



九州シンクロトロン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：1809089T

B L 番号：12

(様式第 5 号)

高分解能 XPS による Al-O-C 薄膜の解析 Characterization of Al-O-C thin layers using high resolution XPS

尾家 翔太郎・梶原 隆司・田中 悟
Shotaro Oie・Takashi Kajiwara・Satoru Tanaka

九州大学大学院工学研究院エネルギー量子工学部門
Department of Applied Quantum Physics and Nuclear Engineering, Kyushu University

- ※ 1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※ 2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※ 3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※ 4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より 1 人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

4H-SiC(0001)上の Al-O-C 薄膜に対して高分解能 XPS により解析を行った。以前行った XPS 測定では、高温でアニールをすることができなかつたため、表面処理が不十分である可能性があった。今回 $\sim 400^{\circ}\text{C}$ でアニールした後測定を行った結果、C 1s のピーク強度に変化が見られ、薄膜中に C は含まれないことが分かった。また、低エネルギーの測定結果から、Si 2p, Al 2p スペクトルにケミカルシフトは観察されなかつた。以上の結果から、薄膜の組成は、Al, O, C ではなく Al, O からなると推察される。

(English)

We analyzed Al-O-C thin films on 4H-SiC (0001) with high resolution XPS. In the previous XPS measurement, since it was not possible to perform annealing at high temperature, there was a possibility that the surface treatment was not sufficient. As a result of the measurement after annealing at 400°C , the peak intensity of C 1s was changed and it was found that C was not contained in the thin film. From the measurement results of low energy, no chemical shift was observed in Si 2p and Al 2p. From the above results, it was found that the composition of the thin film was composed of Al, O, not Al, O and C.

2. 背景と目的

SiC はワイドバンドギャップ、高熱伝導度といった特性から次世代のパワーデバイスとして期待されているが、MOSFET では SiO_2/SiC 界面における高い界面準位密度がチャネル移動度の低下の原因となっている。そこで、界面の改善を目的とした SiC 表面上の超薄膜に関する研究が行われており、SiC(0001)上では silicate[1]や SiON[2]といった大気安定の超薄膜がエピタキシャル成長することが報告されている。本研究では新たな超薄膜形成を目指しており、優れた高誘電率絶縁体である酸化アルミニウムに着目し、AlO 系超薄膜の形成を試みた。試料の作製手法は、SiC 基板を箱型のサセプターに入れ、Al₂O₃ の供給源となる Al₂O₃ セラミック板でふたをし、水素雰囲気下で加熱を行った。結果としては 4H-SiC(0001)上に厚さ $\sim 1.4 \text{ \AA}$ で $(3\sqrt{3}\times 3\sqrt{3})R30^{\circ}$ （以下 3R3）構造を持つ超薄膜の形成が確認されている。この 3R3 構造に対して Al K α 線を用いた XPS 測定を行っており、bulk の SiC のピークの他に、Al, O, C のピークが観察されている。しかし、測定を行った装置では基板のアニールを高い温度で行うことができないため、表面の水分や有機物を十分に取り除くことができず、測定前の表面処理が不十分である可能性がある。また、より表面敏感な測定を行うことで結合状態に関する新たな知見が得られる可能性がある。そこで今回の課題では、高温でのアニール後、高分解能 XPS で解析を行うことにより、より詳細なピーク分離を行うことを目的とした。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

試料は4H-SiC(0001) on-axis基板を用い、まず最初に基板表面の清浄化のためにH₂を1 slm流し大気圧下で1400 °C, 15 minのアニールを行った。その後基板を図に示す容器に入れ、H₂を1 slm流し大気圧下で1200 °C, 2 minで加熱を行うことで、Al-O-C薄膜を作製した。解析は、まず最初にアニール前に放射光のエネルギーを700 eVとして測定を行った。次に、~400 °Cでアニールを行った後、放射光のエネルギーを700 eVとして測定を行った。最後に、放射光のエネルギーを140 eVとして測定を行った。

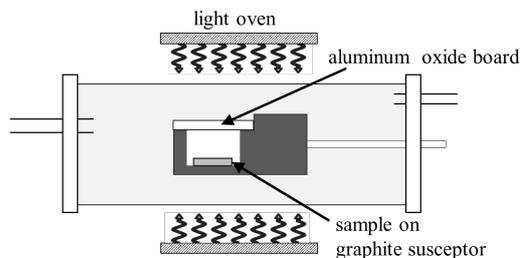


図1 成長装置の模式

4. 実験結果と考察

図2(a)(b)放射光のエネルギー700 eVのアニール前とアニール後のC 1s スペクトルをそれぞれ示す。図2(a)からアニール前のスペクトルは以前行った測定と類似したスペクトルであり、bulkのSi-C結合より高エネルギー側にシフトしたピークは、3R3構造中のC-O結合に由来するものと考えていた。しかし図2(b)より、~400 °Cでアニールを行うことにより高エネルギー側のピークは減少したことから、このピークは表面に付着した有機物によるものと考えられる。このことから、3R3構造にC-O結合はなく、Cは含まれないことが分かった。

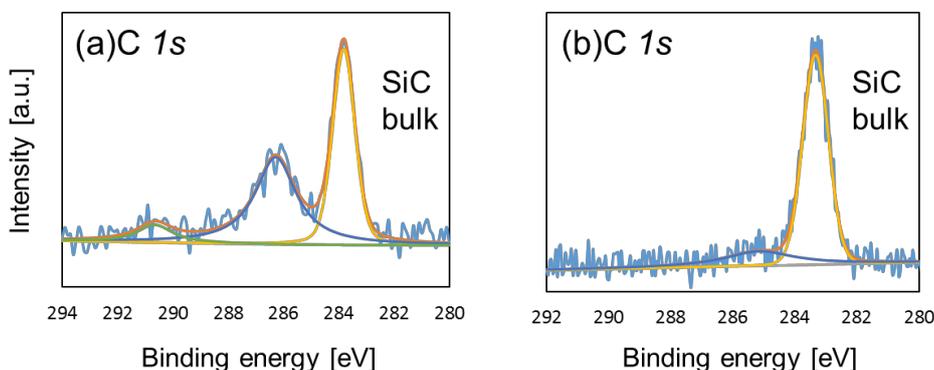


図2 エネルギー700 eVのC 1s スペクトル(a)アニール前 (b)アニール後

図3(a)(b)に放射光のエネルギー140 eVのSi 2p, Al 2pのスペクトルをそれぞれ示す。図3(a)から表面敏感な測定であってもSiはbulkのピークのみでフィッティングを行うことができ、Si⁺といったシフトは観察されない。このことから、3R3構造中にSiは含まれないことが分かった。図3(b)から表面敏感な測定であってもAl 2pはシングルピークでフィッティングを行うことができ、ケミカルシフトは観察されない。このことから、3R3構造中にはAl-O結合のみ存在すると考えられる。

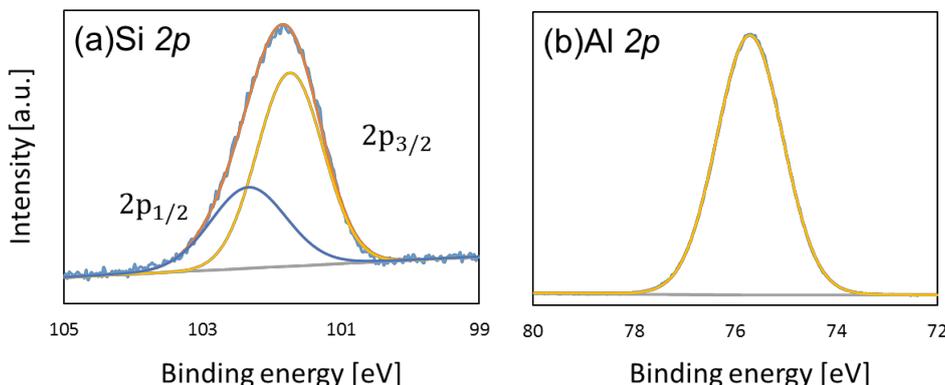


図3 エネルギー140 eVの (a)Si 2p スペクトル (b)Al 2p スペクトル

5. 今後の課題

今回のXPS測定で3R3構造の組成についての知見が得られた。しかし、構造決定を行うためには原子の層間距離や面内の原子位置に関する情報が必要であり、X線CTR散乱測定や、STM等による解析が必要である。

6. 参考文献

[1] J. Bernhardt *et al.*, Appl. Phys. Lett. **74**, 1084 (1999).

[2] T. Shirasawa *et al.*, Phys. Rev. Lett. **98**, (2007) 136105.

7. 論文発表・特許 (注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

無し

8. キーワード (注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3)

XPS

9. 研究成果公開について (注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください(2019年度実施課題は2021年度末が期限となります)。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

— ① 論文(査読付)発表の報告 (報告時期： 年 月) —
— ② 研究成果公報の原稿提出 (提出時期： 年 月) —