

パワーデバイス特集②

# 全反射蛍光X線分析によるパワー半導体デバイスのウェーハ汚染評価

河野 浩\*

## 1. 全反射蛍光X線分析法 (TXRF: Total reflection X-Ray Fluorescence Spectrometry)

全反射蛍光X線分析装置 (TXRF) は元素周期表のほとんどの元素 (Na~U) を非破壊で測定できることから、半導体製造プロセスの汚染評価装置として幅広く利用されている。

Si ウェーハやガラスのように光学的な平坦面を有する試料に対して、入射X線の照射角度を高角度から低角度に向かって少しずつ下げていくと、ある角度から低い入射角度では入射X線は試料中にほとんど浸透せず、入射X線は入射角度と同じ角度で進行方向に向かって全反射される。この“ある角度”をX線の全反射現象が生じる臨界角度という。全反射条件下でのX線の侵入深さは理論的には5 nm程度であるため、全反射蛍光X線分析法は表面分析法に分類される。優れたS/N比により試料の極表層にある汚染を高感度に検出することが可能である。図1に高角度入射条件と全反射を起こす入射条件 (以下、全反射条件と呼ぶ) での侵入深さの比較を示す。

## 2. 金属汚染とデバイス特性への影響

TXRFが測定する汚染は金属汚染<sup>†</sup>が中心になる。

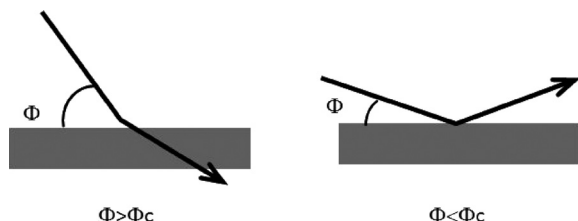


図1. 高入射角度条件と全反射条件.

金属汚染には大きく分けてアルカリ金属と遷移金属汚染があり、それぞれの汚染はデバイス特性への影響が異なる (表1)。

表1. 金属汚染の種類とデバイス特性への影響.

金属汚染の種類	デバイス特性への影響
アルカリ金属汚染	ゲート絶縁膜耐圧劣化 ゲート絶縁膜閾電圧値変動
遷移金属汚染	接合リーク電流 ライフタイム劣化 酸化膜誘起積層欠陥(OSF) ゲート絶縁膜耐圧劣化

金属汚染がデバイス特性に与える影響の程度は、デバイスの種類によっても異なる。CIS (CMOS Image Sensor) やDRAM、フラッシュなどは金属汚染に敏感なため、 $1 \times 10^9$  atoms/cm<sup>2</sup>以下の厳格な金属汚染管理が行われる。またロジックデバイスなどでは $1 \times 10^{10}$  atoms/cm<sup>2</sup>付近での管理が一般的である (図2)。SiCパワーデバイスは新しい基板を用いた次世代のパワーデバイスであるため、金属汚染評価や管理基準の確立は途上の段階にある。今のところ、SiCパワーデバイスではSiのロジックデバイスで採用されている評価基準を目安としているようである。

## 3. 他の測定手法とTXRFの比較

金属汚染の評価にはTXRF以外にICP質量分析法、原紙吸光分析法、ライフタイム測定法などが用いられる。各測定手法とTXRFの比較を表2に示す。TXRFは、試料前処理が不要で (非破壊)、マッピング測定が可能、操作にスキルを必要としない、GEM300やGEM200などのオートメーションへの対応も可能といった特長を持つ手法である。また、SiCウェーハでは、フッ酸などで酸化膜を分解し濃縮して測定を行うVPD-ICP質量分析法や原子吸光分析法の適応が困難であるためTXRFが広く使われ始めている。

\*株式会社リガク X線解析事業部 SBU 大阪薄膜デバイスグループ

<sup>†</sup>TXRFが測定する金属汚染はSiウェーハなどの高純度の半導体材料の表面に偶発的に発生したもので、これを一般的に金属汚染という。

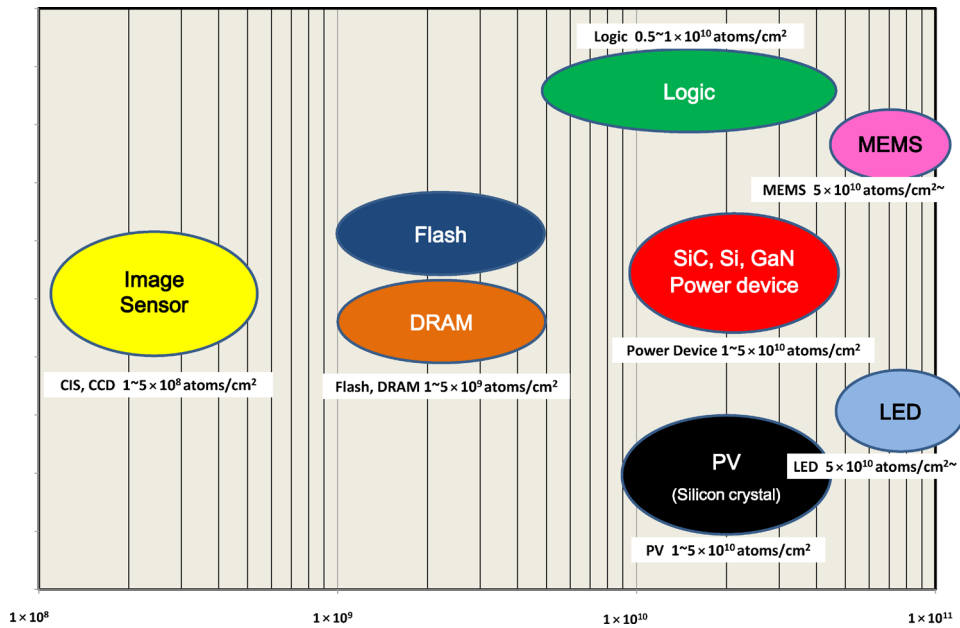


図2. 半導体デバイスと金属汚染管理レベル (単位: atoms/cm<sup>2</sup>).

表2. 各金属汚染評価法の比較.

	TXRF	VPD-ICP 質量分析	原子吸光分析	ライフタイム測定
分析深さ	表面	表面	表面	バルク
元素情報	得られる (Na-U)	得られる (一部測定が困難な元素がある)	得られる (一部測定が困難な元素がある)	得られない
試料前処理	不要	必要	必要	一部必要
スループット	普通	遅い	遅い	早い
検出限界	1×10 <sup>9</sup> atoms/cm <sup>2</sup>	1×10 <sup>7</sup> atoms/cm <sup>2</sup>	1×10 <sup>7</sup> atoms/cm <sup>2</sup>	1×10 <sup>9</sup> atoms/cm <sup>2</sup>
マッピング測定	可能	困難	困難	可能
操作性	容易	スキルが必要	スキルが必要	容易
オートメーション	可能	困難	困難	可能

#### 4. TXRFの半導体プロセスでの使われ方

TXRFは金属汚染という半導体製造における普遍的な問題を測定対象としているので、あらゆるプロセスで使われている。TXRFが最も活用されているのは、新しいラインの立ち上げ時である。この場面では、TXRFを使ってクリーンルームの環境、製造装置からの汚染などが評価され、新しい製造ラインの問題箇所の早期発見や製造工程の安定性評価に貢献している。また、ライン稼働後も製造装置のメンテナンス前後の評価にも利用されている。さらにはオートメーション測定によりTXRFにより品質管理を行っているユーザーも多い。

TXRFの特長は、測定位置を変えながら測定し、試料全面での汚染の分布状況を計測するマッピング測定であり、ウェーハ上に部分的に存在する金属汚染を検

出できるところに価値がある。一方ICP質量分析法に代表される化学分析手法は、試料全面の汚染をフッ酸などにより分解・回収する前処理を行う。このため得られる測定結果はウェーハ面内の平均値となる。例えばTXRFのマッピング測定の結果、ウェーハ面内1カ所で検出された1×10<sup>10</sup> atoms/cm<sup>2</sup>のFe汚染は、面内平均値で表現されると2桁ほど低い1×10<sup>8</sup> atoms/cm<sup>2</sup>レベルの汚染ということになる。この違いを理解した上で検出限界を比較する必要がある。

#### 5. SiCパワーデバイスの金属汚染評価

従来、SiCウェーハの欠陥はマイクロパイプや積層欠陥などのマクロ欠陥の低減を中心として品質向上が行われていたため、転移や金属汚染といったミクロ欠陥についてはほとんど配慮されることはなかった。し

しかし、これからの SiC パワーデバイスには、高性能で安定動作が要求されることから、Si ウェーハと同等の品質が要求され始めている。このため SiC ウェーハの金属汚染評価は重要である。しかし、SiC ウェーハは化学的に非常に安定しており、薬液を使った表面汚染回収 (VPD: 気相分解処理) が困難であるため ICP-質量分析による金属汚染分析も一般的には行われてきていない。そのような状況から、非破壊・高感度で手軽に金属汚染分析が可能な TXRF に注目が集まってきている。

**5.1. TXRF による SiC パワーデバイスの金属汚染分析**

SiC ウェーハの TXRF スペクトルは励起 X 線の散乱線強度が増加することを除いて、ほとんど Si ウェーハと同じ形状になる (図3)。したがって、検出限界や再現性といった性能は Si ウェーハと同等の結果が得られる。

測定における課題は回折線の回避である。SiC ウェーハは六方晶系で 4H と 6H という二つのタイプがあり、さらにオフ角度が採用されている。このため、 $\langle 100 \rangle$  Si ウェーハよりも回折線の発生が複雑になる。TXRF での測定においては回折線をいかに回避しながら測定を行うかが課題になる。ちなみに 4H はパワーデバイスとして使われ、6H は高周波デバイス (GaN 用基板) として使われる。

**5.2. 回折線が引き起こす問題**

TXRF は単色化された励起 X 線が用いられているので、回折線は励起 X 線と同じエネルギーの位置に現れる。特に遷移金属を測定するための励起 X 線 W-L $\beta$  (9.67 keV) の回折線が問題となる。回折線の発生により以下の3つの問題が発生する。

**A) バックグラウンド上昇**

励起 X 線が SiC ウェーハで回折され、検出器に高強度のスペクトルとして出現する。この巨大ピークはスペクトル全体のバックグラウンドを上昇させ、検出限界を悪化させる。

**B) エスケープピーク強度増加**

強い W-L $\beta$  の回折線が検出器に入射するので、その強度に比例してエスケープピークの強度が増加する。W-L $\beta$  のエスケープピークは Cu-K $\alpha$  を妨害するため、Cu の測定信頼性が低下する。

**C) 検出器のデッドタイム増加**

強い W-L $\beta$  の回折線が検出器に入射すると、数え落としが発生する。補正のためのデッドタイムが増加し、スループットが低下する。

図4と図5に回折線が発生したスペクトルと通常スペクトルの比較を示す。

Cu-K $\alpha$  を妨害し、微量の Cu について正しい定量結果を求めるのが困難になる。

実際の測定は黒色スペクトルのように回折線を回避して行う。

**5.3. 全反射蛍光 X 線分析装置 TXRF3760 の拡張回折線回避機能**

回折線の問題は、オリフラ/ノッチへの入射方向を一定にすることにより回避することができる。例えば、Si  $\langle 100 \rangle$  カットのウェーハにおいてはオリフラ/ノッチに対して 39° が回避方向になる。従来から、全反射蛍光 X 線分析装置 TXRF3760 には測定方向を一定にするために X-Y- $\theta$  駆動方式のステージが採用されているが、装置のフットプリントを最小化するために回折線回避に制限がある。TXRF3760 は複雑な SiC ウェーハの回折線に対応するため、新たに拡張回折線回避機能を搭載している。この機能は、あらかじめ測定した W-L $\beta$  の回折線のパターンから、複数箇所の回折線強度の弱い方位を自動決定し、測定座標の設定時に最適な方位を設定する。4H-SiC, 6H-SiC, GaN などあらゆるタイプの基板・薄膜からの回折線に対応できる。図6に 4H-SiC の回折パターンを示す。赤色の線が安全方位となる。また、図7に Si  $\langle 100 \rangle$  の回折パターンを比較のために示す。

**5.4. マッピング測定**

現在の SiC ウェーハのサイズは 4 インチが主流である。市場には 6 インチのウェーハも出始めており、大

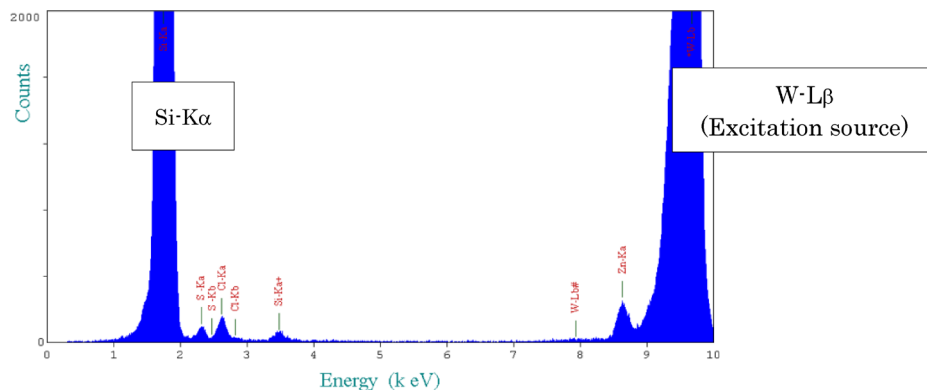


図3. SiC ウェーハの TXRF スペクトル。

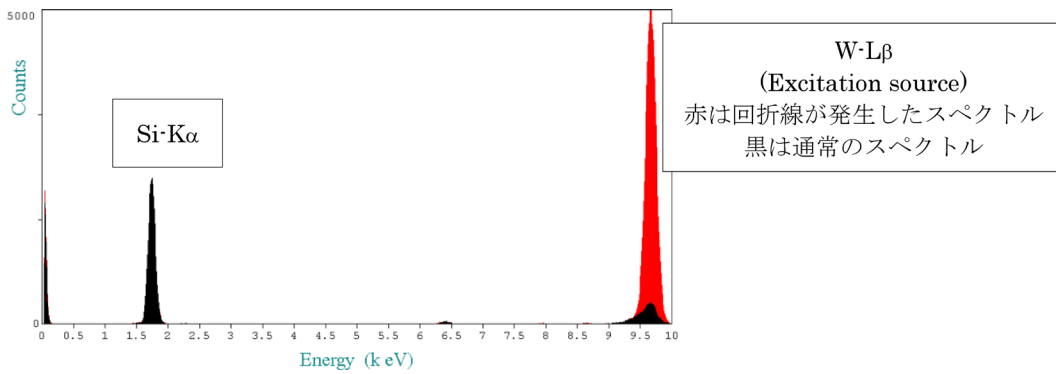


図4. 回折線発生スペクトルと通常スペクトルの比較.

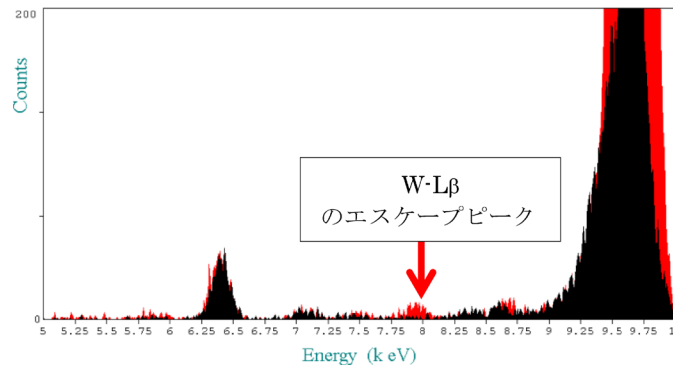


図5. 回折線発生スペクトルと通常スペクトルの比較 (エスケープピーク拡大図).

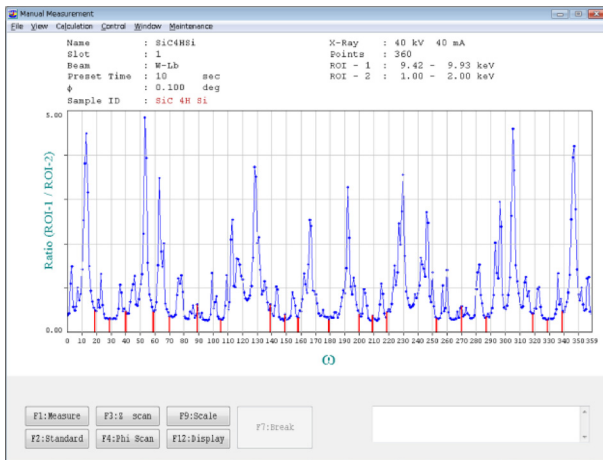


図6. 4H-SiCのW-Lβの回折パターン (赤い線で示した方位が測定方位)。平坦な範囲が狭く、回折線を回避しにくい。

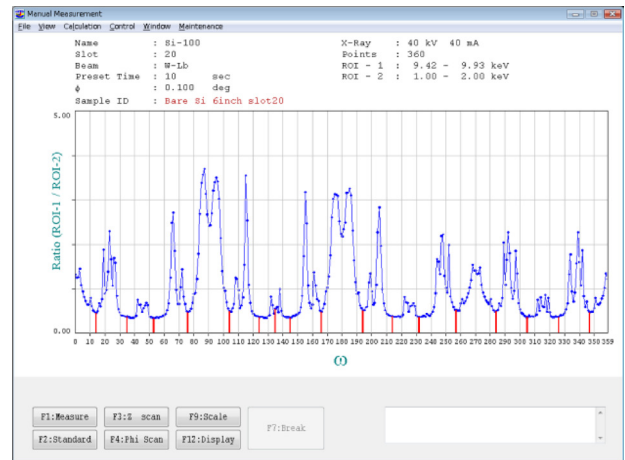


図7. Si <100>のW-Lβの回折パターン。平坦な範囲が広く、回折線を回避しやすい。

口径化が進んでいる。ウェーハの大口径化にともなって汚染の分布状況を把握することは、製造プロセスでの問題解決にとって重要である。TXRF3760には高速全面マッピング測定機能のSweeping-TXRFが搭載されていて、6インチウェーハの全面を30分程度で測定できる。また、ZEE-TXRF機能を使えば、ウェーハエッジも測定可能である。図8と図9に4インチSiCウェーハのSweeping-TXRF測定結果を示す。

## 6. TXRFによるGa系パワーデバイスの金属汚染分析

W-LβによりGa系ウェーハを測定すると、7 keV～8.7 keVあたりに連続的なスペクトルの盛り上がりが見られる(図10)。これはラマン散乱と呼ばれているもので、励起X線のエネルギーが、僅かに対象元素の吸収端エネルギーよりも低いときに顕著に出現する。Gaの場合にはW-Lβ(9.67 keV)とGa-K吸収端(10.386 keV)の間で共鳴ラマン散乱が発生する。

このため、ラマン散乱の連続スペクトル付近に出現

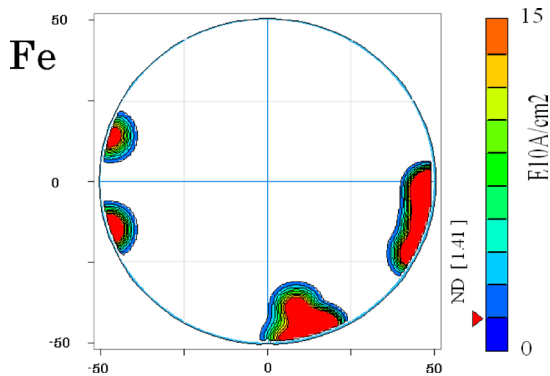


図8. SiC ウェーハ洗浄前（エッジ付近に $1 \times 10^{11}$  atoms/cm<sup>2</sup>以上のFeが検出されている）。

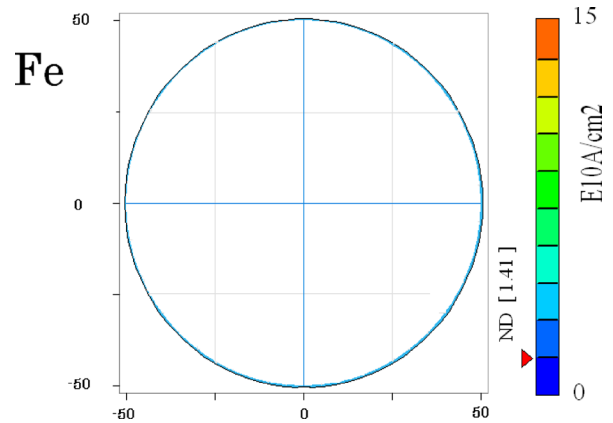


図9. SiC ウェーハ洗浄後。

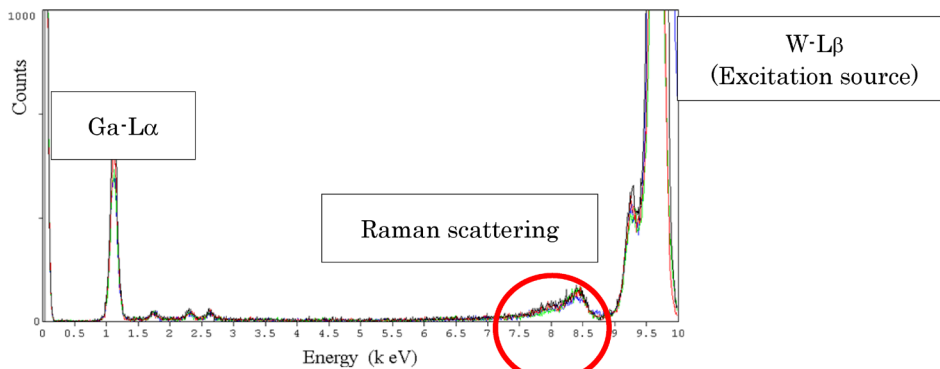


図10. ラマン散乱。

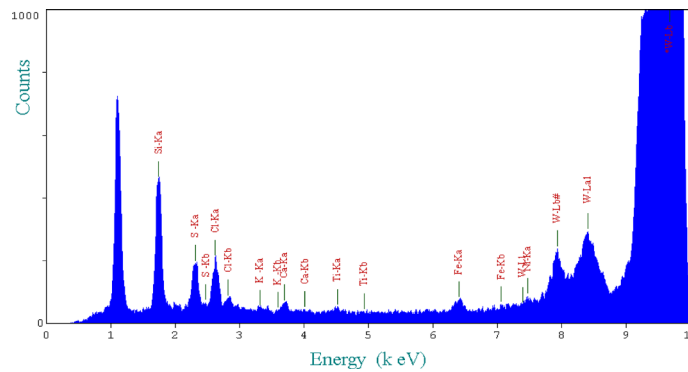


図11. GaN ウェーハのスペクトルチャート。

するCo, Ni, Niなどの元素はバックグラウンド強度が上昇し検出限界が悪化する。特にラマン散乱のピークがCu-Kαに近いので、Cuの検出限界はSi ウェーハと比較して1桁程度悪化することが予想される。このようにGaNのTXRF測定においては注意が必要である。

しかしながら、K, Ca, Ti, Cr, Mnなどの重要元素の測定へのラマン散乱の影響は小さく、通常のSiやSiC ウェーハと同様な金属汚染分析ができる。

実際のGaN ウェーハの測定例と定量結果を図11と表3に示す。

### 6.1. TXRFによるGaN系パワーデバイスの金属汚染分析

GaN ウェーハの測定において、ラマン散乱の影響により検出限界はSi ウェーハと比較して悪い。しかし、アルカリ金属～FeあたりまではSi ウェーハ並の性能が得られること、ICP質量分析法に代表される化学分析が適応しにくいこと、などからTXRFでの汚染評価が検討され始めている。また、GaNを成膜する基板（SiCやサファイア）の汚染評価にはすでにTXRFが導入されている。

表3. 検出された元素の定量結果.

元素	Si	S	Cl	K	Ca	Ti	Fe	Ni
単位	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>	$10^{10}$ atoms/cm <sup>2</sup>
定量値	9825.33	520.97	336.03	14.95	22.96	6.88	6.06	2.34

## 7. 将来

SiCパワーデバイスは今のところ、SBD（ショットキー・バリア・ダイオード）が製品の主流であるが、より高速な制御を行うためにはMOS FETが必要になる。電圧制御であるMOS FETは表面の金属汚染に敏感であるため、金属汚染の評価がより一層重要になる。

また、コスト低減のためにSiCウェーハの大口径化が必要とされており、すでに市場には6インチのSiCウェーハも登場している。ウェーハの大口径化とマップング測定への要求は比例しているため、TXRFへの期待はより一層高まると考えられる。

将来的に製造されるデバイスの種類にもよるが、SiCウェーハプロセスの金属汚染管理の要求レベルは $1 \times 10$  atoms/cm<sup>2</sup>以下となると考えられ、VPD-TXRFのような化学的前処理による高感度化が必要になると予想される。よって、装置もそれに対応していく必要がある。

## 参考文献

- (1) 味岡 恒夫 他 編：ULSI製造における汚染の実態，リアライズ社，(1999).
- (2) 服部 毅 編：新版シリコンウェーハ表面のクリーン化技術，リアライズ社，(2000).