

講演資料

イオンスパッタリングによるInPの損傷について

荻原俊弥

NTTアドバンステクノロジー(株) 材料分析センタ

〒243-0124 神奈川県厚木市森の里若宮 3-1 NTT厚木研究開発センタ内

E-mail: togiwara@atsugi.ntt-at.co.jp

化合物半導体のInPは、イオンスパッタリングにより激しい表面あれが生成する。この表面あれに関しては、コーンの分析、表面あれの生成メカニズムおよびその抑制方法、表面あれと表面組成の関係など、いろいろなことが調べられている。ここでは、イオンスパッタリングによる損傷としてInPの表面あれに着目し、これらの内容を紹介する。

(2003年7月18日受理)

Surface Damage of InP by Ion Sputtering

T. Ogiwara

NTT Advanced Technology Corporation

Morinosato-Wakamiya, Atsugi, Kanagawa 243-0124, Japan

togiwara@atsugi.ntt-at.co.jp

(Received: July 18, 2003)

It is well known that ion sputtering induces the surface roughening on InP semiconductor. On the roughening phenomenon on InP surface, various things have been investigated. We, then, report the topics of the analysis of cones, the formation process of the surface roughening and the ion dose rate dependence of the surface roughening.

1 はじめに

化合物半導体のInPを基板とするInP系多層膜は、半導体レーザーなど光通信デバイスの材料として広く用いられている。この材料は、 Ar^+ イオン照射により激しい表面あれが生成する。図1 a), b)は加速電圧1kVの Ar^+ をInPウエハに照射し、生成した表面あれである[1]。先端が球状のコーンが密集しており、InPの表面あれの激しい様子がわかる。

これまでにInPに関しては、大きさ数十nmのコーンの分析、表面あれの生成過程およびその抑制方法、表面あれと表面組成の関係など、表面あれに関する事象が報告されている。ここでは、イオンスパッタリングによる損傷としてInPの表面あれに着目し、これらの内容について紹介する。

2 コーンの分析

TEMによりコーンの断面観察、EDSによる組成分析、電子線回折による結晶性評価が行われている[2],[3]。図2 -a), b)は、コーンを断面方向から観察したTEM像である。コーン先端が球状で、大きさ数十nmのコーン一つ一つの形状を鮮明にとらえている。図2 -c)は図2 -b)中の四角エリアの電子線回折パターンである。また、図2 -d)は同エリアのEDS分析結果である。比較のため、InP劈開面のEDS分析結果を図2 -e)に示す。これらの結果より、先端の球状物はInであることがわかる。なお、図2 -d)中のFe, Crは、試料をマウントしたメッシュ材が分析されて検出されたものである。

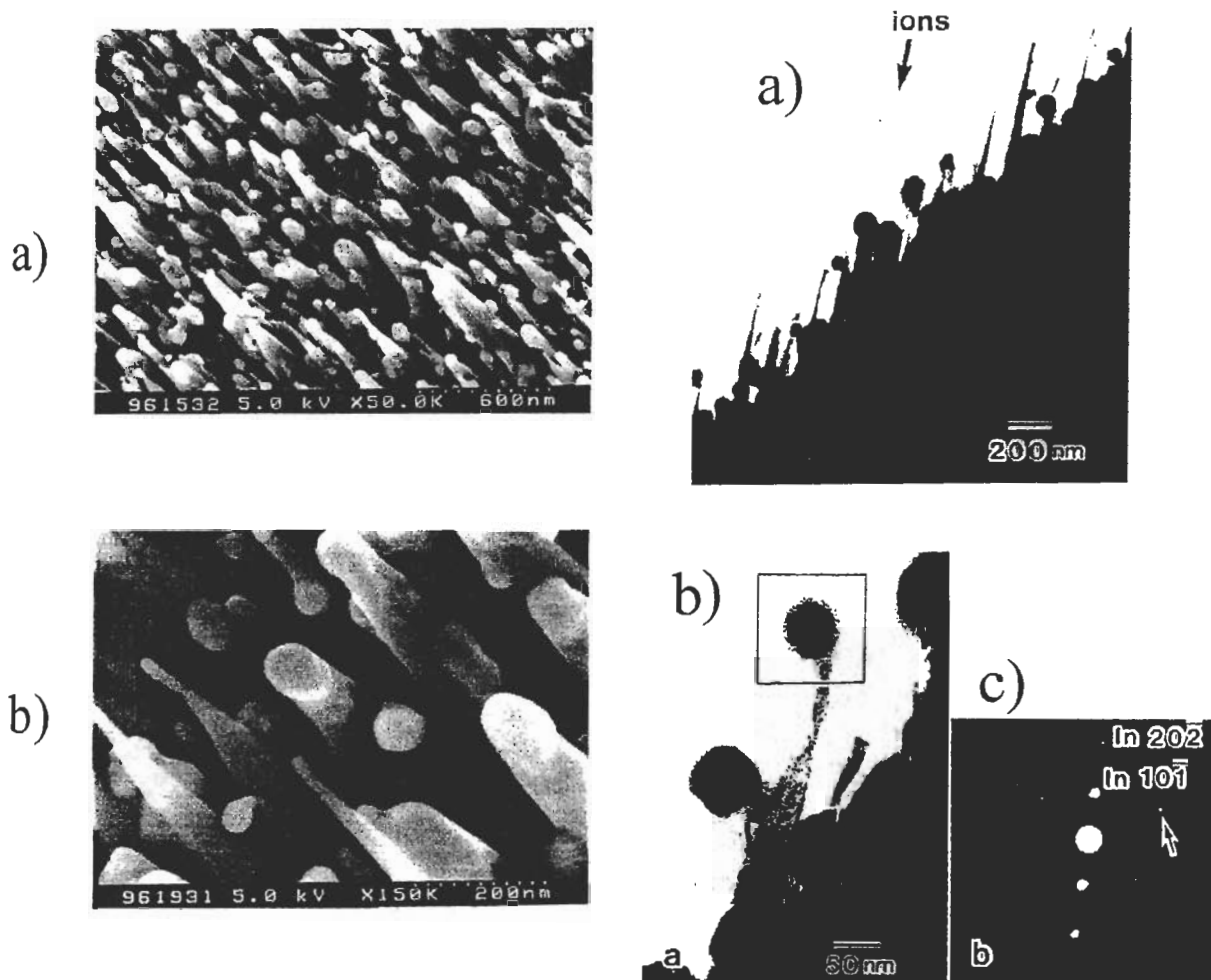


Fig.1 SEM images of Ar+ ion bombarded InP surfaces.

Fig.2 (right) a) Low-magnification TEM image of a sample sputtered at 100°C. b) Ball-like particles observed by TEM and c) ED pattern from the boxed area in Fig.2 b). d) EDX spectrum of the boxed area in Fig.2 b). e) EDX spectrum from an as-cleaved sample.

3 表面あれの生成メカニズム

フォーカスされたスポットイオンビームを試料に照射した場合、スパッタリングされた領域の中心において表面あれの密度は高い[4]。形成されたスパッタク

レータを、表面近傍から底部まで観察すれば、表面からの深さが異なる位置での情報が得られる。この深さ

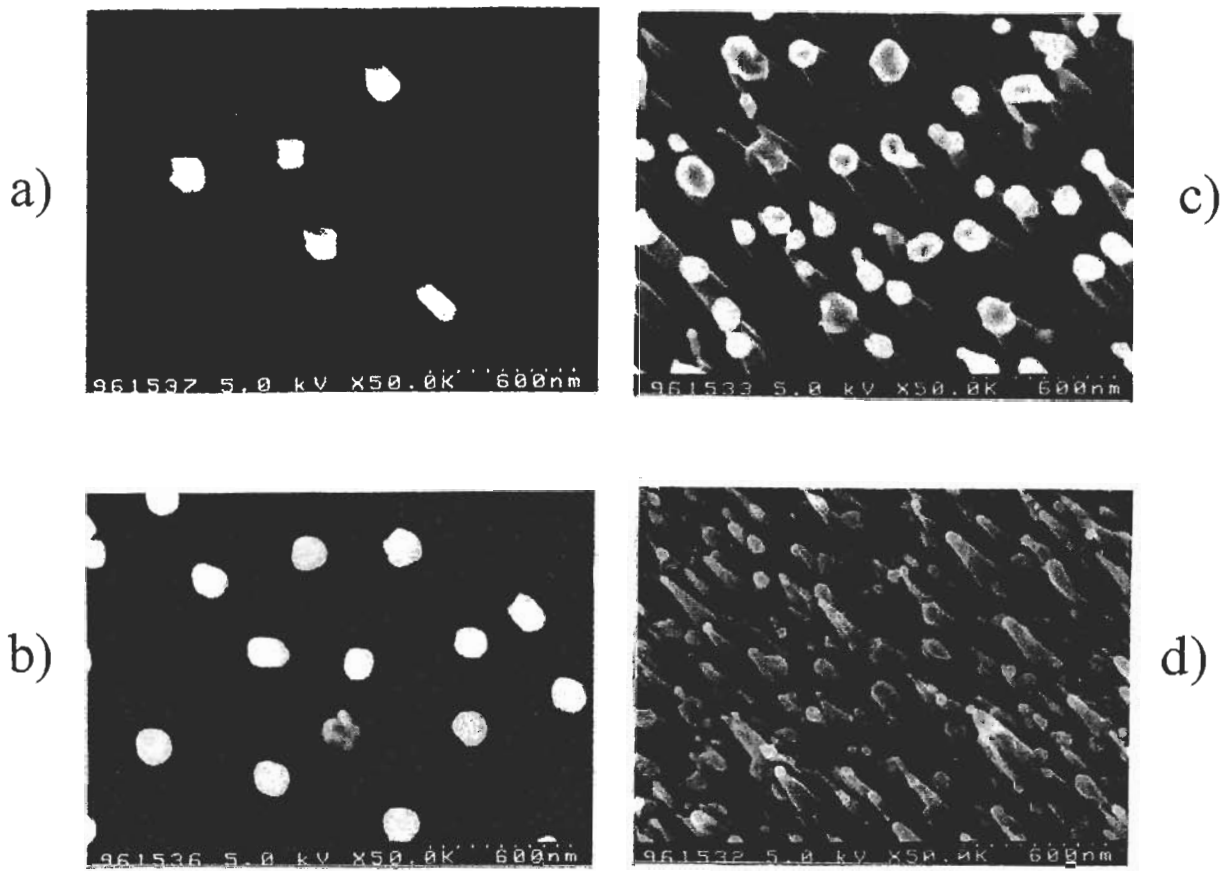


Fig.3 SEM images of a crater formed by 1 kV Ar+ ion bombardment at 100°C.

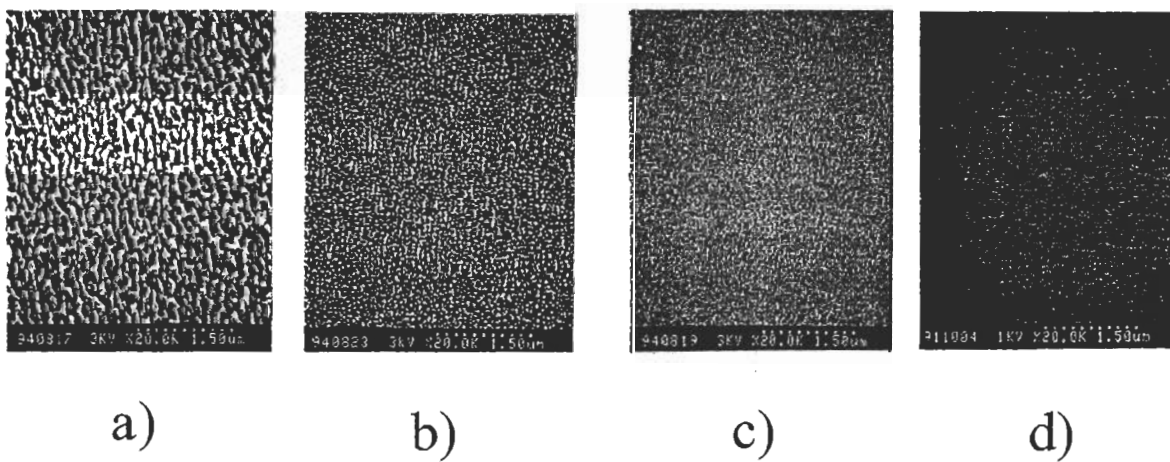


Fig.4 SEM images of a surface of InP substrate after ion sputtering.
Sample temperature : a) 323K, b) 283K, c) 253K, d) 83K.

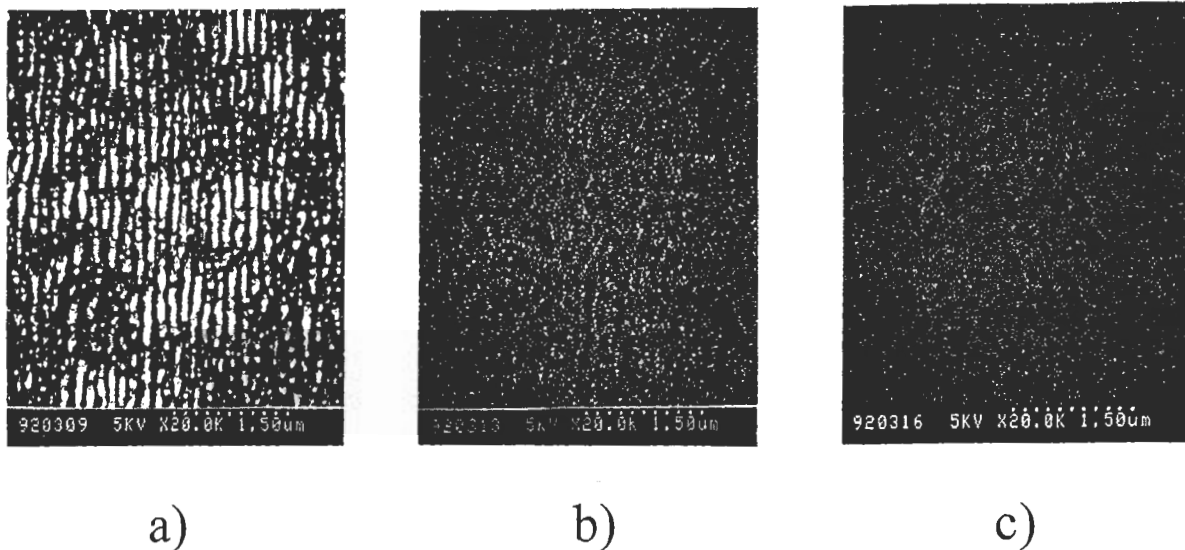


Fig.5 SEM images of a surface of InP substrate after ion sputtering.

Sputtering rate : a) 3.2 nm/min, b) 27 nm/min, c) 64 nm/min.

の違いは、スパッタリングに用いたイオンのドーズ量の差に相当し、スパッタ時間の違いと見なすことができる。従って、表面あれがスパッタ時間とともに成長する試料では、スポットビームにより作製したクレータの表面構造を観察することによって表面あれの生成過程を推定できる。

図3は、InP ウエハを373Kに保持してAr⁺イオンスポットビームを照射し、形成したクレータの表面近傍から底部を順次観察したSEM像である。図3-a)はもとの表面に近いクレータの上部を観察したものである。図3-d)は最もスパッタリングされたクレータ底面である。ここで、SEM写真のコーン先端の球状物は、2で述べたようにInの結晶である。これらのことからInPの表面あれは定性的には次のような過程で生成する[5]。InPにAr⁺イオンを照射するとPの選択スパッタリングが起こり、それに伴い表面に残されたIn原子の表面拡散、結晶成長が起こり、安定なインジウムの島を形成する。生成したインジウムの島よりもInPのスパッタリングレートが高く、InPとインジウムの島の間には段差が生じる。その結果、先端が球状の突起が形成される。連続的なスパッタリングにより、先端のInが小さくなるとともに突起はコーン状になる。

4 表面あれの抑制方法

InPのコーンの形成は、試料温度に著しく依存しており、低温の83Kでイオン照射した表面は平坦であ

る。また、常温でも高スパッタリングレートにすることで、表面あれを抑えられる。これらは、スパッタリングにより形成されるインジウムの島に起因してInPの表面あれが生成することを踏まえた表面あれの抑制法である。次にこれらの詳細を述べる。

4-1 試料冷却法

図4-a)~d)は、323K, 283K, 253K, 83Kの各温度でInP基板上に積層したInP/GaInAsP多層膜の深さ方向分析を行った後の表面を観察したSEM像である[6]。これらが示すように、表面あれは試料温度に著しく依存しており、温度が低いほど表面あれは抑制されることがわかる。

3で述べたように、Pの選択スパッタリングに伴いInが凝集してインジウムの島を形成し、それを引き金として表面あれが生成する。従って、スパッタリング時に試料を冷却することでInの表面拡散を抑制できるため、試料冷却法では平坦性を保ったスパッタリングが可能である。この場合、最表面層はInで覆われていると考えられる。

4-2 高スパッタリングレート法

イオンビームの走査面積を小さくしたり、スポットイオンビームなどスパッタリングレートが速い条件では、常温でも表面あれを抑制できる。

図5-a)~c)はスパッタリングレートを変えてInP/GaInAsP多層膜の深さ方向分析を行った後の表面を観

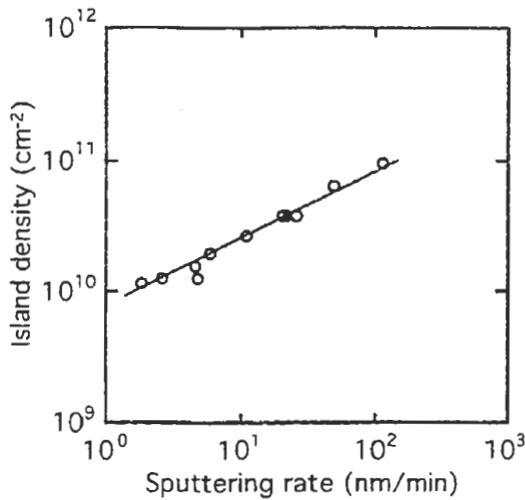


Fig.6 Sputtering-rate dependence of In-island density.

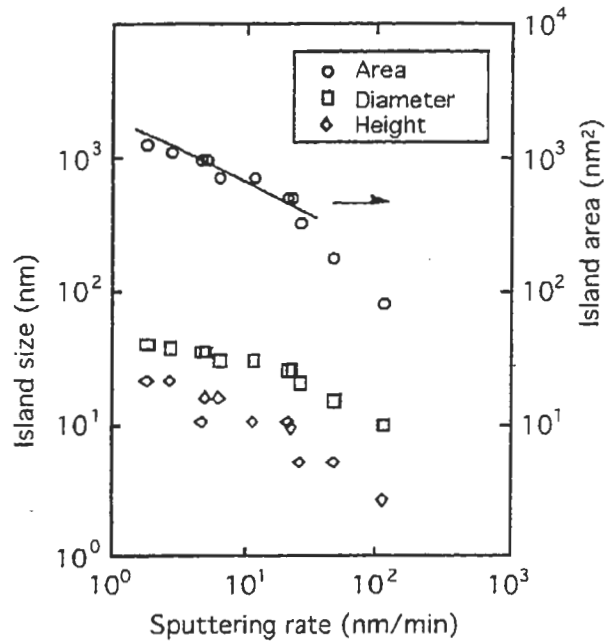


Fig.7 Sputtering-rate dependences of In-island sizes and area.

察した SEM 像である [7]。いずれも表面から約 210nm の深さに相当する。これより、スパッタレートが高いほど表面あれは小さい。特にスポットイオンビームでは、微小な粒子が観察される程度である。

Ar⁺ イオンスパッタリングされた InP 表面に生成するインジウムの島とスパッタリングレートとの関係が、Homma により報告されている [8]。図 6 にスパッタリングレートとインジウムの島の密度の関係を示す。これより、インジウムの島の密度はスパッタリングレートの平方根に比例している。また、図 7 はスパッタリングレートとインジウムの島の大きさの関係を表したものである。インジウムの島の大きさはスパッタリングレートが高いほど小さい。

3 で述べたように、インジウムの島は凝集したものである。その大きさがスパッタリングレートに依存していることは、In がスパッタリングされるまでの時間と In が表面拡散して結晶成長するまでの時間のトレード・オフによってインジウムの島の大きさが決まると考えられる。すなわち、スパッタリングレートが高い条件では In のスパッタリングが優先されるために、非常に小さなインジウムの島のみが生成する。一方、スパッタリングレートが低い条件では、表面拡散した In の結晶成長が進行してインジウムの島を形成する。インジウムの島は InP よりもスパッタリングレートが低い場合表面あれを形成するようになる。

5 表面あれと表面組成について

Ar⁺ イオン照射により InP が表面あれを起こす過程で、その表面組成がどのように変化するかについて次に述べる。

図 8 はスパッタリング時間に依存して増大する表面あれと表面組成の関係を調べたものである [9]。InP ウエハを真空中で劈開し、(110) 面の P および In のオージェスペクトル強度を基準濃度とする。そして、スパッタリングレートの異なる 3 条件でスパッタリングを行いながら P および In の強度をモニターして、深さに対する濃度変化を調べたものである。図 8 が示すように、表面から 10 nm 程度の深さまでは In 濃度が 7 ~ 8 at% 程度増加し、逆に P 濃度が 7 ~ 8 at% 程度減少している。そして、10 nm 以上の深さでは、濃度の変化はほとんど認められない。スパッタリングレートが異なってもほぼ同じ傾向を示している。図 9 はスパッタリング後の表面 SEM 像である。スパッタリングレートに依存した表面あれが形成されている。

これらのことから、深さに依存して数百 nm オーダーの表面あれが生成しても表面濃度は 7 ~ 8 at% 程度の変化にとどまること、また、表面あれの形状が異なっても深さに対する濃度変化はほぼ等しいことがわかる。

イオンスパッタリングによる InP の損傷として、表面あれの生成に着目し、コーンの分析事例、表面あれの生成過程、表面あれの抑制方法、表面あれと表面組

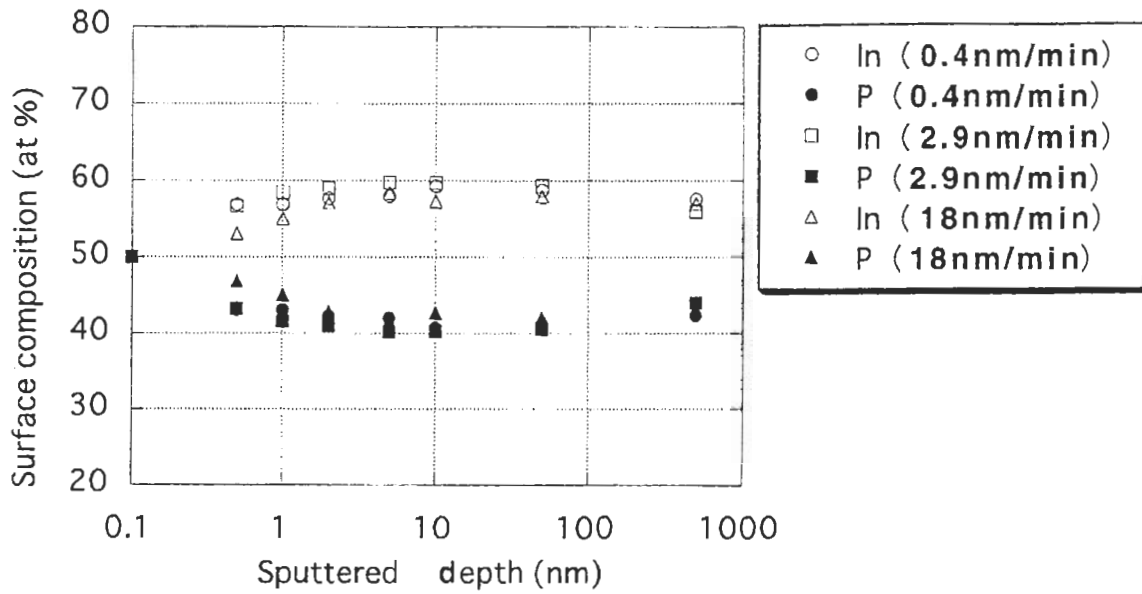
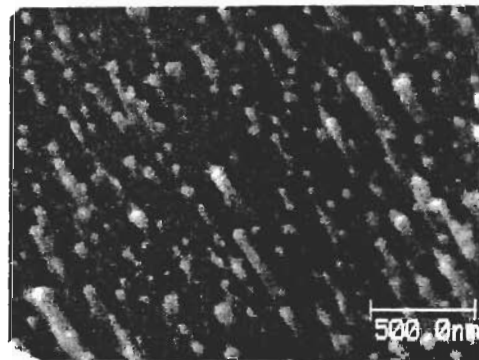


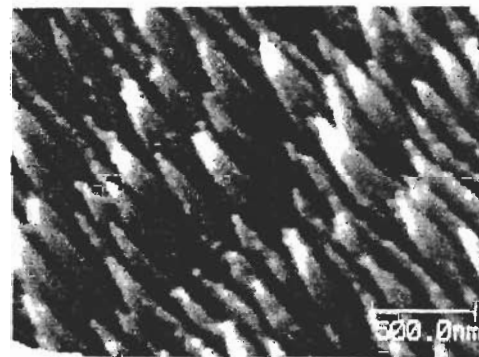
Fig.8 (above) Composition calculated using the surface composition of the InP as-cleaved surface against the sputtered depth.

Fig.9 (right) SEM images of the InP surface sputtered by using Ar⁺ ion. Sputtering rate : a) 0.4 nm/min, b) 2.9 nm/min, c) 18 nm/min.

a)



b)



c)



成の関係について、これまでに報告されている事象を紹介した。

6 参考文献

- [1] 荻原俊弥, 吉田公一, 田沼繁夫, *J. Surf. Anal.*, 3, 646 (1997).
- [2] M. Nozu, M. Tanemura and F. Okuyama, *Surf. Sci. Lett.*, 304, L468 (1994).
- [3] J. Kato, M. Nozu, Y. Fujimoto, M. Tanemura and F. Okuyama, *J. Vac. Sci. Technol.*, A13, 207 (1995).
- [4] F. Okuyama, S. Aoyama, T. Kawabata and Y. Fujimoto : *Nucl. Instrum. Methods*, B72, 344 (1992).
- [5] 荻原俊弥, 吉田公一, 田沼繁夫, 表面分析研究会, 实用表面分析講演会, 講演要旨集 72 (1997) .
- [6] 荻原俊弥, 田沼繁夫, *J. Surf. Anal.*, 1, 227 (1995).
- [7] 荻原俊弥, 原田朋子, 田沼繁夫, *表面科学*, 13, 719 (1992).
- [8] Y. Homma, *J. Surf. Anal.*, 3, 641 (1997).
- [9] 茂木カデナ, 増田みゆき, 鈴木峰晴, *J. Surf. Anal.*, 3, 33 (1997).