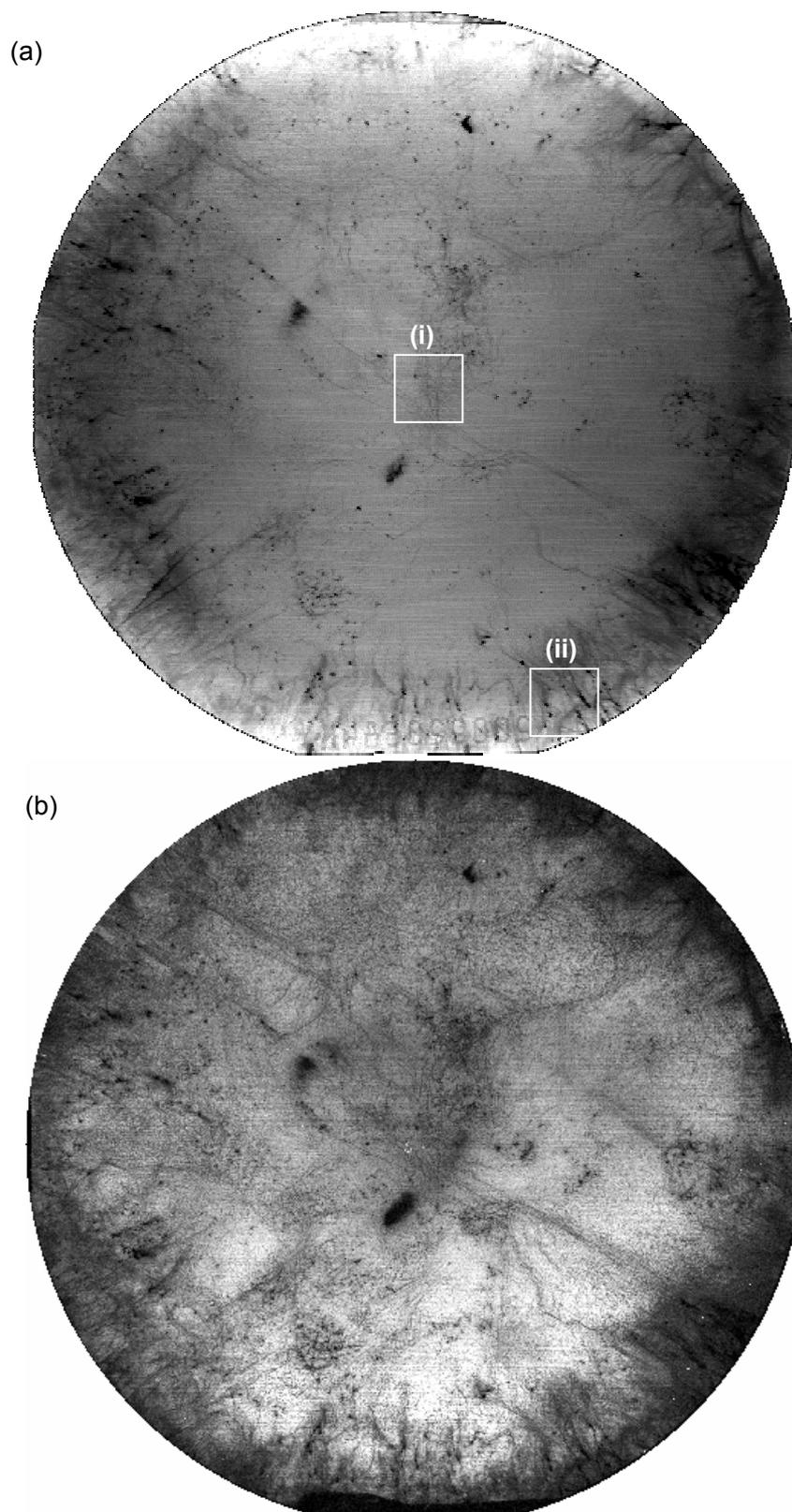


図 4.21 SX-2 の PL マッピング(a)364 nm 励起、(b)647 nm 励起.  
(測定間隔  $100 \mu\text{m}$ 、測定時間 60 分)

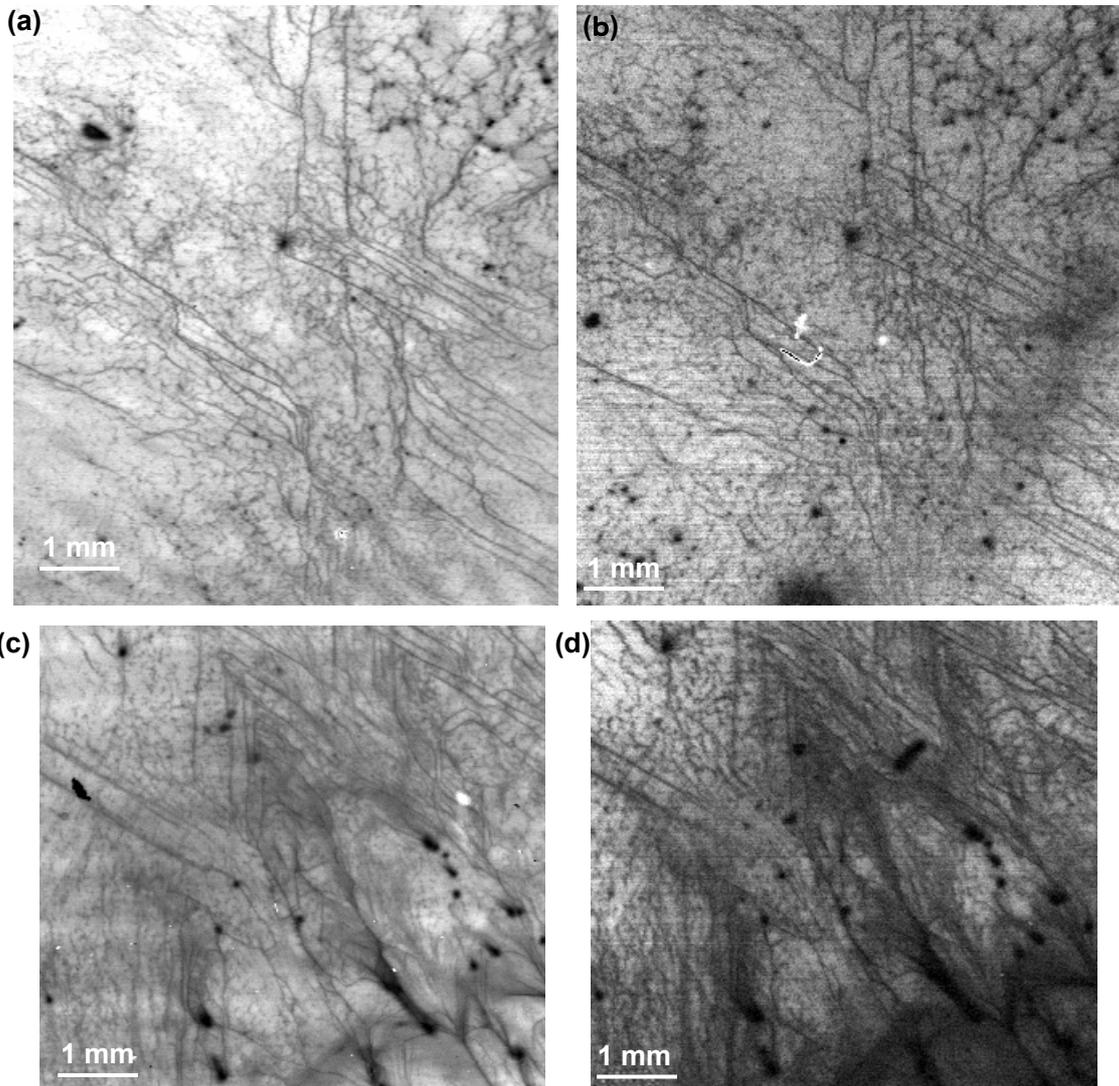


図 4.22 SX-2 の PL マッピング像. 図 5.21 枠(i)の(a)364 nm 励起 (b)647 nm 励起、枠(ii)の(c)364 nm 励起、(d)647 nm 励起. (測定間隔  $20 \mu\text{m}$ 、測定時間 20 分)

#### 4.2.2. PL imaging

PL マッピングから構造欠陥の検出が可能であることを示した。その結果からさらに高速に測定を行うことを目指し、CCD を検出器として使用するイメージングを応用することを考えた。一般的に間接遷移半導体は発光強度が弱いため従来はイメージングが難しかったが、SiC と同じく間接遷移半導体の多結晶シリコン太陽電池の高速評価法として最近等研究室で開発した PL イメージング装置を SiC 用として応用して高速な評価を試みた。

#### 4.2.2.1. 1.2 eV

イメージングの結果を図 4.23. に示す。マッピングの結果と同様に **Below-gap** 励起 PL で欠陥起因のパターンが観察された。10 秒と非常に高速な測定が可能だった。しかし後で述べる 1.3eV の発光帯に比べ CCD の感度が低い領域の発光のために高感度な測定が出来なかった。光学系を工夫することでより高速、高感度な測定が可能であると考えられる。

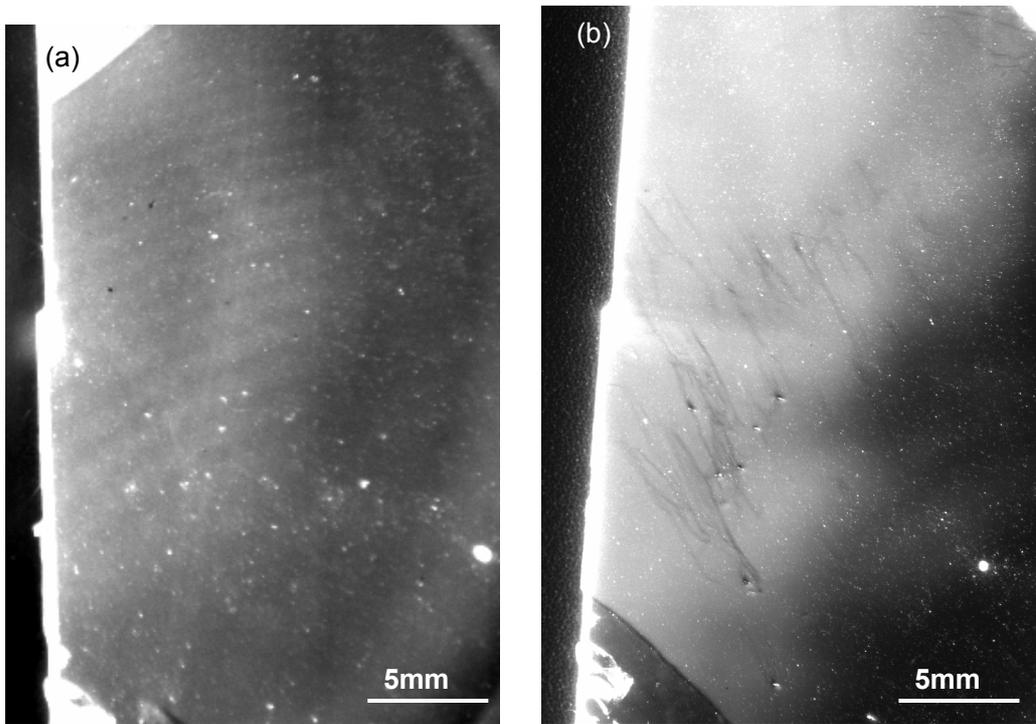


図 4.23. SX-28 の PL イメージング像.(a)365nm 励起(測定時間 2 秒)、(b)740 nm 励起(測定時間 10 秒、ピクセルサイズ約  $50 \mu\text{m}$ ).

#### 4.2.2.2. 1.3 eV

イメージングの結果を図 4.24 に示す。Above-gap 励起、below-gap 励起それぞれで 5 秒、60 秒とウエハスケールの PL トポグラフを非常に高速に測定出来た。マッピングに比べ 50 倍以上の高速化が図れた事に加え、測定ステップ(ピクセルサイズ)もマッピングの半分であり、単純計算で 4 倍の情報量となっている。得られた像はマッピングの結果と同様の傾向であったが、**Below-gap** 励起で欠陥パターンが鮮明に見えているのに対し **above-gap** 励起では全体的にぼやけたようになっている。これは励起光の侵入長による深さ方向の影響に加えて、広範囲に紫外光を照射することにより、測定系からの蛍光によるバックグラウンドのノイズが大きくなることも原因として考えられる。

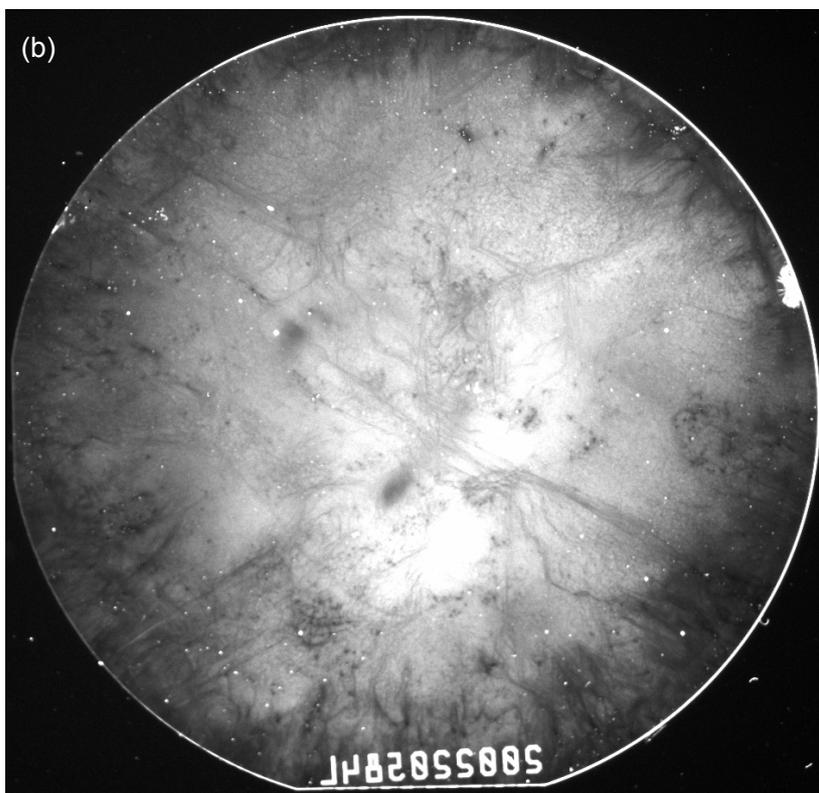
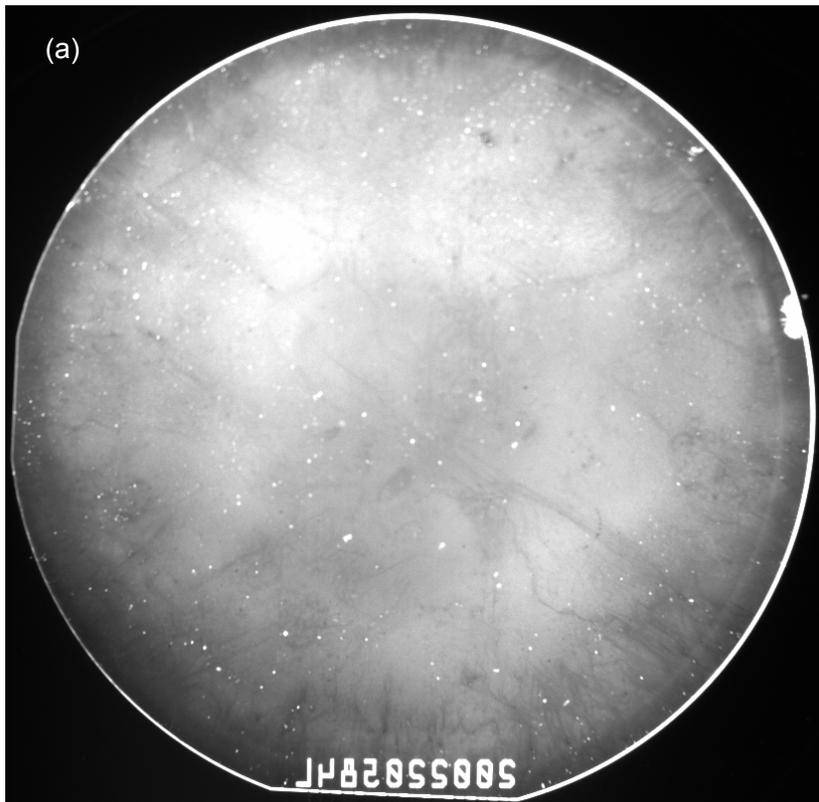


図 4.24. SX-28 の PL イメージング像.(a)365nm 励起(測定時間 5 秒)、(b)500 nm 励起(測定時間 60 秒、ピクセルサイズ約  $50 \mu\text{m}$ ).

### 4.2.3. PL マッピングと PL イメージング比較

イメージングではマッピングに比べ非常に高速な測定が可能であった。マッピングとイメージングではマッピングのほうが励起光強度が桁違いに大きい、前者が 1 点 1 点測定するのに対し、後者は一括で測定するために 1 点の測定時間は後者の方が桁違いに長いのである。以下に励起光強度と 1 点の測定時間さらにディテクタまでの距離、サンプルディテクタ間のミラー・レンズ・フィルタの数の概算を表 5.1 にまとめた。これらの値から概算としてディテクタに入るエネルギーで比較してみる。なおディテクタの検出面で結像していると仮定し、検出面積は測定間隔の 2 乗とした。またレンズの開口値は無視し、光が距離の 2 乗に反比例して小さくなると考えた。ミラーやレンズ、フィルタは反射率、透過率を 90%として計算した。

$$\text{マッピング: } 10^7 \text{ mW/cm}^2 \times 0.001 \text{ s} / 1^2 \times 0.9^{10} \times 100^2 \mu\text{m}^2 = 3.5 \times 10^2 \text{ Ws}$$

$$\text{イメージング: } 10 \text{ mW/cm}^2 \times 100 \text{ s} / 0.2^2 \times 0.9^5 \times 50^2 \mu\text{m}^2 = 3.7 \times 10^2 \text{ Ws}$$

この結果から、マッピングでは励起光の強さと 1 点に対する測定時間の短さが相殺し、検出器に達する光のエネルギー(光子数)はマッピングとイメージングでは同程度になると考えられる。さらにカタログ値では 950nm 付近の量子効率光電子増倍管に比べ CCD の方が 10 倍大きい事もイメージングが高速・高感度である要因と考えられる。

さらに前項で触れたようにフルウエハの測定の際の測定間隔(ピクセルサイズ)はマッピングが 100 $\mu\text{m}$  に対して、イメージングが 50 $\mu\text{m}$  と情報量として 4 倍となっており、高速、高感度に加えて、高分解能であると言える。

表 5.1. PL マッピングと PL イメージングの比較(概算)

	励起光強度	1 点の測定時間	ディテクタまでの距離	ミラー・レンズの数	測定間隔
マッピング	10 mW/(10 $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	1 ms	1 m	10	100 $\mu\text{m}$
イメージング	10 mW/cm <sup>2</sup>	100 s	0.2 m	5	50 $\mu\text{m}$

### 参考文献

- [1] N. E. Korsunskaya, V. Kushnirenko, I. Tarasov, and S. Ostapenko phys. stat. sol. (c) **2**, No. 6, p1892 (2005)
- [2] S.K. Chada, Y. Koshka, and M. Yoganathan, J. Electronic Mater, **35**, No. 4, p630 (2006)
- [3] Mt. Wagner, B. Magnusson, W. M. Chen, AND E. Janzen, Phys. Rev. B **66**, 115204 (2002)
- [4] W. J. Choyke and L. Patrick, Phys. Rev, **127**, No. 6, p1868 (1962)
- [5] M. Tajima, E. Higashi, T. Hayashi, H. Kinoshita, and H. Shiomi, Appl. Phys. Lett. **86**, 061914 (2005)

- [6] Mt. Wagner, B. Magnusson, W. M. Chen, E. Janzén, E. Sörman, C. Hallin, and J. L. Lindström. Phys. Rev. B **62**, No. 24 16556 (2000)
- [7] E. Sörman, N. T. Son, W. M. Chen, O. Kordina, C. Hallin, and E. Janzén, Phys. Rev. B **61**, No. 4, p2613 (2000)

## 5. 結論

本研究では、次世代半導体として有力視されている SiC、特に高速デバイス向けの基板材料として考えられている半絶縁性の 6H SiC について、結晶中に存在する欠陥の解析を行った。室温 PL スペクトルで観察されている 1.2~1.3 eV の発光帯の原因となる深い準位は半絶縁性を司っている可能性があり、本研究ではこの発光について PL および PL 励起スペクトル測定により詳しく解析を行った。その結果、室温で 1.2 eV 付近にピークを持つ発光は低温において観察される UD-3 と呼ばれる欠陥に起因する発光であることが明らかになり、この帯域の発光は以前報告のあった  $V_{Si}$  起因の 1.3 eV 付近にピークを持つ発光との 2 種に明確に区別されることが分かった。これらの欠陥 UD-3、 $V_{Si}$  は半絶縁化を実現させていると思われる深い準位として詳しく研究されているが、本研究によりこれらの欠陥起因の発光を室温の below-gap 励起で励起できることが明らかになった。

さらに PL マッピングによりこれらの発光分布を解析したところ、UD-3 については below-gap 励起で選択的に欠陥を励起することで転位分布と良く対応する PL トポグラフが得られた。この結果から、UD-3 も  $V_{Si}$  と同じように転位との相互作用があること、またこの関係を利用すれば発光分布から転位分布を評価することが出来ることが示唆された。さらに  $V_{Si}$  については below-gap 励起では above-gap 励起の場合に比べ侵入長が大きいいため深さ方向の欠陥分布を良く反映した PL トポグラフを得ることができた。

PL トポグラフを高速に得るための手法として用いた PL イメージングでは、below-gap 励起で光源に可視光を用いたことで紫外励起に比べバックグラウンドのノイズが少なく、安全性も高い測定系となり、フルウエハの欠陥分布を非破壊かつ秒オーダーと非常に高速な測定を実現できたことは特筆すべきである。

以上のように本研究は起源不明とされていた室温の 1.2 eV 発光について UD-3 欠陥が起源であり、その欠陥は転位欠陥と相互作用するという 2 つの知見を得ることができ、UD-3 の起源の解析を進展させた。さらに below-gap 励起を用いた PL トポグラフィによってフルウエハに対して高速高感度な転位欠陥の検出が可能であることを示した。特に、ウエハの評価手法として below-gap 励起 PL イメージングが非常に有効であることを実証した。この結果は SiC の結晶性の改善に大きく貢献すると確信する。

## 謝辞

本研究を進めるにあたり、多くの方々に御世話になりました。ここに深く感謝の意を表します。

研究活動全般にわたり格別なる御指導と御高配を賜りました東京大学工学系研究科電子工学専攻の指導教員である、JAXA 宇宙科学研究本部の田島道夫教授に甚大なる謝意を表します。また、研究全般において細やかなご助言および実験の補助をしてくださった、田島研究室の豊田裕之助教、プロジェクト研究員の足立真寛氏に深く感謝致します。

また、研究全般にわたって、細やかなご助言を頂いた、東京大学大学院工学系研究科電子工学専攻の杉本広紀氏、星乃紀博氏、荻原崇氏、中山啓之氏、総合研究大学院大学物理科学研究科宇宙工学専攻の吉田和生氏、中川聡子氏、明治大学大学院理工学研究科の井上雅晶氏に心から感謝いたします。

最後に二年間を通し多方面においてご協力くださいました西川三千代秘書、飯出敦子秘書、本研究において様々なご支援を頂いた、明治大学理工学部電気電子工学科の池辺正俊氏、岩井隆晃氏、慶応義塾大学理工学研究科の平野梨伊氏、電気通信大学電子工学科の岩田泰彰氏に心から感謝します。

最後になりましたが、修士課程に進学する機会を与えてくださり、あらゆる場面で私を温かく見守り続けてくれた両親に深く感謝いたします。

## 本研究に関する発表文献

### 論文

1. H. Isono, M. Tajima, N. Hoshino, H. Sugimoto, “Rapid characterization of SiC crystals by full-wafer photoluminescence imaging under below-gap excitation ”, Materials Science Forum Vols. 600-603 (2009) pp 545-548.
2. M. Tajima, N. Hoshino, H. Isono, E. Higashi, “Characterization of defects in SiC wafers by room-temperature photoluminescence mapping” The Forum of the Science and Technology of Silicon Materials(2007), pp 357-363.

### 発表

1. H. Isono, M. Tajima, N. Hoshino, H. Sugimoto, “Rapid characterization of SiC crystals by full-wafer photoluminescence imaging under below-gap excitation ”, International Conference on Silicon Carbide and Related Materials 2007 (ICSCRM2007), Otsu, Japan, October 14-19 (2007).
2. 田島道夫, 星乃紀博, 磯野秀明, 杉本広紀, “Below-Gap 励起によるフルウエハーPL イメージングを用いた SiC 基板の高速評価”, 第 68 回応用物理学会学術講演会 4p-T-14 (2007)
3. M.Tajima, N. Hoshino, H. Isono, H. Sugimoto, “Characterization of defects in SiC wafers by room-temperature photoluminescence mapping”, The Forum of the Science and Technology of Silicon Materials 2007, nigata, Japan, November 12-14(2007)
4. 磯野秀明, 田島道夫, “Below Gap 励起 PL トポグラフィを用いた SiC ウエハの欠陥検出” 第 17 回シリコンカーバイド(SiC)及び関連ワイドギャップ半導体研究会 (2008.12.8-9 大田区産業プラザ)