

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 27 日現在

機関番号：14303

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25390068

研究課題名(和文)半導体バルク基板中の残留歪みの光弾性定量イメージング

研究課題名(英文)Quantitative photoelastic imaging of residual strain in bulk substrates of semiconductor crystals

研究代表者

福澤 理行(FUKUZAWA, MASAYUKI)

京都工芸繊維大学・情報工学・人間科学系・准教授

研究者番号：60293990

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)：六方晶バルク基板(GaN, SiC)や、大型 casting Si の残留歪み定量イメージングを実現するため、自己補償イメージング偏光計(SCIP)およびステッパ機構を備えた大口径赤外イメージング偏光計(IRIP+)を開発した。SCIPによって、六方晶中の歪み誘起複屈折を自然複屈折の影響を抑えつつ抽出可能となり、市販SiC基板の残留歪みイメージングに成功した。IRIP+によって、インゴットのブロック分割による歪み緩和を避けて、商用級大型 casting Si の全側面試料を評価することも可能となった。

研究成果の概要(英文)：A self-calibration imaging polariscope (SCIP) and an infrared imaging polariscope with sample translation mechanism (IRIP+) have been developed to achieve quantitative photo-elastic imaging of hexagonal crystals such as GaN and SiC and large crystal of casting silicon. The SCIP enabled us to detect strain-induced birefringence in hexagonal crystal by reducing the effect of its natural birefringence, which results in residual strain imaging of SiC commercial wafers. The IRIP+ also enabled us to characterize a whole-lateral slice of large ingot of casting silicon in commercial grade by avoiding strain relaxation with ingot splitting into multiple blocks.

研究分野：多次元信号計測・画像化

キーワード：結晶評価 残留歪み 光弾性法

1. 研究開始当初の背景

光・パワーデバイス基板材料の Si, SiC, GaN などのバルク結晶は、結晶中の残留応力や残留歪みが、デバイス特性の変動要因だけでなく、基板自体の割れやクラック因子にもなるので、その評価と低減が不可欠である。本研究の着手以前から、太陽電池用の鋳造 Si 結晶(600mm 角)の疑似単結晶化や、パワーデバイス向けバルク SiC, GaN 単結晶の大口径化(~6 インチ)が、国際的な研究開発課題となっていたが、いずれも LSI 用の単結晶 Si に比べて欠陥密度が依然高かつ不均一なので、欠陥起因の残留歪み評価が強く求められていた。しかし、X 線回折や Raman 散乱による走査測定では、膨大な測定時間や、試料サイズの制限があり、特に試料を小片に分割切断すると、歪み緩和が生じて本来の残留歪み分布を反映しなくなる、という問題は本質的に解決困難であった。

研究代表者は、これまでに走査型赤外偏光計(SIRP)および、イメージング偏光計(NIRIP, VIP)を開発し、立方晶基板中の残留歪みを非破壊で定量評価する手法を確立してきた。本手法は、探査偏光を基板に垂直入射させて歪み誘起複屈折を測定し、光弾性定数を既知量として、基板面内の歪み成分 $|S_1 - S_2|$ (主歪みの絶対値) に換算する手法である。測定感度は 10^{-7} で、高額な 2 結晶 X 線回折装置と同等以上である。SIRP/NIRIP は実用化され、GaAs, InP, GaP 基板の評価手法としてデファクトスタンダードとなっている。

研究開始前には、SIRP/NIRIP を用いて、バルク c 面 GaN 基板を世界に先駆けて評価した。六方晶特有の不均一分布を見出し、評価の有用性は実証したが、m 面基板や SiC のオフ基板では、自然複屈折と歪み誘起複屈折を分離できないことが課題であり、多くの研究者や企業技術者から解決を強く求められた。また、様々な鋳造 Si の評価にも成功した。鋳造手法の開発研究には極めて有用で、評価結果は学会でも多数引用された。しかし、装置の制約から、実用炉サイズの大型結晶ではインゴットを分割して評価せざるを得ず、分割に伴う歪み緩和のため、鋳造時の残留歪み分布は評価できないという課題も残されていた。

2. 研究の目的

本研究の目的は、六方晶バルク基板(GaN, SiC)や、大型鋳造 Si の残留歪み定量イメージングを世界に先駆けて実現することにある。基板の高品質化には残留歪みの低減が不可欠だが、六方晶や大型基板では定量性と分布測定を両立できなかった。本研究では、ステッパー機構を備えた自己補償イメージング偏光計(SCIP)を新たに開発し、六方晶における自然複屈折と歪み誘起複屈折の分離、大型基板への対応、という 2 課題を解決する。

3. 研究の方法

(1) 自己補償イメージング偏光計(SCIP)の開発: 既開発のイメージング型偏光計を改造し、自然複屈折の補償機能と、応力-複屈折曲線の測定機能を付加した自己補償イメージング偏光計(図 1)を開発する。

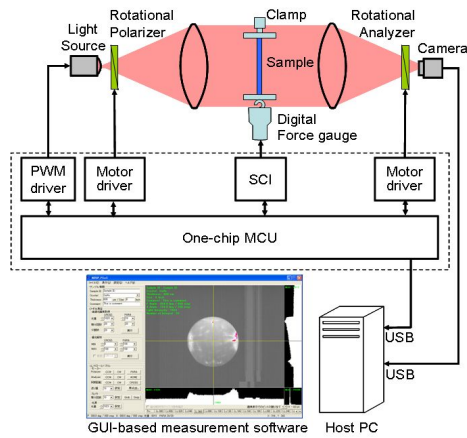


図 1. SCIP のブロック図

(2) 自然複屈折と歪み誘起複屈折の分離手法の開発: SCIP に組み込んだ補償光学系を用いて、基板の複屈折から、自然複屈折のみを補償し、歪み誘起複屈折のみを分離測定するアルゴリズムを開発する。

(3) ステッパー機構の開発と大型鋳造 Si への対応: 大型試料(600mm 角)を保持したまま縦横に搬送できるステッパー機構(図 2(a))を SCIP に付加する。イメージングエリアをオーバーラップさせながら搬送と撮影を繰り返す、結果を合成する(図 2(b))。

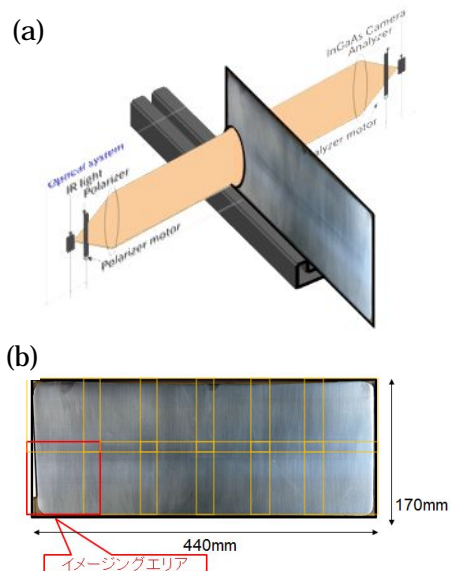


図 2. (a)ステッパー走査の模式図と(b)各ステップのイメージングエリアの一例

4. 研究成果

(1) SCIPを用いた市販SiC基板の残留歪みイメージング：図3にSCIPマップと位相補償量の関係の一例を示す。補償量を変化させると、SCIPマップ $|n|$ は面内平均値が減少すると共に面内不均一が顕在化した。図3では $\theta=6$ の場合に最適補償となり、自然複屈折の影響を抑えつつ、市販SiC基板の歪み誘起複屈折をイメージング可能であることが明らかとなった。

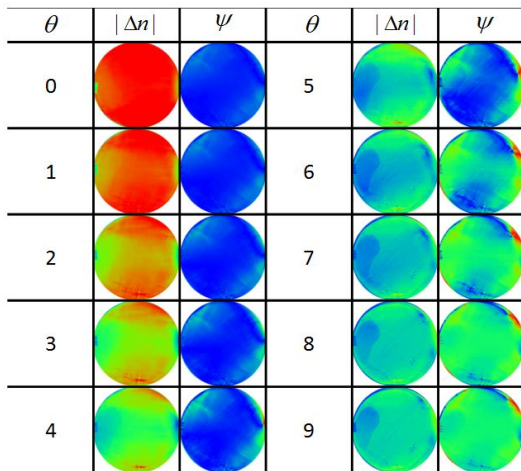
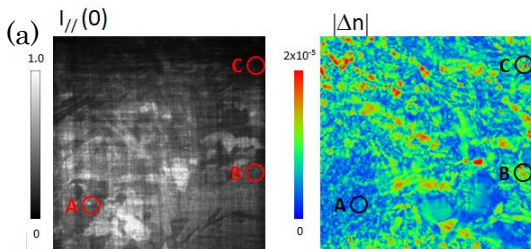


図3. SCIPマップと位相補償量の関係

(2) IRIP+を用いた大型鋳造Siの残留歪みイメージング：研究開始当初は、大型鋳造SiにもSCIPを用いる計画であったが、研究過程で、Siに適した高感度化の新たな技術的知見が判明したため、SCIPとは別の光学系にステッパー機構を組み込んだ(IRIP+)。IRIPの特徴は、いわゆるクロスニコル観察の透過強度 $I_{\parallel}(\phi)$ とは異なり、試料の赤外透過率 $I_{\perp}(\phi)$ の変動に影響されないという点にある。図4(a)中の位置BとCでは、IRIPの評価値 $|n|$ と $I_{\perp}(\phi)$ が逆転し、それが $I_{\parallel}(\phi)$ 起因であることを示している(図4(b))。クロスニコル観察に対する本装置の優位性が明確に示された。



(b) Table: $I_{\perp}(\phi), I_{\parallel}(\phi)$ vs. $|\Delta n|$

| | A | B | C |
|----------------------------------|------|------|-------|
| $\overline{I_{\perp}(\phi)}$ | 0.21 | 0.34 | 0.13 |
| $\overline{I_{\parallel}(\phi)}$ | 0.38 | 0.24 | 0.067 |
| $ \Delta n \times 10^5$ | 0.99 | 1.8 | 2.1 |

図4. (a)典型的な多結晶Si基板のIRIPマップと(b)そのクロスニコル観察との違い

大型鋳造Siのブロック分割の有無による歪み緩和の影響を図5.に示す。2種類の試料は、いずれも標準的な鋳造多結晶Siインゴットである。ブロック分割された上段の試料は、ブロック分割のない下段の試料に比べて、インゴットのサイズが大きいかもかわらず、残留歪みが小さく、ブロック分割による歪み緩和を明確に表している。すなわち、鋳造時の残留歪みは、ブロック分割せずに評価することが重要であることが明らかとなった。

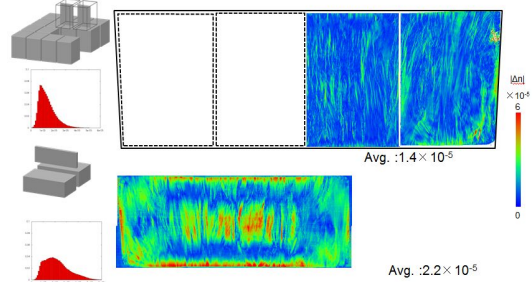


図5. 大型鋳造Siのブロック分割による歪み緩和の影響

(3) 研究成果の位置づけとインパクト：SCIPおよびIRIP+の開発によって、六方晶バルク基板(GaN, SiC)や大型鋳造Siの残留歪みイメージングが実現できた。圧縮試験用試料の提供が滞ったため、GaN, SiCの主歪み換算には至らなかったものの、歪み誘起複屈折の選択的抽出と定量イメージングはいずれも達成できた(表1, ×が本研究の成果)。

六方晶に対応したSCIPは、GaN, SiCの結晶性評価の基本ツールであり、バルク・デバイスの研究者にとって一定のインパクトがある。特に、SiC基板は、パワーデバイス向け大口径高品質基板の開発競争が国内外で続いており、学術的観点のみならず、製品開発や品質保証の観点からも、基板の評価ニーズは極めて高い。また、太陽電池向け大型鋳造Siを分割切断せず評価可能なツールは、IRIP+以外に見当たらず、有望な評価装置となった。

今後の展望としては、GaN, SiC市販ウェハや開発品の評価はもちろん、結晶粒の制御や、単結晶化などの高品質化へのアプローチが様々になされている鋳造Siの評価も精力的に行い、バルク基板の高品質化に貢献したい。

表1 残留歪み評価手法の比較

| 評価手法 | X線回折 | Raman散乱 | SCIP/IRIP+ |
|------|------|---------|------------|
| 感度 | | | |
| 定量性 | ○ | ○ | ○ |
| 分布測定 | × | × | ○ |
| 大型基板 | × | × | ×→○ |
| 六方晶 | ○ | ○ | ×→○ |

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 3件)

Karolin Jiptner, Bing Gao, Hirofumi Harada, Yoshiji Miyamura, Masayuki Fukuzawa, Koichi Kakimoto, Takashi Sekiguchi, "Thermal stress induced dislocation distribution in directional solidification of Si for PV application", Journal of Crystal Growth, 408, pp. 19-24, (2014).

K. Jiptner, M. Fukuzawa, Y. Miyamura, H. Harada, K. Kakimoto, and T. Sekiguchi, "Characterization of residual strain in Si ingots grown by the seed-cast method", Solid State Phenomena, Vols. 205-206, pp. 94-99, 2013.

Y. Miyamura, H. Harada, K. Jiptner, J. Chen, R. R. Prakash, J. Y. Li, T. Sekiguchi, T. Kojima, Y. Ohshita, A. Ogura, M. Fukuzawa, S. Nakano, B. Gao, and K. Kakimoto, "10 cm diameter mono cast Si growth and its characterization", Solid State Phenomena, Vols. 205-206, pp. 89-93, 2013.

[学会発表](計 8件)

下村 祥生、山田 基晴、福澤 理行, "大型多結晶 Si の残留歪みイメージング", 第 63 回応用物理学会春季学術講演会講演予稿集, 20p-S611-9, 2016 年 3 月 20 日, 東京工業大学 大岡山キャンパス (東京都目黒区)

K. Fuchuya, M. Yamada and M. Fukuzawa, High-sensitivity Infrared Imaging Polariscope for Prompt Characterization of Residual Strain in Large Cast-grown Silicon, 6th World Conference on Photovoltaic Energy Conversion (WCPEC-6), November 23-27, 2014, Kyoto International Conference Center, Kyoto, Japan.

K. Jiptner, H. Harada, Y. Miyamura, T. Sekiguchi, B. Gao, K. Kakimoto, M. Fukuzawa, Residual Strain and Dislocations in Directional Solidified Si Ingots Analyzed Using FZ Single Crystals, 29th European PV Solar Energy Conference and Exhibition (EU-PVSEC 2014), Amsterdam, The Netherlands, 200.3.6, September 24, 2014.

Jun Chen, Masayuki Fukuzawa, Hong Gao, Takashi Sekiguchi, Deren Yang, Characterization of Strain in Multicrystalline Silicon: Correlation between Grain Boundary Character and Strain, 12th International Workshop on Beam Injection Assessment of Microstructures in Semiconductors (BIAMS12), Tsukuba, Japan, WeA2, June 25, 2014.

K. Jiptner, M. Fukuzawa, Y. Miyamura, H. Harada, K. Kakimoto and T. Sekiguchi, "Characterization of residual strain in Si ingots grown by the seed-cast method", Gettering and Defect Engineering in Semiconductor Technology (GADEST) 2013, Oxford, UK, September 24, 2013.

Y. Miyamura, H. Harada, K. Jiptner, J. Chen, R.R. Prakash, J.Y. Li, T. Sekiguchi, T. Kojima, Y. Ohshita, A. Ogura, M. Fukuzawa, S. Nakano, B. Gao and K. Kakimoto, "10 cm diameter mono cast Si growth and its characterization" Gettering and Defect Engineering in Semiconductor Technology (GADEST) 2013, Oxford, UK, September 24, 2013.

K. Jiptner, Y. Miyamura, H. Harada, T. Sekiguchi, M. Fukuzawa, and K. Kakimoto "Analysis of Residual Strain and Dislocation Density in Seed-Cast Si Ingots", 28th European PV Solar Energy Conference and Exhibition (EU-PVSEC 2013), Paris, France, 2BV.3.5, October 1, 2013.

陳君, 福澤 理行, Ronir Prakash, 李建永, Karolin Jiptner, 宮村佳児, 原田博文, 関口隆史, "多結晶シリコンにおける粒界性格と歪みの関係", 2014 年第 61 回応用物理学会春季学術講演会講演予稿集, 19p-E12-5, 2014 年 3 月 19 日, 青山学院大学相模原キャンパス (神奈川県相模原市).

6. 研究組織

(1) 研究代表者

福澤 理行 (FUKUZAWA MASAYUKI)
京都工芸繊維大学・情報工学・人間科学系・准教授
研究者番号: 60293990