

氏名（本籍）	鶴見大輔（東京都）
学位の種類	博士（理学）
学位記番号	乙第1074号
学位授与の日付	平成27年3月20日
学位授与の要件	学位規則第4条第2項該当
学位論文題目	<b>Dopant Contrast Imaging of InP using Scanning Electron Microscopy</b> (走査電子顕微鏡を用いたInPのドーパント二次元分布観察)

論文審査委員	(主査) 教授 本間 芳和
	教授 趙 新為 教授 長嶋 泰之
	教授 目黒多加志 教授 渡辺 一之

## 論文内容の要旨

この論文は、ドーパント二次元分布観察手法である走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy, SEM) を化合物半導体デバイスの研究開発/製造に活用する上での三つの重要課題を解決し、実用可能な観察技術を構築した成果をまとめたものである。

論文は、以下の6つの章から構成されている：

- 第一章 研究の背景と目的
- 第二章 実験方法
- 第三章 (課題1) 試料作製技術の開発
- 第四章 (課題2) 観察技術の開発
- 第五章 (課題3) 異種材料接合界面の解釈方法の確立
- 第六章 まとめ

第一章では、本研究の背景を説明し、目的を明示した。

今日の高度情報化社会は、半導体デバイス技術をはじめとする多くの技術により成り立っている。中でも、①直接遷移型 ②高電子移動度 ③高耐圧 といった特徴を有する化合物半導体を活かして実現されたレーザーダイオードなどの光デバイスや高速・低消費電力

の電子デバイスは、現代社会において必要不可欠な存在となっている。それ故、これら化合物半導体デバイスは更なる性能向上やコスト低減が求められる。それに応えるためには様々な技術領域の進歩が必要であり、その一つに解析技術がある。中でも、デバイス特性に大きな影響を与えるドーパントの二次元分布の評価技術は重要である。そのため、多くの評価技術が研究されている。デバイスの研究開発/製造用途という観点から考えた場合、これら手法の中で最も魅力的な手法はSEMである。これはSEMが迅速性と高い空間分解能、基本的な感度を有するためである。一方で、SEMは試料作製によりコントラストが減少し感度が低下する、観察時の再現性が低い、異種材料接合界面におけるコントラストの解釈が困難である、という課題があり、活用するには十分なレベルにあるとは言えなかった。そこで本研究では、SEMの抱える主要な三つの課題であった、高感度を実現する試料作製技術の開発、再現性の高い観察技術の開発、異種材料接合界面のコントラスト解釈方法の確立に取り組んだ。そして、化合物半導体デバイスの研究開発/製造に活用可能なドーパントの二次元分布観察技術を構築することを目指した。

本研究において、分析試料はインジウム燐(InP)系の化合物半導体材料を用いた。InP系材料は脆いため試料作製による影響を受けやすい。加えて、バンドギャップがGaNやSiCほど小さくなくSEMで得られる信号量が小さい。そのため、InP系材料は化合物半導体の中で最も観察の難しい材料の一つである。つまり、InP系の材料を用いて上述の課題を克服する技術を構築すれば、GaAs, GaN, SiCなどの他の化合物半導体材料へも広く応用することが可能である。このような理由により、InP系の化合物半導体材料を選択した。

第二章では、実験方法を説明した。本研究で用いたサンプルの構造や作製方法、SEMの観察・評価方法などを記し、SEMにおいてドーパントの分布はドーパントコントラストにて評価されることを述べた。

第三章では、高感度を実現する試料作製技術の開発を行った。半導体デバイスの解析において、不良個所は通常1  $\mu\text{m}$ 以下の範囲に存在する。そのため、解析用の断面作製には1  $\mu\text{m}$ を切る精度が要求される。この精度を有する断面作製手法はイオンミリングしかなく、イオンミリングで加工した断面で評価をする必要があった。しかし、これには二つの問題があった。一つは表面凹凸の生成である。イオンミリングを行うと表面凹凸が生成され、それがコントラストとして捉えられるため、正確なドーパント分布の観察には障害となる。そのため、この凹凸は取り除く必要があった。二つ目の問題は、コントラストの低下である。イオンミリングで作製した断面では、SEM像で得られるドーパントコントラストが著しく減少し、ドーパント分布評価に対する感度が低下することが分かっていた。そこで、試料作製方法におけるこれら二つの課題を解決すべく、断面作製方法を検討した。

まず、表面凹凸を抑制するためには、その原因となる加工中のIn原子の拡散を抑制する必要があった。そこで、オージェ電子分光法等で成功例があった試料冷却を試みた。試料

を冷却しつつ、一般に SEM 用断面作製に使用される高エネルギーイオン(4 keV 以上)で加工すると凹凸が確認された。一方、仕上げの加工条件を試料温度が比較的上昇しにくい低エネルギーイオン(2.5 keV 以下)にすることで、凹凸のない平坦な表面状態を得ることができた。次に、コントラスト低下の原因調査として、イオンミリングにより生成される非晶質層の厚みとコントラストの関係を調べた。そして、コントラストが非晶質層の厚みに大きく依存することを明らかにした。更に、低エネルギーイオンで加工することにより非晶質層を薄くし、高コントラストの、つまり、高感度の断面作製に成功した。今回の試料作製技術は GaAs, GaN, SiC 等の他の化合物半導体に広く適用できると考えられる。

第四章では、再現性の高い SEM 観察技術の開発に取り組んだ。観察において再現性は極めて重要であるが、SEM によるドーパント分布評価においては、観察中に発生するコンタミネーションによって、観察を重ねるごとにコントラストが減少してしまうという課題があった。そこで、このメカニズムを明らかにした上で対策を講じ、再現性の高い観察を可能にすることを目的とした。

最初にエネルギーフィルタを用い、二次電子エネルギー分布を取得した。これを解析し、コンタミネーションは特に 3 eV 以下の低エネルギー二次電子の放出率を低下させることを突き止めた。さらに、ドーパントコントラストは主に 2 ~7 eV のエネルギー帯でコントラストが形成されることを明らかにした。次いで、コンタミネーションが低エネルギーの二次電子に影響を与えるメカニズムを考察した。そして、コンタミネーションが正の電位を発生させ、その電位により低エネルギー二次電子の放出量が減少し、コントラストが低下するモデルを提案した。このモデルの検証として二次電子エネルギー分布の解析、大気暴露による帯電緩和実験を行い、妥当性を示した。これらの結果をもとに、コンタミネーションの影響を受けやすい低エネルギー二次電子を除いて観察を行う対策をとった。これにより、観察を繰り返してもドーパントコントラストは維持され、再現性の高い観察を実現した。加えて、更なる対策手法としてエネルギーフィルタと同時に逆バイアス電圧を印加する手法を検討した。結果、逆バイアス電圧の印加によりコントラストが増大し、コンタミネーションの影響を更に低減することで、高い再現性が得られることを示した。

第五章では異種材料接合界面のコントラスト解釈方法の確立を目指した。化合物半導体デバイスは、一般に異種材料接合界面を有する。しかし、この界面近傍において、得られた SEM のコントラスト解釈は容易ではなかった。これは、SEM のコントラストがドーパント分布だけでなく、異種材料接合によるポテンシャルの変化にも左右されることが理由である。正確なドーパント二次元分布の把握のためには、異種材料接合界面のコントラストへの影響を明確化する必要があった。そこで本研究では、 $p^+-\text{InP}/n\text{-InGaAs}$  界面を用いて異種材料接合界面の影響も考慮したドーパント分布評価法の構築を目指した。

SEM の強度プロファイルと、p 型ドーパントである Zn の二次イオン質量分析(SIMS)

の結果から計算したポテンシャルを用い、異種材料接合界面によるポテンシャル変化がコントラストへ与える影響を調べた。結果、Znの拡散距離が界面から30 nm未満の場合は、異種材料接合界面のコントラストへの影響が支配的となり、Zn拡散の評価が困難であることが分かった。逆に、拡散距離が30 nmを超えると異種材料接合界面の影響は小さくなり、正確なドーパント分布評価が可能なことを明らかにした。今回は、 $p^+-\text{InP}/n\text{-InGaAs}$  界面に関して評価を行ったが、今回の異種接合材料界面がコントラストに与える影響を考慮しドーパント分布を評価する本手法はどの界面でも適用が可能であると考えられる。

第六章では、全体のまとめを述べた。本研究ではSEMを用いたドーパント二次元分布評価手法を研究開発/製造に活用する上での主要な三つの課題解決を行った。試料作製に起因するコントラスト低下の課題は、コントラストがイオンミリングにより生成された非晶質層の厚みに大きく依存することを明らかにした。そして、低エネルギーイオンで加工することにより非晶質層を薄くし、高コントラストの断面作製に成功した。SEM観察の再現性が低い問題は、観察時に付着するコンタミネーションにより特に低エネルギーの二次電子の放出が減少することが原因であることを突き止めた。これに基づき、コンタミネーションの影響を受けやすい低エネルギー二次電子を除いて観察を行う対策をとり、再現性の高い観察を実現した。異種材料接合界面のコントラスト解釈の問題に対しては、SIMSに基づくポテンシャル計算結果を用い、異種接合材料界面の影響を考慮に入れた上でドーパント分布を評価する手法を確立した。

このように、SEMを用いたドーパント二次元分布評価手法を活用する上での障害となっていた、試料作製技術、観察技術、異種材料接合界面の解釈方法に関する三つの課題を解決し、実用可能な観察技術を構築した。これにより、今後、本手法が化合物半導体デバイスの解析に一層活用され、業界の発展に寄与することを期待する。

## 論文審査の結果の要旨

本論文は、半導体デバイス中のドーパント二次元分布観察手法として走査型電子顕微鏡(SEM)を取り上げ、SEMにおける三つの主要課題を解決し、実用的な観察技術を構築した成果をまとめるとともに、ドーパントによるコントラスト生成の原理を考察したものである。

論文は英文で全6章からなっている。

第1章は序論で、研究背景と半導体デバイス中のドーパント二次元分布観察の必要性、SEMを用いる利点と問題点を述べ、論文著者が本研究を開始するに至った経緯について詳述している。

第2章は実験方法について述べたものである。本研究で用いた観察試料の作製方法に

ついて詳述するとともに、SEM におけるドーパントコントラストとその発現原理に関する主要なモデルを紹介している。

第 3 章は、SEM により InP 系材料の断面のドーパントコントラストを観察するための試料作製技術開発について記述している。半導体デバイスの解析において、1  $\mu\text{m}$  以下の微小部に存在する不良個所を収束イオンビームで切り出し、デバイス断面を SEM 観察する必要がある。しかし、InP 系材料にイオンミリングを行うとドーパントコントラストが著しく低下し、ドーパント分布評価が困難になるという問題があった。イオンミリングによりコントラストが低下する原因として、イオンミリングにより形成される非晶質層の影響が考えられる。論文著者は、非晶質層の厚みと得られるコントラストの関係を明らかにし、低エネルギー (1.5 keV) のイオンを用いることにより非晶質層を自然酸化膜と同程度の厚みに低減してドーパントコントラストを実現した。最もイオン損傷を受けやすい InP 系材料で確立した本技術は GaAs, GaN, SiC 等の他の化合物半導体にも適用可能と考えられる。

第 4 章では、SEM 観察を繰り返すことによるドーパントコントラストの低下の問題に取り組んでいる。通常の SEM 装置の真空度では電子線照射に伴い試料表面に炭化水素の焼き付きによる汚染層が堆積する。これは二次電子強度を低下させるだけでなく p 型と n 型のドーパントの間のコントラストを消失させる。論文著者は、エネルギーフィルタを用いて二次電子のエネルギー分布を解析し、ドーパントコントラストが 2~7 eV のエネルギーを持った二次電子によって形成されていること、及び汚染層の堆積により 3 eV 以下の二次電子がコントラストを低下させることを明らかにした。さらに、その理由として、電子線照射が汚染層に正電荷を発生させ、その電位により低エネルギーの二次電子放出量が低下するというモデルを提唱している。この結果に基づき、3 eV 以上の二次電子を用いて SEM 像を取得することにより、再現性の高いドーパント二次元分布の取得を可能にしている。

第 5 章では、異種材料接合界面におけるドーパントコントラストの解釈の問題を扱っている。InP/InGaAs のような異種接合界面では、接合界面のポテンシャル変化も SEM 像のコントラストを生じるため、SEM 像からドーパント二次元分布を把握するためには、異種接合自体の影響を明らかにする必要がある。論文著者は、p 型ドーパントである Zn について、InP 層から InGaAs 層への拡散を二次イオン質量分析法で分析した結果を用いて InP/InGaAs 接合界面におけるポテンシャル変化を計算し、これと SEM 像のコントラストを定量的に比較することで、異種接合界面によるポテンシャル変化の影響を解明した。この結果、Zn の拡散距離が界面から 30 nm 以内では異種接合界面の影響が大きいのに対し、30 nm を超えると SEM 像から正確な Zn 分布評価が可能であると結論づけている。

第 6 章は論文全体のまとめで、本研究を総括し、ドーパントコントラストの起源についても著者の考えを展開している。

本論文の意義は、第一に、半導体デバイスの研究開発、故障解析において必要な微小・指定領域のドーパント二次元分布解析に対して、SEM を用いた評価・解析法を実用的なものとして確立したことにある。SEM によりドーパントコントラストが観察できることは既

知であるが、実際に適用する場合にはイオンミリングによる非晶質層や SEM 観察における汚染層が観察の妨げとなっていた。本研究は、InP 系という最も損傷を受け易い材料を対象に、実用的な断面試料作製技術と汚染層の影響の低減化を実現している。加えて、異種材料接合が存在する影響を把握することにより、信頼性の高いドーパント二次元分布観察を可能にした。

第二に、本論文は解釈が十分に確立していない二次電子像コントラストの成因に関して、定量的な実験データを与えることにより、従来より踏み込んだ考察を可能にした。

具体的には、ドーパントコントラストの起源が p-n 接合の内蔵電位にあることを明らかにして、表面の非晶質層の形成によるドーパントコントラストの低下は内蔵電位の消失ないしは均一化として説明している。また、表面汚染層に関しては、正の帯電が表面電位の変化を引き起こすことを考察している。これらは、今後、二次電子放出現象を物理の対象として理論的に扱う上での嚆矢となると期待される。

以上のように、本論文は、デバイス中のドーパント二次元分布解析という実用面に寄与するとともに、その背後にある二次電子放出の物理に関して新たな知見を得たものである。よって、本論文は学位（博士）論文として十分価値あるものと認める