## 科学研究費助成事業

研究成果報告書



交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文):金属/半導体界面に電圧印加するため、アルミナとチタン薄膜を用いたTEM試料支持体 を作製した。その支持体に、金属/半導体界面を有する部位を固定した。金属半導体界面を均一厚さで、損傷の 無いTEM観察試料を仕上げる技術および、金属/半導体界面に電圧印加する配線技術を確立した。金属/半導体界 面に、順パイアスおよび逆パイアスを印加し、電流 - 電圧測定を行った。さらに、電子線ホログラフィー観察に よる金属近傍の半導体内部における電位分布の変化から、印加電圧と空乏層厚さの関係を明らかにすることがで きた。

研究成果の概要(英文): In order to apply electric voltage to the interface between the metals and semiconductors, supports of TEM samples composed of an alumina plate and titanium foils was fabricated. Samples including the interface between the metals and semiconductors were fixed on the edge of the supports. We developed TEM sample preparation technique with uniform thickness and no damage, and electrical wiring technique applying electrical voltage to the interface between the metals and the semiconductors. Current-voltage characteristics were measured from the above TEM samples applying the forward bias or reversed bias. The relationships between the applying voltages and the thickness of depletion layers could be clarified using electron holography, which could indicate the potential distribution in the semiconductors at the vicinity of the metals interface.

研究分野:工学

キーワード: 電位分布 ショットキー障壁 金属/半導体 空乏層 電子線ホログラフィー

## 1.研究開始当初の背景

パワーデバイス分野ではシリコンに代わ り省エネ化、さらに、低損失デバイス実現の ため、炭化ケイ素(SiC)、窒化ガリウム(GaN) 等のワイドギャップ半導体の開発が行われ ている。ワイドギャップ半導体では、デバイ ス通電状態でのオン抵抗値は、原理的に従来 のシリコン半導体と比較し約2桁低くなると 予想されている。しかしながら、これまでの SiC および GaN 等の化合物半導体を素子と して動作させるための金属電極開発は、半導 体上に多様な組成の合金層を形成し、様々な 条件で熱処理を行うことにより、ショットキ ー障壁を小さくし、オーミックコンタクトを 実現している。そのため、これまでの電極開 発には多大な労力と時間が必要であった。ま た、金属電極のどのような組成および構造が オーミックコンタクトを可能にしているか 否か、不明なまま開発が進む場合も少なくな い。さらに、将来的にデバイス素子は小さく なる(1µm 以下)ことが予想され、局所領 域の計測技術が不可欠になる。透過型電子顕 微鏡(TEM)による材料の微細構造解析はサ ブナノオーダーさらに、原子分解能での空間 分解能を有し、局所的な組成分析も同時に実 施することが可能である。さらに、局部へ電 圧を印加できれば、電子線ホログラフィー観 察から、金属電極近傍の半導体内部における 電位分布を解析し、ショットキー障壁および キャリアの移動度に密接に関係がある空乏 層厚さを定量的に評価することは原理的に 可能である。以上の手順を踏まえれば、金属 電極の構造と半導体内部のショットキー障 壁との関連を明らかにすることが期待でき る。従って、本研究が目指す金属界面近傍の 半導体内部の電位分布をその場観察するこ とにより、パワーデバイスに必要な電極開発 に重要な指針を与えることができると考え られる。さらに、化合物半導体では、転位、 積層欠陥、マクロパイプ等の欠陥形成を極力 抑える努力がなされているが、現状では SiC で10<sup>3</sup>~10<sup>4</sup>/cm<sup>2</sup>、GaNで10<sup>6</sup>/cm<sup>2</sup>程度の欠陥 密度である。これらの欠陥にはリーク電流が 流れ、欠陥密度とデバイスの歩留まりとの関 連が知られている。欠陥構造と電気特性との 関連は、模式図として示されているものの、 直接観察もしくは、直接測定した報告は皆無 と思われる。パワーデバイスを設計する上で キラー欠陥となる構造とそうでない欠陥構 造とを識別することは、極めて重要である。

## 2.研究の目的

本研究は、金属/半導体界面を有する TEM 観察試料に電圧印加するための局所配線技 術を確立し、かつ、金属/半導体界面に電圧印 加しながら、電子線ホログラフィー観察を併 用し、金属電極近傍の半導体内部の電位分布 変化をその場観察する技術開発を目的とす る。また、電子線ホログラフィー観察の電位 分布解析から、空乏層厚さを定量的に解析す る。さらに、電子線ホログラフィー観察から、 半導体内部に形成された転位等の欠陥近傍 の電位分布測定を行い、電流 電圧特性から 欠陥構造と電気的特性との関連を明らかに し、パワーデバイス設計に重要な知見を得る ことを目的とする。

## 3.研究の方法

シリコン半導体上にチタン金属電極もし くは、アルミニウム電極を形成し、電気測定 (I-V カーブ)を行い、バルク状態での電気 特性を把握した。集束イオンビーム(FIB) マイクロサンプリング法により金属電極 \_ を形成した半導体から微小サンプルを抽出 した。TEM 試料へ電圧印加するため、チタン 薄膜とアルミナプレートを組み合わせた支 持体を作製し、チタン薄膜の端に微小サンプ ルを固定した。その後、金属電極/半導体界 面を TEM 観察できるように FIB 法により薄片 化を行った。さらに、薄片化領域の FIB ダメ ージ層を除去するため、アルゴンイオンビー ムを照射した。以上のように仕上げた金属電 極/半導体試料に、順バイアスもしくは、逆 バイアスを印加し、金属電極近傍におけるシ リコン半導体内部の電位分布を電子線ホロ グラフィーにより評価した。

4.研究成果

金属電極/半導体界面に電圧を印加するた め、試料固定、配線および、TEM 観察試料薄 片化行程を確立した。まず、絶縁体である板 状のアルミナの上にチタン薄膜を固定する。 FIB 装置内部で、金属電極表面にタングステ ンを蒸着し、FIB-マイクロサンプリング法に より金属電極/半導体試料を抽出し、タング ステン蒸着によりアルミナ上のチタン薄膜 の端に抽出した試料を固定した。抽出したサ ンプルを電気的に孤立させるため、チタン薄 膜を FIB により切断した。その後、FIB によ り薄片化を実施するが、均一な TEM 観察試料 に仕上げるため、Ga イオンビームの照射滞在 時間を 10 µs にした。加速電圧は 40 kV か ら開始し、最終段階では、観察試料を±3° 傾斜させて、加速電圧1 kVのGaイオンビー ムを照射した。このような試料に対し、加速 電圧1~0.5 kVのアルゴンイオンビームを照 射することにより Ga イオンビームで形成さ れたダメージ層を除去した。

電圧印加用の TEM 観察試料について、電子 線トモグラフィー法を用い、金属電極/半導 体界面領域の試料厚さに、ほぼ変化が無く、 均一厚さに仕上がっていることを確認した。

以上のような金属/半導体界面を有し、電 圧印加可能な TEM 観察試料に、順バイアスも しくは、逆バイアスを印加し、電流 - 電圧測 定をおこなった。さらに、電子線ホログラフ ィー観察から、金属電極/半導体界面の電位 分布を計測した。金属電極近傍の半導体内部 における電位分布の変化から、空乏層厚さと 印加電圧との関連をとらえることができた。 電位分布については薄片化した試料の厚さ を見積もることにより定量的な評価も可能 であった。

半導体内部に格子欠陥を有する金属/半導体サンプルについても、電子線ホログラフィーを用いて同様な電位分布評価を試みたが、 欠陥および欠陥近傍の回折コントラストの 影響のため、半導体内部の電位分布を正確に 評価することができなかった。そのため、格 子欠陥およびその近傍のコントラストの影響を極小化するため、2 軸傾斜可能なホルダ ーを用いて、実験を遂行することが必要であ る。

5. 主な発表論文等 (研究代表者、研究分担者及び連携研究者に は下線)

〔雑誌論文〕(計4件)

I. Matsui, Y. Takigawa, <u>D. Yokoe</u>, <u>T.</u> <u>Kato</u>, T. Uesugi, K. Higashi, "Strategy for Electrodeposition of Highly Ductile Bulk Nanocrystalline Metals with a Face-Centered Cubic Structure" *Mater. Trans.*, **55**, No. 12, pp1859-1866 (2014).

C. Chen, Z. Wang, <u>T. Kato</u>, N. Shibata, T. Taniguchi, Y. Ikuhara "Misfit accommodation mechanism at the heterointerface between diamond and cubic boron nitride" *Nature communications*, vol. 6, 6327 (2015).

谷口尚、陳春林、<u>加藤丈晴</u>、柴田直哉、幾 原雄一、"ダイヤモンドと立方晶窒化ホウ素単 結晶の接合界面の創成と評価"セラミックス、 51、No.2、pp94-97 (2016).

S. Kitaoka, T. Matudaira, T. Yokoi, <u>D.</u> <u>Yokoe, T. Kato</u> and M. Takata, "Structural Stability Design under Oxgen Potential Gradients at High Temperatures" AMTC Letters, Vol. 5 204-205 (2016).

[学会発表](計5件) T. Hamanaka, <u>T. Kato</u>, A. Takeno, T. Hirayama "Microstructural Characterization of Crazed Polypropylene Film by Scanning Electron Microscopy" The 4th International Symposium on Advanced Microscopy and Theoretical Calculations (AMTC4)(2014)

鈴木隆文、曽布川栄太郎、高橋知里、佐々 木勝寛、<u>吉田竜視、加藤丈晴</u>、徳永智春、山 本剛久 "電気化学反応のその場観察の試 み"日本顕微鏡学会第70回記念学術講演会 (2014)

S. Kitaoka, T. Matudaira, T. Yokoi, <u>D.</u> <u>Yokoe, T. Kato</u> and M. Takata, "Structural Stability Design under Oxgen Potential Gradients at High Temperatures" 5<sup>th</sup> International Symposium on Advanced Microscopy and Theoretical Calculations (AMTC5) (2016).

S. Kitaoka, T. Matsudaira, M. Wada, N. Kawashima, <u>D. Yokoe, T. Kato</u> and M. Takata,"Mass-transfer Mechanisms in Yb-silicate under Oxygen Potential Gradients at High Temperatures" 9th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites (HTCMC-9) (2016).

小林俊介、<u>加藤丈晴</u>、幾原雄一、山本剛久、 BaTiO3 薄膜の陽イオン微小変位計測による ナノドメイン構造解析、応用物理学会第 77 回秋季学術講演会(2016).

[図書](計1件) 加藤丈晴、ナノ材料解析の実際(第8章集 束イオンビーム-走査型電子顕微鏡 (FIB-SEM)) 講談社、105-115(2016).

〔産業財産権〕 出願状況(計0件)

名称: 発明者: 権利者: 種類: 番号: 出願年月日: 国内外の別:

取得状況(計0件)

名称: 発明者: 権利者: 種類: 番号: 取得年月日: 国内外の別:

〔その他〕 ホームページ等 なし

6.研究組織
(1)研究代表者
加藤 丈晴(KATO, Takeharu)
一般財団法人ファインセラミックスセンター
ナノ構造研究所 主任研究員
研究者番号:90399600

(2)研究分担者 横江 大作 (YOKOE, Daisaku) 一般財団法人ファインセラミックスセンタ ー ナノ構造研究所 上級技師補 研究者番号:20590079
吉田 竜視 (YOSHIDA, Ryuji) 一般財団法人ファインセラミックスセンタ ー ナノ構造研究所 技師 研究者番号:50595725
(3)連携研究者 なし

(4)研究協力者 なし