

エクステンディッドアブストラクト

微小角入射 X 線回折法による窒化物半導体表面の構造解析

本谷 宗,^{*1} 倉橋 健一郎,¹ 上原 康¹

¹ 三菱電機 先端技術総合研究所

〒 661-8661 兵庫県尼崎市塚口本町 8-1-1

* Motoya.Tsukasa@ce.MitsubishiElectric.co.jp

(2017 年 1 月 5 日受理; 2017 年 6 月 6 日掲載決定)

製造品質安定化には、製品開発段階で品質を作り込むことが重要である。開発段階で不具合要因や品質低下要因を理解することはその第一歩となる。ここでは高電子移動度トランジスタ開発の中で生じた金属電極/半導体基板界面の接触抵抗変動現象を理解するために行った半導体表面の構造解析結果について報告する。高輝度放射光とダイナミクスレンジの大きいピクセルディテクタを併用した微小角入射 X 線回折測定の結果から、接触抵抗変動と連動した表面結晶構造変化を明確にすることができた。

Structural Analysis in the Surface of Nitride Semiconductor by Grazing Incidence X-ray Diffraction

Tsukasa Motoya,^{*1} Kenichiro Kurahashi,¹ and Yasushi Uehara¹

¹Advanced Technology R&D center, Mitsubishi Electric Corporation.

8-1-1 Tsukaguchihonmachi, Amagasaki, Hyogo 661-8661, Japan

* Motoya.Tsukasa@ce.MitsubishiElectric.co.jp

(Received: January 5, 2017; Accepted: June 6, 2017)

It is important to elucidate defect and degradation factors of products at the development stage. In order to understand the fluctuations of metal electrode / semiconductor interface, we performed surface crystallographic analysis of a high-electron-mobility transistor by grazing incidence X-ray diffraction measurement using a synchrotron radiation and a pixel detector with a large dynamics range. The results clearly shows the surface crystal structure change related with the contact resistance fluctuations.

1. 背景

高電子移動度トランジスタ (HEMT) は優れた高周波特性と低雑音特性を兼ね備え、情報通信の増幅素子として現代社会に欠かすことのできない半導体素子である。増加し続ける情報通信量を支え続ける情報通信網の整備には増幅素子の高出力化が必須で、現行の HEMT 基本構造 (電子供給層に窒化アルミニウムガリウム (AlGa_N), 電子走行層に窒化ガリウム (Ga_N) を用いた AlGa_N/Ga_N のヘテロ接合構造) の物性限界を突破するために、材料変更が検討されている。電子供給層となる AlGa_N を窒化インジウムアルミニウム (InAl_N) に置換えた InAl_N/Ga_N-HEMT は現行構造に比べて、以下 3 点の

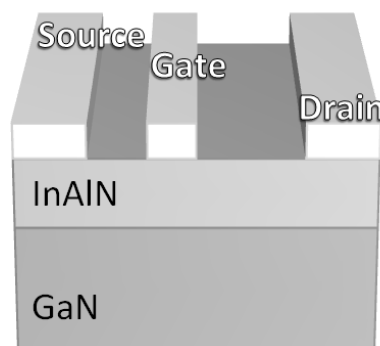


Fig. 1. Outline of InAlN/GaN HEMT.

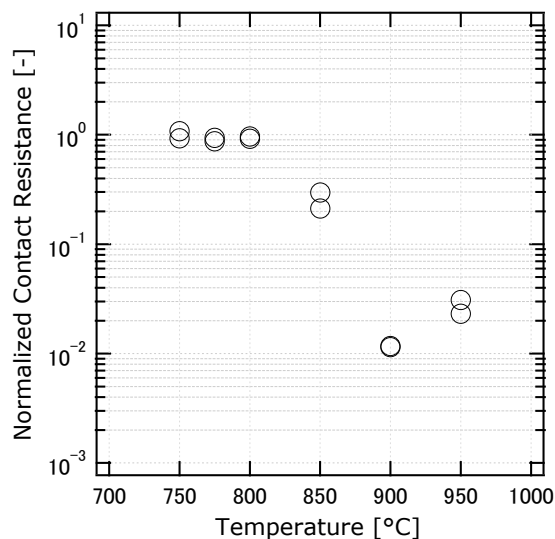


Fig. 2. The electrode / InAlN interface contact resistance with respect to the heat treated temperature..

HEMT 特性に対するメリットがあり, 2 次元電子ガス濃度の向上による高出力化のみならず, 電子供給層の結晶品質向上による素子の高品質化も期待される[1-4].

1. ヘテロ接合界面の伝導帯不連続量が大きい.
2. AlGaIn に比べて自発分極が約 2 倍.
3. 組成比選択により接合界面の格子整合が可能.

このように InAlN は有用な電子供給層材料である. 要素検討を行ったところ, Fig. 1 に示す電極金属 (ソース, ドレイン) と電子供給層 (InAlN) との界面における接触抵抗が InAlN 層表面への熱処理温度に依存して, 非線形に変化することが明らかにな

った (Fig. 2). 接触抵抗はエネルギー損失に直結するため, 値の低下は望ましい. しかし, 要因が不明確な現象を製品に用いることはできない. 電極 /InAlN 層界面の低接触抵抗コンタクト形成を実現するためには, 抵抗変動現象を理解することが必要になる. ここでは結晶最表面の構造変化に注目した解析結果を報告する.

2. 実験と結果

InAlN 層表面の結晶構造変化を評価・解析するために微小角入射 X 線回折 (GIXD) 法を用いた. GIXD 測定は大型放射光施設 (SPring-8) の BL16XU で, Huber 社 8 軸回折計を用いて実施した. X 線エネルギーは Cu K α 相当の 8.045 keV に調整した. Fig. 3 に示す測定配置で試料回転角 ω_H と $2\theta_H$ を連動させた ω_H - $2\theta_H$ スキャンと, InAlN (10 $\bar{1}$ 0) 回折条件下で, さらに試料面内回転角 (ϕ) をスキャンする ϕ スキャンを行った. 検出器にはポイントディテクタ (NaI シンチレーションカウンタ) とピクセルディテクタの DECTRIS 社製 Pilatus 100K[5] を併用した. X 線の入射角を決めるため, 試料個別に X 線反射率測定により臨界角を計測した. いずれの試料においても入射角を 0.3° 以下とすれば臨界角を超えないことを確認し, 入射角 α は 0.3° とした.

測定試料は模擬試料を準備した. InAlN / GaN のヘテロ接合構造が形成されたエピタキシャル成長基板に対し, 電極形成前の結晶表面熱処理を模擬し, その温度を 775, 850, 900 および 950°C に設定した. 熱処理を行っていない試料も参照試料として準備し

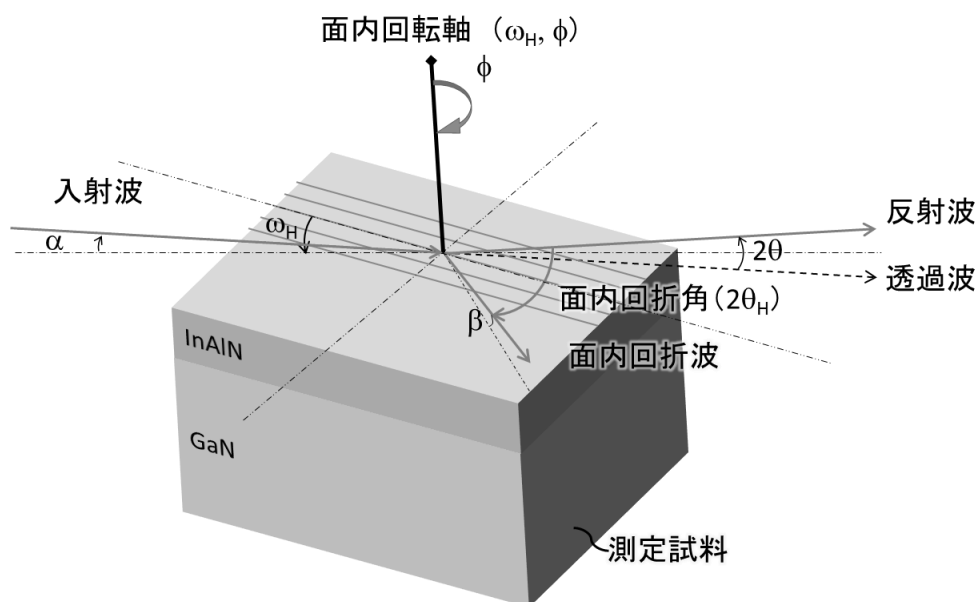


Fig. 3. Measurement arrangement of grazing incidence X-ray diffraction.

た. 試料の平面サイズは都合上 12 mm 角程度とした.

ポイントディテクタによる測定結果を Fig. 4 と Fig. 5 に示す. 参照試料, 接触抵抗値が最も低下した処理温度 900°C 試料と接触抵抗値が増加に転じた 950°C 試料の結果を抜粋して表記した. ω_H - $2\theta_H$ スキャン結果では熱処理温度に依存して InAlN (10 $\bar{1}$ 0) 回折角の変動が認められた. その一方で, ϕ スキャン結果にはなんらの変動も認められなかった.

次にピクセルディテクタによる測定 (観察) 結果を Fig. 6 に示す. 各測定結果は InAlN (10 $\bar{1}$ 0) 回折配置において, Pilatus 100K の受光領域 (83.8×33.5 mm²) の長手方向を出射角 β 増加方向に配置し, 面内回折波の出射角 β 増加方向に広がる散乱信号を検出できるように1秒露光して観察した. 観察された画像は, $2\theta_H$ 方向に広がった回折スポットのみだったが, その輝度値をログスケール変換することで, 回

折波の出射角 β 増加方向に干渉性の振幅を伴って約 5 桁超の範囲に及ぶ散乱信号が含まれていることが分かった. また, 熱処理温度の高温化に伴って, 強度振幅が薄れていることも分かる. 各観察画像中央の輝度プロファイルを出射角 β 増加方向に沿って抽出し, 散乱プロファイルとして Fig. 7 にまとめた. 視認性を上げるため各プロファイルには参照試料 (REF.) を基準として低温側から各々0.5 のオフセッ

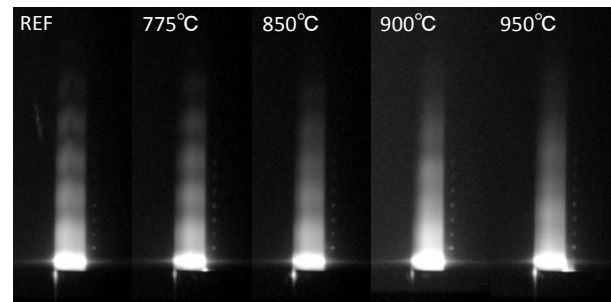


Fig. 6. InAlN(10-10) diffraction spot by Pilatus 100K.

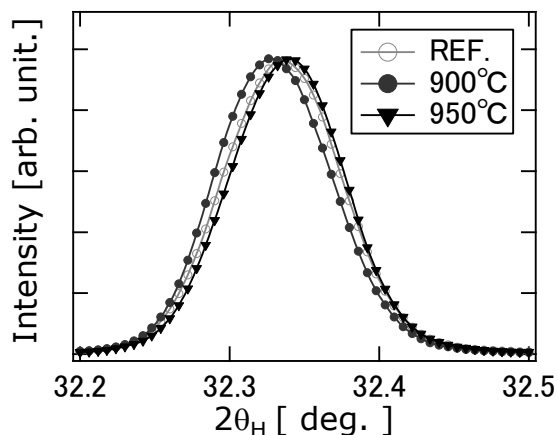


Fig. 4. X-ray diffraction of InAlN thin films measured in the inplane geometry (ω_H - $2\theta_H$ scan).

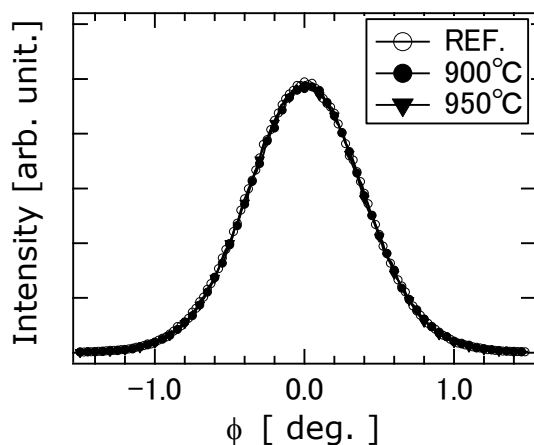


Fig. 5. X-ray diffraction of InAlN thin films measured in the inplane geometry (ϕ scan).

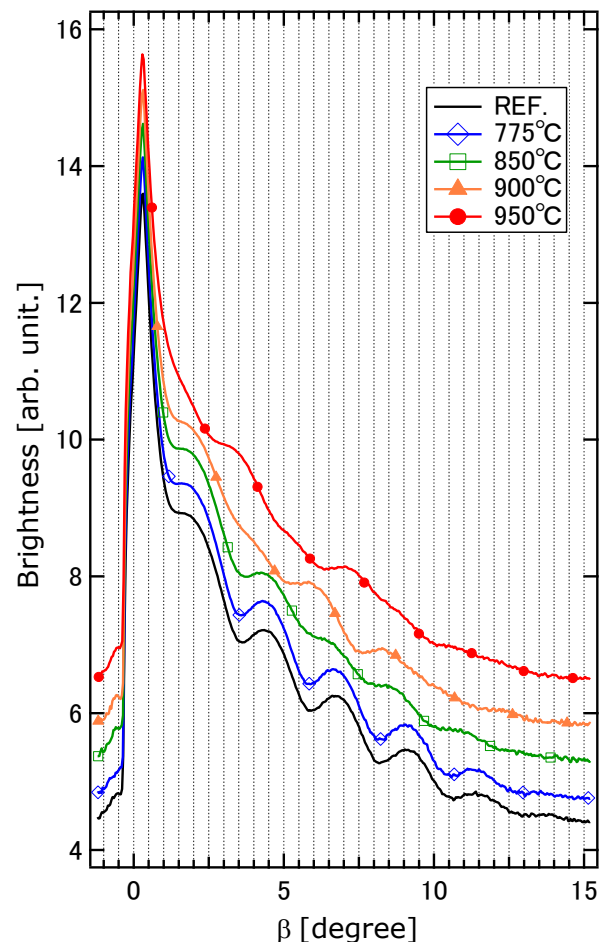


Fig. 7. Scattering profiles by Pilatus 100K (Log Scale). An offset of 0.5 was set up to a result of measurement respectively.

トを設けた。接触抵抗変化が生じる 850°C 以上から散乱振幅の周期は短縮し、振幅は縮小していること、900°C 以上ではこれがさらに進行し、950°C ではプロファイル形状が他とは全く異なる事が分かった。

3. 考察

ポイントディテクタによる測定結果のうち、測定試料間で差異が見られた Fig. 4 の結果を用いて、回折角のシフト量から、InAlN(10 $\bar{1}$ 0)面間隔の変化を算出し、参照試料の面間隔で規格化して Fig. 8 に示す。面間隔の変化は極微量のため、単位は ppm としている。900°C 品で極値をもっている点、950°C 品で反転挙動を示している点は、接触抵抗の変動挙動 (Fig. 2) と対応している。また抵抗値の減少範囲では Vegards 則の仮定に基づいて In の濃化方向 (InN > AlN) であることも明らかになった。しかし、それでも最大の濃化が生じたとしても参照試料から 1% も濃化していない。そのため、これだけで 2 桁の抵抗変動は生じないと推察される。他方、ピクセルディテクタにより測定した散乱プロファイル (Fig. 7) には、干渉性の振幅構造が認められ、接触抵抗値が異なる試料間で振幅の大きさや周期が明瞭に変化していることが分かった。この振幅が縮小する挙動からは表面または InAlN/GaN 界面のラフネスの増加が推察され、振幅周期の変化は InAlN 層厚の変化を示していると推察された。

以上の評価結果から、InAlN 電子供給層と金属電極との接触抵抗変動には熱処理に伴う InAlN 最表面の In 濃化と、InAlN 表面及び InAlN/GaN 界面ラフネスの増加が関与しているものと推察され、今回の試作範囲において最も接触抵抗値の小さい 900°C 熱処理条件は、散乱プロファイル形状が大きく変化し

ぎているため、製造品質安定化の観点から、必ずしも好ましい処理条件ではないことが推察された。

今後、さらに評価を進めるには原子間力顕微鏡等の別法で、本データと比較できる表面ラフネスデータを取得し、比較することで考察を進めることや、散乱プロファイル信号をより精確に測定するため、これらに含まれるバググランド情報を低減するためのスパイラルスリット等の測定系整備が必要と考えられる。最後に、広いダイナミクスレンジを持った Pilatus 100K 等の検出器を用いた測定結果には、見落としてしまうような微弱信号も含まれており、産業利用の観点でも有用な検出器であることが分かった。

4. 謝辞

本稿の実験は、大型放射光施設 (SPring-8) の BL16XU (課題番号 2012B5131, 2013A5131, 2013A5430, 2013B5131 および 2014A5131) によって行いました。

5. 参考文献

- [1] J. Kuzmik., *IEEE Electron Devices Lett.*, **22**, 510 (2001).
- [2] M. Gonschorek, J. -F. Carlin, E. Feltin, M. A. Py, and N. Grandjean, *Appl. Phys. Lett.*, **89**, 062106 (2006).
- [3] F. Medjdoub, J. F. Carlin, C. Gaquière, N. Grandjean and E. Kohn, *The Open Electrical and Electronic Eng. J.*, **2**, 1 (2008).
- [4] J. Selvaraj, S. L. Selvaraj, M. Niyoshi, Y. Kuraoka, M. Tanaka, and T. Egawa, *Jpn. J. Appl. Phys.* **48**, 04C102 (2009).
- [5] A. Kitahara, *SUNBEAM Annual Report with Research Results*, **3**, 17 (2013).

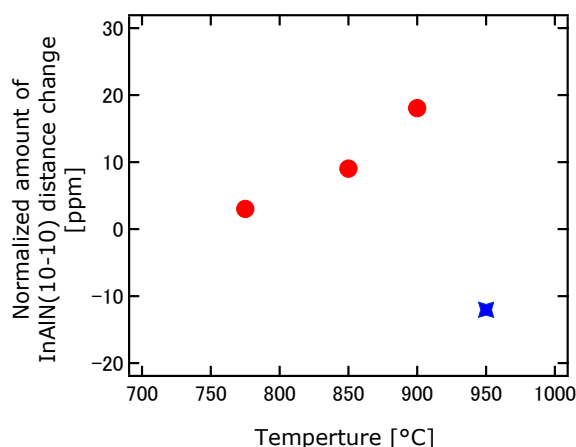


Fig. 8. Temperature dependence of InAlN(10 $\bar{1}$ 0) distance change.

査読コメント, 質疑応答

査読者 1. 表 和彦 (リガク)

【査読者 1-1】

Fig. 7 の横軸を物理的に意味のある, q_z (出射方向の波数) で表せませんか? それが難しければ, 最低でも出射角に変換してください. それから, 重ね書きされた各プロファイルは, 縦軸をシフトされていますか. そうであれば, その点を Figure caption 等に記述してください.

【著者】

Fig. 7 を出射角に変換しました. オフセットを設けていたため, その旨表記しました.

【査読者 1-2】

Fig. 7 は極めて多くの情報を持っているように思われます. これは, InAlN 薄膜からの回折線とのことです. 干渉縞の周期 (振幅周期, 振幅位相という言葉は一般的でしょうか) は膜厚に, 振幅は界面構造を反映しています. 測定データを注意深く見ると, 850°C 処理の試料において干渉縞の周期が小さくなっていくとともに, 振幅が小さくなっています. このことは, この試料において, 実質的な膜厚が増加するとともに, 界面において, 拡散が生じるか, ラフネスが増加することを意味します. また, 最表面のラフネスの増加は起こっていないのでしょうか. こちらも干渉縞振幅を減衰させる要因になります. AFM 等による表面状態のデータがあれば, 参考になると思われ. 900°C 処理の試料においては, さらに干渉縞の短周期化が進行しているように見えます. また, 波形にも大きな変化が見られます. ところが, 950°C 処理の試料においては, 一見, 干渉縞周期が急に大きくなったように見えます. このことが, 膜が薄くなったことを示すのか, もっと複雑な構造変化が起こっているのかは, このデータからだけでは分かりませんが, この温度の処理で 900°C までになかった構造変化が起こったことは, 示唆していると考えられます. この点は, Fig. 8 に見られる急激な格子定数変化とも対応していると考えられます. 以上のような InAlN 薄膜の構造変化を考慮すると, Fig. 8 の格子定数変化を In 濃度の変化のみで結論づけて良いのか疑問が残ります.

この項で述べた Fig. 7 に関する査読コメントは, あくまで査読者の考察であり, 論文修正にそのまま使う必要はありません.

【著者】

位相という言い回しは一般的ではないため排除しました.

AFM について, 本実験系では表面 InAlN 層の出来映えの悪さと Al 成分の多さ等に起因したためか, 模擬試料作製後には表面に酸化アルミニウムが形成されており, 有効な測定結果が得られていません. 今後, 試料表面処理や雰囲気制御した AFM 測定を検討しています.

【査読者 1-3】

Fig. 7 の横軸の値が 0 degree から 15 degree になっていますが, 本当でしょうか?

普通, 反射率と同様, 数度の範囲で急激に強度が減衰します. ご確認ください.

【著者】

CeO₂ 粉末にて校正を行いました. 測定配置について, カメラ長は約 250 mm, 検出器の面積 83.8 mm (出射角方向サイズ) からも大きく逸脱した数字ではありません. また, プロファイルの縦軸はログスケールの輝度値です.

試料表面の平坦性がそれほど確保されていないことを示唆してか, 強度減衰が緩やかなのではないかと思慮します. それでも約 2° に至るまでに 4 桁超の強度減衰となっています.