

エリプソメトリ観察でわかる界面

その1: SiC 酸化膜界面を埋もれたままで観る

産業技術総合研究所 吉田貞史

1. SiC 酸化膜界面特性改善

半導体デバイスでは様々な接合が利用されており、それ故、接合界面特性がデバイス特性を決める。それはSiCデバイスも例外ではない。特にMOSFETにおいてはMOS界面特性が重要であり、SiCでもMOS界面特性の改善が大きな課題として残されている。この課題を攻めるには、

- I. 界面特性の評価手法の確立
- II. 界面構造の正しい知見の修得
- III. これらを結びつける物理の解明

の3つの研究を連携して進めることが重要である。連携の話は他に譲り*、ここではIIに関わる界面観察法の一つである偏光解析（エリプソメトリ）を例として、界面評価に関する余談を述べる。

2. 界面構造の観察

界面とはある層と層との境界面（2次元の広がりをもつ「面」）であり、界面の観察は、この界面の結晶学的・幾何学的（結晶格子のつながりや界面の凹凸）構造あるいは組成的（組成、濃度、結合状態）構造を観測することである。しかし、2つの層の間にそれらとは異なる層（界面層）が挟まっていることがしばしばある。それは、組成や結晶構造が2つの層の間中間的な層（遷移層や混合層）であることが多いが、両層とは異なる結晶構造や組成を持つ層であることもある。よって、界面の観察では、このような界面層の存在の有無を含めた観察ということになる。

界面を観察する方法として、沢山の手法が用いられているが、それらは大きく

- ① 界面に垂直な切断面を見る、あるいは分析する方法、
- ② 上の層を除去して界面をむき出しにして見る、あるいは掘りながら分析する方法、
- ③ 上の層を通して界面の構造を見る、あるいは分析する方法、

の3通りに分類することができる（図1-1）¹⁾。

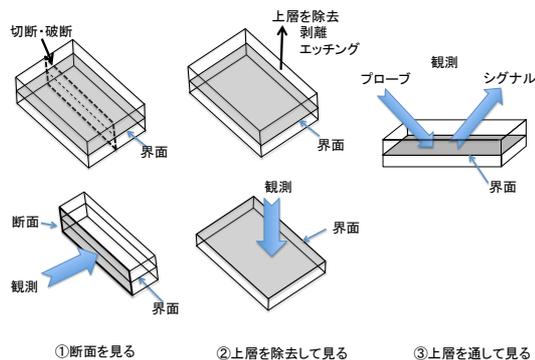


図1-1 界面を観察する3つの方法

*2012年当時、SiCデバイス実用化を目指したプロジェクトが3つ平行して進められていました。SiC酸化膜の問題はSiCデバイス実用化で避けて通れぬ基礎課題であり、いずれのプロジェクトにおいても取り上げられ、ばらばらに行われていました。この状況に鑑み、3プロジェクトで横断的に議論ができないかと考え、各プロジェクト参加の有志が集まり「SiC酸化膜界面検討会」を立ち上げました。2012年9月より1-2ヶ月に1回程度の頻度で討論会を開催し、上記3つの立場からその現状と課題、解決法などについて議論してきました。

切断面上では界面は「境界線」として現れるので、観測手法は切断面という表面を観察する（面内二次元分布測定）ことになり、界面の凹凸は境界線に沿っての一次元情報となる。界面の上の層を界面状態を変えないようにして除去することができれば、界面を「表面」にすることができ、様々な表面観察手法が使える。よって、①、②は直接界面を見る方法であり、情報はストレートである。しかし以下のような問題（心配事）がある。

i) 観察準備で界面を変化させる恐れはないか？

- ・切断や上層除去で界面層をあらわにすることは、界面を大気や真空中に晒すことになる。このことにより応力分布の変化や酸化・吸着の影響がないだろうか？切断や上層除去というプロセスによって界面が壊れるあるいは変化する、すなわち構造変化（欠陥導入）、組成変化（混合層）などが起きているのではないだろうか？

- ・上層を完全に除去できただろうか？*1 下層まで食い込んでいないかだろうか？測定範囲全面で原子層オーダーの表面平坦性が保たれているだろうか？

ii) 界面層とバルク層からの信号の区別ができているだろうか？

- ・界面はバルク層（ $\sim 10^{22} \text{cm}^{-3}$ ）に比べて原子数が何桁も少ない（ $\sim 10^{15} \text{cm}^{-3}$ ）が、検出感度は十分だろうか？バルク信号に埋もれた界面情報を区別検出できるだろうか？*2

- ・切断試料も厚さがあるので、断面の最表面からの信号だけでなく少し深いところからの信号も検出する。よって断面から見て試料の奥行き方向の界面付近の情報が重なる。もし厚さ方向に不均一であれば厚さ方向の平均値となり、あたかも界面層、あるいは遷移層があるように見える場合がある（図 1-2）*3。

これに対して③の上層を通して界面の構造観察や分析する手法は上記のような心配がない方法である。

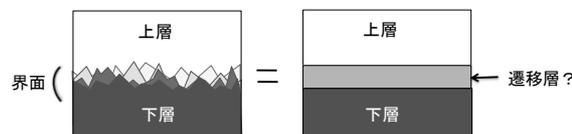


図 1-2 切断面試料の奥の凹凸の重なり。遷移層があるように見える

3. 上層を通して観察する方法とその問題点

界面を上層を通してみる方法は、いわば「埋もれた界面」*4をそのままの状態を観察できる方法であり、上記の i), ii)の心配の無い最も理想的な方法である。しかし、観測が可能なのはプローブビームや界面の情報を含んだ信号ビームが上層を透過できることが条件であり、上層が極めて薄い場合を除いて*5観測手法が限られている。実際にはビームとして高エネルギーイオン、上層が透明となる波長の光、X線などが候補となる。具体的には、高エネルギーイオンを用いるラザフォード後方散乱 (RBS) 法、光の反射波・透過波の測定 (エリプソメトリなど)、X線を用いる X線反射率法(XRR)などがある²⁾。

*1 犠牲酸化膜を HF 等で剥がした表面には界面層物質が残っているという報告もある。

*2 例えば、SiC 中の C と界面の C 不純物との区別、前者 (10^{15}cm^{-2} オーダ) は後者より桁違いに多い。

*3 断面 TEM 観察によるミス解析の例を (その 7) で触れる予定である。

*4 最近中性子線や X 線解析の分野で「埋もれた界面の解析」という言葉が良く使われている。³⁾

*5 上層が極めて薄い層であれば、例えば電子の脱出深さ ($\sim 10 \text{nm}$) 以下であれば、電子ビームを用いる手法も適用可能となる。

①、②の方法では界面からの信号が直接得られるので界面の情報解析には余り問題が無い。しかし③の方法では界面の信号が上層及び下層からの信号に混じって、あるいは影響されて観測される。このため、得られた信号から界面の情報を抽出する必要がある。このためには、解析に当たって構造モデルを作り、シミュレーション結果と比較することによって界面情報を得ることが行われている。このため、解析のための適切なモデルの構築が重要となる。モデルはいわば仮説であるので、この仮説が妥当であるか否かの判定が必要である。

③の手法は試料に触れないで、また試料を壊さないで観測が可能な非接触・非破壊観察法であるため、その場観察が可能であることも特徴である。また、測定が自動化されており追従が早ければ実時間観察が可能であり、様々なプロセスの機構解明に用いられると共に、プロセスが設定されたとおりに進んでいるかを監視するプロセスモニタリングにも適用できる。

4. 分光エリプソメトリによる SiC 酸化膜界面観察

これまで SiC 酸化膜界面観察には様々な手法が適用され、沢山の報告がなされてきた。しかしその多くは①、②の方法であり、上記 i), ii) の心配がぬぐいきれず、互いに矛盾した報告もあり、未だに界面構造が明確になっていないのが現状である。SiC 熱酸化膜は Si 上と同様に SiO₂ であり、紫外～可視域で透明である。このことは紫外光・可視光を用いて酸化膜を通して界面を観ることができ、光学測定にはうってつけの構造である。そこで、我々は③の手法に属するエリプソメトリ（偏光解析）を用いて SiC 酸化膜界面の構造解析を試みてきた。

次回以降、エリプソメトリ測定やその解析、あるいは SiC 酸化膜界面構造に関わる事項を Q & A 形式で述べてみることにした。

(その2) なぜエリプソメトリか：なぜサブ nm の感度・精度があるのか？

(その3) 解析モデルは妥当か：解析に必要な構造モデルは仮説か？

(その4) 界面には何があるか：界面構造はどのように解析されるか？

(その5) 波長分散と分光エリプソメトリ：分光エリプソメトリにはどんなメリット？

(その6) SiC 酸化機構とその場実時間観察：プロセス診断に現地実況中継は役に立つか？

(その7) SiC 酸化膜界面評価・課題と期待：どんな問題・課題が残されているか？

引用文献

- 1) 吉田貞史：界面構造の観察、界面組成の分析、in 「異種材料界面の測定と評価技術」、石井淑夫監修（テクノシステム、2013）pp.531-545.
- 2) 薄膜の評価手法に関しては、例えば、
 - ・金原繁監修「薄膜の評価技術ハンドブック」（テクノシステム、2013.1）
 - ・日本学術振興会薄膜第 131 委員会編「薄膜ハンドブック（第 2 版）」（オーム社、2008.3）
- 3) 例えば、
 - ・第 59 回応用物理学会関係連合講演会シンポジウム「中性子線・X 線のコラボレーションによる薄膜・多層膜の埋もれた界面の解析の新しい展開」（2012.3）、
 - ・第 75 回応用物理学会秋季講演会シンポジウム「X 線反射率、表面 X 線散乱による埋もれた界面の解析における位相問題—新光源への期待」（2014.9）