

11 電子顕微鏡による貫通らせん転位の観察

はじめに

pn 接合での逆バイアス時の電流のリークが、特定の貫通らせん転位位置で発生するという現象は、1999 年に Neudeck[1]らが報告しています。当時 4H-SiC 結晶にはマイクロパイプがある程度の密度で存在しており、それらの欠陥は $\mathbf{b} = \pm n[0001]$, $n \geq 2$ のバーガース・ベクトルを持つ内部が空洞化した貫通らせん転位と定義されていたので、 $\mathbf{b} = \pm n[0001]$, $n \geq 2$ なる貫通らせん転位が 4H-SiC ウエハやエピ膜中にわずかに存在していて、それらの特殊な貫通らせん転位が結晶中に存在するのではないかと議論され、pn 接合逆バイアスでリークの原因を調べた実験では、これらの転位がリークを起こしている可能性などが考えられていました。

NEDO プロジェクト「パワーエレクトロニクスインバーター基盤技術の開発」(2006-2008)でも pn 接合での逆バイアス時の電流のリークが、ある特定の貫通らせん転位位置で発生するという現象を観察しました[2]。これらの特定の貫通らせん転位はキラ欠陥などと呼ばれていました。この pn 接合での逆バイアス時の電流のリークについては、**連載 1**で紹介しました。この特定の貫通らせん転位について、その後調査が行われています。また貫通らせん転位一般についていくつかのグループにより調査が行われています。以下にそれらについてのべます。

貫通らせん転位の収束電子回折法による観察

凸レンズによって構成された虫眼鏡では、平行な光の入射波は凸レンズで進向きを変え、焦点の位置に収束させることができます。電子レンズを使って電子線に対して凸レンズを形成させると、虫眼鏡の場合と同様に平行な電子線を 1 点に収束させることができます。収束した電子ビームを使って、回折実験を行う手法を収束電子回折法と呼んでいます[3,4]。この手法で転位を観察する際の配置の例を図 1 に示します。

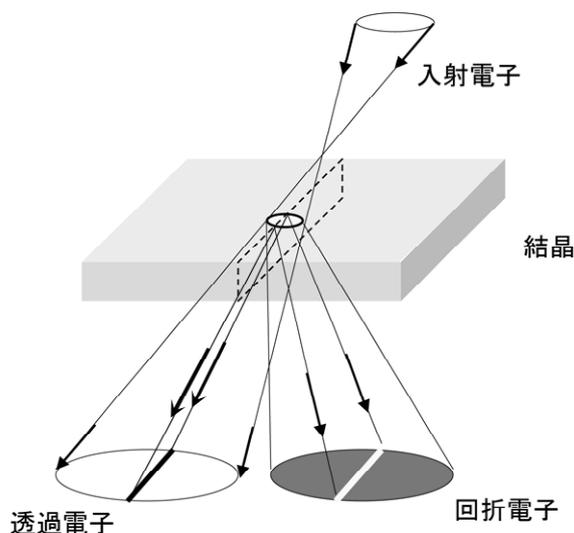


図 1 大角度収束電子回折法の概略図

図に示すように、収束電子回折法では、入射電子は平行ビームではなく、さまざまな角度から入射します。あるブラッグ反射に回折条件をあわせ、収束電子回折図形を観察すると、転位や積層欠陥などの格子欠陥を含まない完全結晶の場合、ブラッグ条件を満たしているところに 1 本の強い回折強度を持つブラッグピークが現れ、そのピークの周りに弱い副極大などが現れます。このような収束電子回折図形を転位などの格子欠陥の位置で観察すると、ブラッグピークは分裂し、分裂の節の数を n とすると下記のように観察されます。

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n$$

\mathbf{g} は観察している反射の逆格子ベクトル、 \mathbf{b} は観察している転位のバーガス・ベクトル、 \cdot はスカラー積を示しています。上記の関係はチャーンスープレストン則(Cherns-Preston Rule) [5] などとも呼ばれています。これらの図形は透過型電子顕微鏡を用いて容易に観察することができます。図 2 に逆バイアスでリークを起こしたとされる転位の 00012 反射で観察された大角度収束電子回折図形を示します。

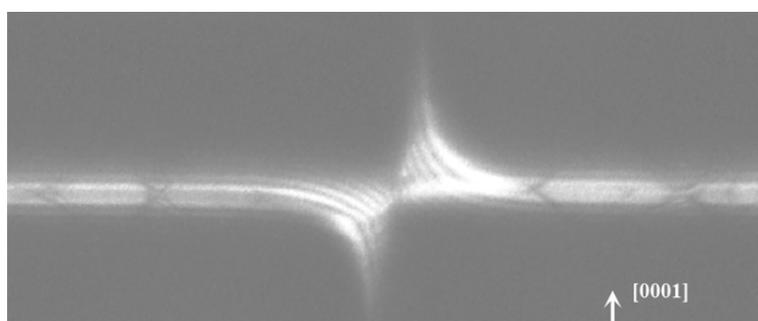


図 2 00012 反射の大角度収束電子図形で観察される貫通らせん転位位置でのブラッグピークの分裂

ブラッグピークは中央付近で 13 本に分裂しており節の数は 12 となり貫通らせん転位のバーガス・ベクトルの c 軸方向の成分は $\mathbf{b} = \pm [0001]$ を示しています。その後我々は問題となっているとされる貫通らせん転位についてある程度の数の貫通らせん転位について 00012 反射の収束電子回折図形を調査しましたが、 $\mathbf{b} = \pm [0001]$, $n \geq 2$ なる貫通らせん転位を見つけ出すことはなく、そのような転位は観察されなかったと結論しました。チャーンスープレストン則を利用したこの観察は、貫通らせん転位のバーガス・ベクトルの c 軸方向の成分のみに着目しました。

一方で pn 接合での逆バイアスリークの問題とは関係なく、X 線トポグラフの観察より一般的に貫通らせん転位と呼んでいるものも中に $\mathbf{b} = \pm [0001]$ のものと $\mathbf{b} = \pm [0001] + 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ と考えられる 2 種類の転位が存在していることが報告されています[6,7]。この転位は純粋な貫通らせん転位と貫通刃状転位が反応して一本の転位になったと考えることができます。近年、収束電子回折図形の観察によりこのバーガス・ベクトル $\mathbf{b} = \pm [0001] + 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ の転位の存在は確認されています[8]。

ところが近年、収束電子回折図形の解析より、通称貫通らせん転位と分類されている転位の中に $\mathbf{b} = \pm [0001] + \langle 1\bar{1}00 \rangle$ なる巨大なバーガス・ベクトルを持つものが報告されています[9]。このバーガス・ベクトルは基底面に平行でなおかつ大きな変位成分を持っており、当初予測されなかったバーガス・ベクトルだと考えられます。この貫通転位は 1 本の貫通らせん転位と 2 本の貫通刃状転位が $\mathbf{b} = \pm [0001] + 1/3 \langle 1\bar{2}10 \rangle + 1/3 \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ が反応して 1 本の貫通転位になったと考えることもできます。これらの巨大な

バーガース・ベクトルを持つ転位は結晶成長時に built in された転位であることを考慮すると、それぞれの貫通転位の周りの格子歪みによる弾性エネルギーは局所的な極小部に落ちているために準安定的に存在しているとも考えられます。

貫通らせん転位の透過電子顕微鏡法による解析

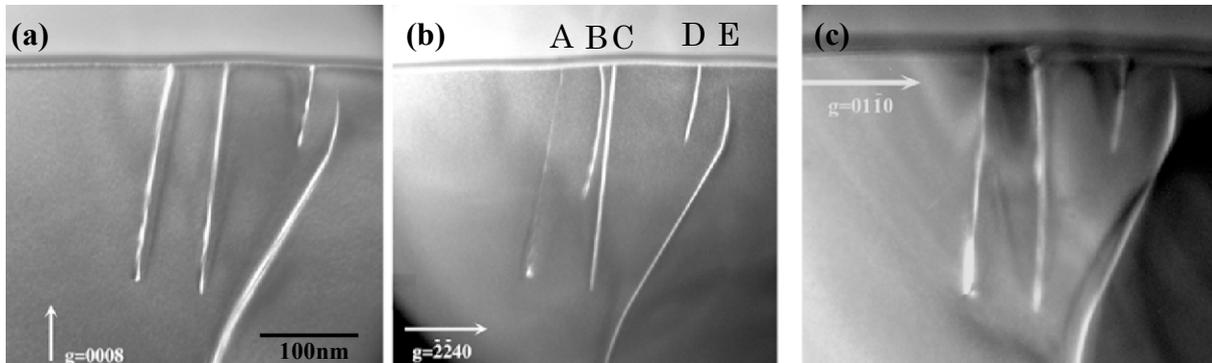


図 3 透過型電子顕微鏡で観察した貫通転位。(a) $g=0008$, (b) $g=2\bar{2}40$, (c) $g=01\bar{1}0$ の暗視野弱ビーム像。

$\mathbf{b} = \pm[0001] + \langle 1\bar{1}00 \rangle$ なる転位の存在が収束電子回折図形の解析により明確になりましたが、通常の透過型電子顕微鏡による $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ 解析によってもその存在は容易に追認することができます。図 3 は透過型電子顕微鏡で観察した 4H-SiC の各種の貫通転位を示しています。回折条件を変えて同じ試料を観察しています。(a)は 0008 反射がブラッグ条件を満足する状態での暗視野像、(b)は $2\bar{2}40$ 反射がブラッグ条件を満足する状態、(c)は $01\bar{1}0$ 反射がブラッグ条件を満足している状態です。貫通転位があたかもエピ膜の途中で生成しているようにも見えますが、これは透過型電子顕微鏡観察用の薄膜試料の側壁面で転位が途切れてしまっていることを示しています。転位 B は図 3 (a) $g=0008$ と(c) $g=01\bar{1}0$ でコントラストの消失が観察されています。これらの回折条件で $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ を満たしていると考えられ、転位 B は $\mathbf{b} = \pm 1/3[2\bar{1}10]$ を持つ貫通刃状転位であることがわかります。また、転位 C, D, E は上記の(a), (b), (c)の回折条件で観察されているので $\mathbf{b} = \pm[0001] \pm 1/3\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ であることが考えられます。さらに、転位 A は(b) $g=2\bar{2}40$ でコントラストの消失が発生しているため、 $\mathbf{b} = \pm[0001] \pm [1\bar{1}00]$ であると考えられます。

以上見てきたように、通称貫通らせん転位と一括りに呼んでいる転位には、現在までに $\mathbf{b} = \pm[0001]$ 、 $\mathbf{b} = \pm[0001] + 1/3\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ 、 $\mathbf{b} = \pm[0001] \pm \langle 1\bar{1}00 \rangle$ の 3 種類のものがあることが示されています。

参考文献

- [1] P. G. Neudeck, W. Huang and M. Dudley, IEEE Trans. Electron Devices, **46**, 478 (1999).
- [2] T. Tsuji, et al., Mat. Sci. Forum Vol. 645-648 (2010) p913-916.
- [3] 三宅静雄編集 電子回折・電子分光 (物理学実験講座 21) 共立出版
- [4] M. Tanaka, R. Saito, K. Ueno and Y. Harada, Convergent beam electron diffraction II Maruzen-JEOL (1988).

- [5] D. Cherns and A. R. Preston, *J. Electron microscopy Technique* **13** 111 (1989).
- [6] D. Nakamura, S. Yamaguchi, I. Gunjishima, Y. Hirose and T. Kimoto, *J. Cryst. Growth* **204** 57 (2007).
- [7] H. Yamaguchi and H. Matsuhata, *Mat. Sci. Forum* **725** 7 (2012).
- [8] Y. Sugawara, M. Nakamori, Y-Z. Yao, Y. Ishikawa, K. Danno, H. Suzuki, T. Bessho, S. Yamaguchi, K. Nishikawa, Y. Ikuhara, *Appl. Phy. Express.* **5** 081301 (2012).
- [9] S. Onda, H. Watanabe, Y. Kito, H. Kondo, H. Uehigashi, N. Hosokawa, Y. Hisada, K. Shiraishi and H. Saka, *Philos. Mag. Letter* **93** 439 (2013).