

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 16 日現在

機関番号：83906

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560795

研究課題名(和文) 金属/半導体界面における半導体欠陥構造とその周辺電位の直接観察

研究課題名(英文) Direct observation of potential distribution around defect structures in semiconductor or in the vicinity of metal/semiconductor interface

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・研究員

研究者番号：90399600

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,100,000円、(間接経費) 1,230,000円

研究成果の概要(和文)：金属/半導体界面を有するTEM観察用薄片サンプルについて、極めて均一かつ、ダメージレスな観察サンプルを仕上げる技術を確立した。この技術により作製された金属/半導体界面を有するサンプルに、ピエゾ駆動で電圧印加可能なホルダーを用い、順バイアスおよび逆バイアスを印加し、金属/半導体界面の電流-電圧測定と電子線ホログラフィー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、空乏層と電界の変化をとらえることができた。

研究成果の概要(英文)：A TEM specimen preparation technique with uniform thickness and damage less has been developed. The technique was applied metal/semiconductor interface to analyze the potential distribution in the semiconductor materials using electron holography. A TEM holder with an electrode controlled by a piezo drive was used to apply forward bias and reversed bias to the interface. I-V curve of local region of the interface could be measured using the holder. Combination technique using the TEM holder and electron holography could measure potential distributions, and the change of depletion layer and the electric field in the semiconductor around the metal/semiconductor interfaces.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：ショットキー障壁 電位分布 金属/半導体界面 電子線ホログラフィー ピエゾ駆動電圧印加ホルダー

1. 研究開始当初の背景

100 V 程度以上の素子耐圧が要求されるパワーデバイス分野では、シリコン (Si) に代わり省エネ化、さらに低損失デバイス実現のため、SiC、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 Si 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きた経緯がある。そのため、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及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。将来的にデバイス素子の大きさは小さくなるため、局所領域の計測技術が不可欠である。透過型電子顕微鏡 (TEM) による材料の微細構造解析はサブナノオーダーでの空間分解能を有し、局所的な組成も同時に把握することが可能である。さらに、ピエゾ駆動の電圧印加ホルダーを用いれば、局所領域に選択的に電圧を印加し電流 - 電圧特性を計測することが可能である。この計測と同時に、電子線ホログラフィーを用いると、金属電極近傍の半導体内部におけるポテンシャルの解析から、ショットキー障壁及びキャリアの移動度に関係がある空乏層厚さを定量的に評価することが可能であると考えられる。以上の手法を併用することにより、金属電極の構造と半導体の内部のショットキー障壁の関連を明らかにし、金属電極開発に重要な知見を得ることが見込まれる。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 $10^3 \sim 10^4/\text{cm}^2$ 、GaN で $10^8/\text{cm}^2$ 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、デバイスとして不良部位となることが知られている。これらの現象は電磁気学の教科書では模式図として示されているものの、直接観察した報告は皆無と思われる。本研究では、これらの欠陥と欠陥周辺部の電位分布についてもその関連を調査する。

2. 研究の目的

本研究は、化合物半導体等を用いたパワーデバイス開発を支援するため、電子線ホログラフィーおよびピエゾ駆動の電圧印加ホルダーを併用し、金属電極近傍の半導体内部におけるショットキー障壁を定量化する技術を開発することを目的とする。また、電子線ホログラフィーによる半導体内部に形成された転位等の欠陥近傍の電位 (ポテンシャル) 測定と、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、デバイス設計

に重要な指針を示すことを目的とする。

3. 研究の方法

Si 半導体上に金属電極を形成し、ダメージレスかつ、均一厚さの TEM 観察試料に仕上げる。その後、金属電極近傍の Si 半導体内部に形成される空乏層を電子線ホログラフィーにより定量評価する。また、ピエゾ駆動の電圧印加ホルダーを用いて、サンプルに順バイアスおよび逆バイアスの電圧を印加し、電流 - 電圧曲線の測定と、空乏層幅の変化を計測する。また、半導体内部に転位、積層欠陥等の格子欠陥を有する TEM 観察試料を作製し、電子線ホログラフィーとピエゾ駆動電圧印加ホルダーを併用することにより、欠陥構造周辺のポテンシャル分布変化の観察を試みる。

4. 研究成果

金属電極/半導体界面の TEM 観察用試料薄片化には異相界面の断面試料作製に最適なガリウム (Ga) イオンによる集束イオンビーム (FIB) 法を用いるが、通常の FIB 法では、Ga イオンの入射方向に対し、薄片サンプル最表面から奥行きに渡りくさび形状となる。また、薄片化した試料の表面に高加速電圧の Ga イオンによるダメージ層が形成される問題がある。薄片サンプルのくさび形状から均一厚さを達成するため、比較的早めのビームスキャン速度 (Ga イオンビームのデュエルタイムを $1 \sim 10 \mu\text{s}$) を採用した。また、Ga イオンビームの加速電圧は 40 kV から開始し、最終的には 1 kV まで低下させ、薄片サンプルを作製した。このようなサンプルをさらに加速電圧 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する技術を確立した。

以上のように仕上げた薄片サンプルについて、3 次元解析ホルダーを用いて、金属電極/半導体界面領域の試料厚さ変化がほぼ無しであることを確認した。この薄片サンプルを用いて、ピエゾ駆動による電極位置を正確に制御できる電圧印加ホルダーにより、順バイアス、逆バイアスを印加し、電流 - 電圧測定とともに、電子線ホログラフィーを用いて、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、空乏層と電界の変化をとらえることができた。電位分布については、薄片試料の厚さを制御できたため定量的な評価も可能であった。

上記方法を半導体内部に格子欠陥を有するサンプルについて、金属電極/半導体界面近傍の電位分布解析を試みたが、1 軸傾斜のピエゾ駆動電圧印加ホルダーであったため、格子欠陥近傍の回折コントラストの影響を受け、電位分布を正確に評価することができなかった。今後、格子欠陥近傍の回折コントラ

ストの影響を限りなく小さくするため、2 軸傾斜ホルダーを用いて、同様な実験を行うことが必要である。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 10 件)

T. Mizuno, Y. Nagao, A. Yoshikawa, K. Koumoto, T. Kato, Y. Ikuhara and H. Ohta, "Electric field thermopower modulation analysis of an interfacial conducting layer formed between Y_2O_3 and rutile TiO_2 " J. Appl. Phys., vol.110, 063719 (2011).

H. Ohta, T. Mizuno, S. Zheng, T. Kato, Y. Ikuhara, K. Abe, H. Kumomi, K. Nomura and H. Hosono, "Unusually Large Enhancement of Thermopower in an Electric Field Induced Two-Dimensional Electron Gas" Adv. Mater., vol.24, 740-744 (2011).

佐々木宏和、加藤文晴、松田竹善、平山司、"FIB を用いた TEM 試料作製技術" 顕微鏡、vol.46、No.3 (2011).

B. Chayasombat, T. Kato, T. Hirayama, T. Tokunaga, K. Sasaki and K. Kuroda, "Characterization of microstructures of thermal oxide scales on silicon carbide using transmission electron microscopy" Journal of Ceramics Society of Japan, vol.120, 64-68 (2012).

B. Chayasombat, T. Kato, T. Hirayama, T. Tokunaga, K. Sasaki and K. Kuroda, "Oxidation kinetics of single crystal silicon carbide using electron microscopy" Journal of Ceramics Society of Japan, vol.120, 181-185 (2012).

S. Zheng, C. A. J. Fisher, T. Kato, Y. Nagao, H. Ohta and Y. Ikuhara, "Domain formation in anatase TiO_2 thin films on $LaAlO_3$ substrates" Appl. Phys. Lett., vol.101, 191602 (2012).

H. Matsuhata, T. Kato, S. Tsukimoto and Y. Ikuhara, "High-resolution observation of basal-plane C-core edge dislocations in 4H-SiC crystal by transmission electron microscopy" Philos. Mag., vol.92, 3780-3788 (2012).

S. Kitaoka, T. Matsudaira, M. Wada, T. Hamanaka and T. Kato "Effect of dopants on mutual grain-boundary transport of aluminum and Oxygen in polycrystalline Al_2O_3 " AMTC Letters, vol.3, 24-25 (2012).

M. Wada, T. Matsudaira, T. Kato and S. Kitaoka "Effect of Surface Concentration of Lu on Oxygen Permeation of Polycrystalline Alumina at High Temperatures" J. Am. Ceram. Soc., vol.96, 2322-2329 (2013). DOI: 10.1111/jace.12316.

T. Suzuki, A. Sobukawa, C. Takahashi, R. Yoshida, T. Kato, K. Sasaki, T. Yamamoto, "Development of *In Situ* Transmission Electron Microscopy of the Anode Reaction in a Lithium-Ion Battery" AMTC Letters, vol.4, 274-275-25 (2014).

〔学会発表〕(計 6 件)

水野拓、Shijian Zheng、加藤文晴、幾原雄一、安部勝美、雲見日出也、野村研二、細野秀雄、太田裕道、"酸化物半導体 $SrTiO_3$ に電界誘起された二次元電子ガスの巨大熱電能変調" 薄膜材料デバイス研究会 (2011)

太田裕道、水野拓、S. Zheng、加藤文晴、幾原雄一、安部勝美、雲見日出也、野村研二、細野秀雄、"ナノ孔に閉じ込められた水を利用した二次元電子ガス生成と巨大熱電能変調" 日本金属学会 2011 年度秋季大会 (2011)

水野拓、Shijian Zheng、加藤文晴、幾原雄一、安部勝美、雲見日出也、野村研二、細野秀雄、太田裕道、" $SrTiO_3$ 二次元電子ガスの巨大熱電能電界変調 " 平成 23 年度日本セラミックス協会東海支部学術研究発表会 (2011)

加藤文晴、吉田 竜視、平山 司、"ガリウムイオンダメージによるチタンの状態変化" 第 44 回東海若手セラミスト懇話会 2012 年夏期セミナー (2012)

吉田竜視 "デュアルビーム (FIB-SEM) 装置を用いた三次元構造解析" 「明日を拓くモノづくり新技術 2013」3 機関合同発表会 (2013)

鈴木隆文、曾布川栄太郎、高橋知里、佐々木勝寛、吉田竜視、加藤文晴、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 (2013)

〔図書〕(計 0 件)

〔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 文晴 (KATO, Takeharu)

一般財団法人ファインセラミックスセンタ

—

ナノ構造研究所 主任研究員
研究者番号：90399600

(2)研究分担者

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

—

ナノ構造研究所 技師補
研究者番号：50595725

(3)連携研究者

なし