

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 2 年 6 月 18 日現在

機関番号：83906

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06782

研究課題名（和文）金属電極/半導体界面に形成されるショットキー障壁のその場観察技術開発

研究課題名（英文）In-situ observation technique of Schottky barriers around interface between metallic electrode and semiconductor

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・その他部局等・主任研究員

研究者番号：90399600

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,600,000円

研究成果の概要（和文）：金属電極/半導体界面形成されるショットキーバリアを直接観察するため、TEM内でリーク電流を防ぎながらサンプルに電圧印加できるTEM試料支持体を作製した。その支持体に、金属電極/半導体界面を含むサンプルを固定し、金属電極/半導体界面領域を均一な厚さで、ダメージ層の無いTEM試料を仕上げた。金属/半導体界面領域に電圧を印加し、電流-電圧測定を行った。さらに、後方散乱電子線回折法により金属電極結晶および半導体の結晶方位を同定した。そのような領域について印加電圧を変えながら、電子線ホログラフィーを用いて金属近傍の半導体内部における電位分布を計測することにより、印加電圧と空乏層厚さの関係を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

将来のパワーデバイス分野で必要とされる炭化ケイ素（SiC）や窒化ガリウム（GaN）素子の電極開発に役立つ技術である。これらの材料は現状のシリコン（Si）半導体素子と比較し低抵抗特性と耐電圧特性を有しており、エレクトロニクス製品の作動時に発生するエネルギーロス減らし、消費電力の削減に大きく貢献することが見込まれ、省エネ化に必要な素子である。パワーデバイス素子は、家電、コンピューター、自動車（電気自動車を含む）、大型の鉄道設備や、携帯電話・スマートフォン、携帯電話基地局の高周波増幅器等に広く使われており、現代人の生活基盤を支えている。

研究成果の概要（英文）：We fabricated TEM specimen supports, which could apply voltage to a TEM specimen without leak current, to observe Schottky barriers around interfaces between metallic electrodes and semiconductors. TEM specimen with the interface between metallic electrode and semiconductor was fixed on the support. The TEM specimen was thinned with uniform thickness and no damage, in which current-voltage character could be measured applying the forward bias or reversed bias to the interfaces. In addition, crystal orientations of the metallic electrode and semiconductors were identified using electron back scattering diffraction. The relationships between the applying voltages and the thickness of depletion layers in the semiconductor at the vicinity of the metallic electrode interface could be characterized using electron holography, which could reveal the potential distribution in the semiconductor during applying voltage to the interface.

研究分野：材料工学

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

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

パワーデバイスの開発では、省エネ化、さらに、低損失デバイス実現のため、シリコンの代替材料として、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を用いた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が、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、これまでの金属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かったのが現状である。さらに、将来的にパワーデバイス素子も小さくなる (シリコンでは数 10 nm を達成している) ことが予想され、局所領域の計測技術が必須である。

透過型電子顕微鏡 (TEM) による材料の微細構造解析はナノオーダーさらに、原子分解能での空間分解能を有し、エネルギー分散 X 線分光やエネルギー損失分光を用いれば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、局部へ電圧を印加することにより、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 (組成および結晶方位) 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直接観察することにより、パワーデバイス素子に必要な電極開発に重要な指針を与えることができる。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 $10^2 \sim 10^3 / \text{cm}^2$ 、GaN で $10^5 \sim 10^6 / \text{cm}^2$ 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て、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 (電流 - 電圧曲線把握) 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 ($10 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m}$) 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板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、順バイアスおよび、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。さらに、金属電極および半導体の結晶方位については、後方散乱電子回折 (EBSD) 法により評価した。

4. 研究成果

(1) 金属電極/半導体界面に電圧を印加するため、TEM 試料支持体作製技術を確立した。まず、30 mm 径の半月型モリブデンメッシュ上に絶縁体である $30 \mu\text{m}$ 厚のアルミナ板を固定する。そのアルミナ板上に $5 \mu\text{m}$ 厚のチタン薄膜を固定する。FIB 装置内部で、Ga イオンビームにより Ti 薄膜を切断し、切断された 2 つの領域で、電気伝導が無いことを確認した。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、金属電極と半導体をそれぞれ固定した。Ti 薄膜と金属電極の接合部位および Ti 薄膜と半導体接合部位を残し、金属電極/半導体サンプルを Ga イオンにより薄片化処理を行った。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 $10 \mu\text{s}$ 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 $\pm 3^\circ$ 傾斜させて、加速電圧 1 kV の Ga イオンビームを照射した。最終的に加速電圧 0.5 kV の Ar イオンを照射し薄片試料上に形成された FIB ダメージ層を除去した。

(2) 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、 $\pm 1.5 \text{ V}$ の範囲で、リーク電流無く順バイアスおよび、逆バイアスを印加し、電流 - 電圧測定を行った。さらに、

電子線ホログラフィーによるその場観察から、金属電極/半導体界面の電位分布を解析することができた。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。

(3) 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解析を試みたが、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把握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軸傾斜可能な電圧印加ホルダーを用いて、実験を遂行することが必要である。

(4) 薄片化した金属電極/半導体界面領域について、EBSD法により金属電極結晶および半導体の結晶方位を同定した。結晶方位を同定した領域について、電子線ホログラフィーを用いて金属近傍の半導体内部における電位分布から、空乏層厚さを見積もったが、結晶方位による空乏層厚さの明確な変化をとらえることができなかった。また、そのような領域において、印加電圧実験を試みたが、電圧印加による半導体内部の空乏層の厚さ変化に関しても、結晶方位依存性を明確にとらえることができなかった。空乏層厚さと結晶方位の依存性については、障壁電位が大きな金属/半導体材料の組み合わせサンプルによる確認が必要である。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計6件（うち査読付論文 6件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 C. Chen, D. Yin, T. Kato, T. Taniguchi, K. Watanabe, X. Ma, H. Ye, Y. Ikuhara	4. 巻 116
2. 論文標題 Stabilizing the metastable superhard material wurtzite boron nitride by three-dimensional networks of planar defects	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America (PANS)	6. 最初と最後の頁 11181-11186
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） https://www.pnas.org/content/116/23/11181	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 該当する
1. 著者名 S. Kobayashi, K. Inoue, T. Kato, Y. Ikuhara, T. Yamamoto	4. 巻 6
2. 論文標題 Nanodomain Structures in a Strained BaTiO ₃ Film Detected Using Picoscale Cation Displacement Measurements	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 AMTC Letters	6. 最初と最後の頁 10-11
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 S. Kitaoka, T. Matsudaira, M. Wada, T. Yokoi, N. Yamaguchi, N. Kawashima, T. Ogawa, D. Yokoe, T. Kato	4. 巻 6
2. 論文標題 Mass Transfer in Yb Silicates under Oxygen Potential Gradients at High Temperatures	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 AMTC Letters	6. 最初と最後の頁 150-151
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 M. G. Han, J. A. Garlow, Y. Kharkov, L. Camacho, R. Rov, J. Saucedo, G. Vats, K. Kisslinger, T. Kato, O. Sushkov, Y. Zhu, C. Ulrich, T. Sohnel, J. Seidel	4. 巻 6
2. 論文標題 Scaling, rotation, and channeling behavior of helical and skyrmion spin textures in thin films of Te-doped Cu ₂ SeO ₃	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Science Advances	6. 最初と最後の頁 eaax2138
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） DOI: 10.1126/sciadv.aax2138	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 該当する

1. 著者名 加藤丈晴	4. 巻 54
2. 論文標題 集束イオンビーム装置による薄片試料作製技術	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 顕微鏡	6. 最初と最後の頁 138-143
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) https://doi.org/10.11410/kenbikyo.54.3_138	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Kobayashi Shunsuke, Inoue Kazutoshi, Kato Takeharu, Ikuhara Yuichi, Yamamoto Takahisa	4. 巻 123
2. 論文標題 Multiphase nanodomains in a strained BaTiO3 film on a GdScO3 substrate	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 064102 ~ 064102
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) doi.org/10.1063/1.5012545	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計11件 (うち招待講演 3件 / うち国際学会 4件)

1. 発表者名 S. Kobayashi, K. Inoue, T. Kato, Y. Ikuhara, T. Yamamoto
2. 発表標題 Nanodomain Structures in a Strained BaTiO3 Film Detected Using Picoscale Cation Displacement Measurements
3. 学会等名 6th International Symposium on Advanced Microscopy and Theoretical Calculations (AMTC6) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 S. Kitaoka, T. Matsudaira, M. Wada, T. Yokoi, N. Yamaguchi, N. Kawashima, T. Ogawa, D. Yokoe, T. Kato
2. 発表標題 Mass Transfer in Yb Silicates under Oxygen Potential Gradients at High Temperatures
3. 学会等名 6th International Symposium on Advanced Microscopy and Theoretical Calculations (AMTC6) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 照屋海登、山崎 順、加藤丈晴、藤田直弘、馬場則男
2. 発表標題 電子線トモグラフィの非線型透過率補正におけるノイズ問題の解決法
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第75回学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 横井太史、後藤知代、加藤丈晴、高橋誠治
2. 発表標題 有機修飾型リン酸ハカルシウムの水熱処理によるヒドロキシアパタイトの合成
3. 学会等名 第58回東海若セラ手セラミスト懇話会2019年夏季セミナー
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 照屋海登、山崎 順、加藤丈晴、藤田直弘、馬場則男
2. 発表標題 TVノルム最小化を用いた密度定量トモグラフィにおけるノイズ問題解決法
3. 学会等名 物理学会2019年秋季大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 横井太史、後藤知代、中村仁、大槻主税、加藤丈晴、高橋誠治
2. 発表標題 有機修飾型リン酸ハカルシウムの水熱処理によるアパタイトメソクリスタルの生成
3. 学会等名 第28回無機リン化学討論会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 S. Kobayashi, K. Inoue, T. Kato, Y. Ikuhara, T. Yamamoto
2. 発表標題 Formation of Nanodomains in a BaTiO ₃ Film Induced by Anisotropic Strain from an Orthorhombic GdScO ₃ Substrate
3. 学会等名 The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies (PACRIM13) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 T. Yokoi, T. Goto, J. Nakamura, C. Ohtsuki, T. Kato, S. Takahashi
2. 発表標題 Hydroxyapatite Mesocrystal Formation by Hydrothermal Treatment of Octacalcium Phosphate with Incorporated Dicarboxylate Ions
3. 学会等名 The 13th Pacific Rim Conference of Ceramic Societies (PACRIM13) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 加藤丈晴
2. 発表標題 FIB-SEM複合機による無機材料の解析例
3. 学会等名 第74回日本顕微鏡学会 電子顕微鏡 基礎技術チュートリアル (招待講演)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 加藤丈晴
2. 発表標題 Three dimensional study of EuBa ₂ Cu ₃ O _y coated conductors using focused ion beam-scanning electron microscopy / FIB-SEM複合装置を用いたEuBa ₂ Cu ₃ O _y 超電導層の3次元構築
3. 学会等名 日本顕微鏡学会 第61回シンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 加藤丈晴
2. 発表標題 FIB-SEM装置による無機材料の解析例
3. 学会等名 SCAN TECH 2017 (招待講演)
4. 発表年 2017年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	横江 大作 (YOKOE Daisaku) (20590079)	一般財団法人ファインセラミックスセンター・その他部局等・技師 (83906)	
研究分担者	吉田 竜視 (YOSHIDA Ryuji) (50595725)	一般財団法人ファインセラミックスセンター・その他部局等・技師 (83906)	