

SQUID 応用計測システムの開発*

菊地 利雄**、大坊 真洋***、田中 慎造**

半導体の検査を主目的としたレーザー-SQUID 顕微鏡の開発を行っている。非侵襲、非接触の計測が可能であり、高温超伝導 SQUID マグネットメータとレーザーダイオードを組み合わせることにより、空間分解能の向上を図っている。レーザーダイオードに 684、783、809、851nm と複数波長を使用することにより、p - n 接合を有する単結晶シリコンの少数キャリア拡散長を精度よく算出することが可能となった。また、太陽電池で多用される多結晶シリコンの結晶粒界を検出することができることも明らかとなった。

キーワード：SQUID、レーザー、顕微鏡、キャリア拡散長

Development of Applied Measurement System Using Laser SQUID

KIKUCHI Toshio, DAIBO Masahiro and TANAKA Shinzou

We have been developing a laser SQUID microscope for mainly evaluation of semiconductors. It consists of a high temperature superconductor SQUID magnetometer and laser diodes, which provides nondestructive measurement as well as the improvement of the resolution. The minority carrier diffusion length was obtained for p-n junction structure using four laser diodes; 684nm, 783nm, 809nm and 851nm. We also demonstrated that the laser SQUID microscope detected grain boundary for poly-crystal silicon.

key words : SQUID, laser, microscope, carrier diffusion length

1 緒 言

SQUID (Superconducting Quantum Interference Device : 超伝導量子干渉素子) は、現存する磁気センサーの中で最も高い磁気感度を有するため、微弱な電磁気現象の計測には効果的なセンサーである。このため、SQUID は脳磁場や心臓磁場の検出などの先端医療への応用が積極的に研究されている。医療以外の分野では、近年、微少領域の非常に微弱な磁場分布を画像化する SQUID 顕微鏡が注目されており、超伝導材料中の磁束の観察やプリント基板の電流分布の計測などに応用されてきている。

しかし、SQUID 顕微鏡の室温の対象物に対する空間分解能は、数百マイクロンから数ミリ程度でありこの短所が、適用できる対象の範囲を著しく制限している。一般に SQUID 顕微鏡の空間分解能は、SQUID の受感部のサイズか、SQUID と計測対象物の距離のいずれか大きい方の値で決定される。したがって、SQUID 顕微鏡の空間分解能が低い原因は、センサーである SQUID の超伝導状態を保つための低温と、計測対象物が置かれている室温状態との断熱に要する物理的な距離に起因する。SQUID の超伝導状態を保つためには外界と断熱する必要があり、検査対象物が超伝導体のように低温であれば SQUID と対象物を近接して配置できる。しかし、産業応用上、一般的な対象物は室温状態にあるため、SQUID と対象物を近接

させることは難しい。したがって、従来の SQUID 顕微鏡では、半導体の検査に使えるようなマイクロレベルの分解能は望めない。そこで、我々は対象物にレーザー光を照射することで微少領域に磁場の変化を誘発させ、その磁場を SQUID で計測する原理のレーザー-SQUID 顕微鏡を提案し、開発を進めてきた¹⁻⁷⁾。ほぼ同時期に PTB^{8,9)}と NEC^{10,11)}から全く独立に類似の研究が報告され、現在でも研究が進められている。レーザーと SQUID の組み合わせによって、半導体が SQUID の産業応用のよいターゲットになったと考えられる。

レーザー-SQUID 顕微鏡では磁気信号の発生と変調領域が、最小の場合、レーザースポットサイズとキャリアの拡散長とを加算した程度の距離に限定できるため、SQUID 顕微鏡の低空間分解能を改善することができる。また、レーザー光を半導体に照射することで生じる磁場を SQUID で計測するため、非接触な計測であり、対象物の破壊や汚染が一切ないという長所がある。さらに、アクティブ型の計測なので、ノイズ除去が容易となり、簡易な磁気シールドでも計測が可能である。

本報告では、対象物として p - n 接合を有する単結晶シリコンウェハーを用い、低濃度側の不純物濃度を定量的に計測した結果を報告する。また、太陽電池で多用される多結晶シリコンの結晶粒界を検出した結果を報告する。

* ネットワーク型磁気活用研究拠点形成推進事業 (地域結集型共同研究事業)

** 電子機械部 (現在 電子機械技術部)

*** 岩手大学工学部電気電子工学科

2 実験方法

図1にレーザーSQUID顕微鏡のシステムブロック図を示す。

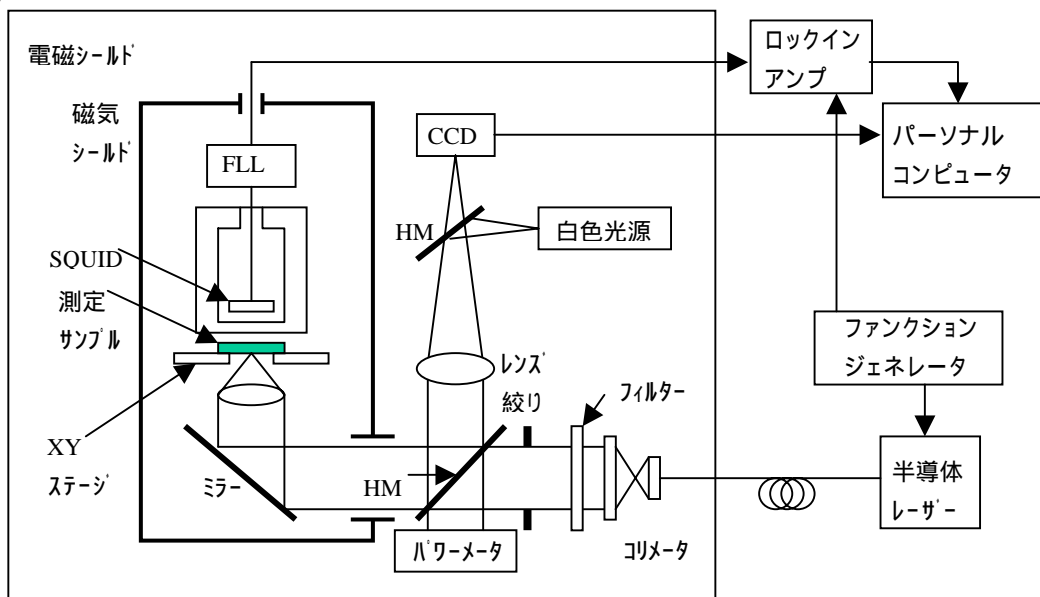


図1 システムブロック図

FLL: 磁束ロックループ回路

HM: 半透明ミラー

半導体レーザーには、波長が684nm、783nm、809nm、851nmの4種類を用いた。半導体レーザーはペルチェ素子で一定温度に制御されており、測定結果に及ぼす出力、波長変動の影響が最小になるようにしている。測定サンプルに照射されるレーザー光のパワーは各波長とも2mW程度である。半導体レーザーは、磁気シールドボックス及び電磁シールドルームの外に配置し、レーザー光をシングルモード光ファイバーで試料近傍まで導光することによって、半導体レーザーからのノイズ混入が最小になるようにしている。半導体レーザーをデューティ比50%、周波数3kHzで直接変調した状態で、レーザー光を遮光板で遮ったときのノイズレベルは、検波帯幅0.25Hzの条件170fT/Hz^(1/2)であった。レーザー光を変調することにより、ロックインアンプ(Lock-in)を用いて低ノイズで狭帯域検出し、微弱信号を検出した。レーザーの駆動電流を変化させて光束量を制御すると、ノイズレベルも若干変化するので、光束量はフィルターで光学的に調整した。光ファイバーの先端に接続したコリメータレンズでレーザー光を平行光に調整し、倍率50倍、N.A. 0.8の対物レンズで試料表面に集光した。スポットサイズは20μmが得られている。光学部は倒立顕微鏡の構成となっており、ピント調整や試料表面の光学観察は、CCDカメラで随時行うことができる。

レーザー照射位置の走査は、試料を移動させて行った。試料を移動させるステージ(京セラ製)の主構成材料はセラミクスであり、ピエゾアクチュエータで駆動して、磁気ノイズが最小になるようにしている。フルストローク(20mm)量を移動させても、FLL(磁束ロックル

ープ)のロックが外れることはない。サーボ制御により0.2μmの位置合わせ精度を実現している。SQUID

(Tristan Technology社製)は、高温超伝導体(YBCO)であり液体窒素に浸して冷却するタイプである。SQUIDとレーザースポット間の距離は、約10.2mmであり、SQUIDのサイズは8mmである。磁気感度のある方向Bzは、試料に対して垂直な方向である。

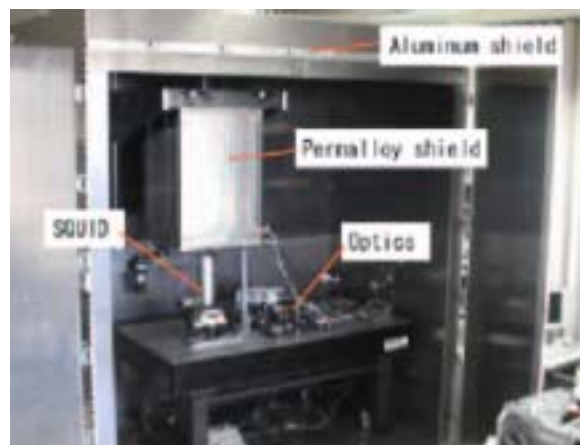


図2 実験装置外観

磁気シールド環境は、厚さ0.8mmのパーマロイ2層と厚さ5mmのアルミニウムから構成される磁気シールドボックス(シールド率-20dB@150Hz)と、厚さ20mmのアルミニウム製の電磁シールドルームの2重構成となっている。アクティブ計測の場合、ロックが外れない限り、信号検出が可能なので、生体計測のような嚴重なシールドは不要であり、このような簡易シールドでも十分である。

3 実験結果

3-1 p-n接合を有する単結晶シリコン

図3に p-n 接合を有する単結晶シリコン試料の磁場分布の波長依存性を示す。レーザー照射位置を $20\ \mu\text{m}$ 毎に移動させて1波長あたり 250 サンプル点を測定した。試料はプレーナー型のダイオード構造 (p^+/n) であり、p型アイランドが周期的に配置されたものである。この一つのアイランドを横切るように直接的にスキ

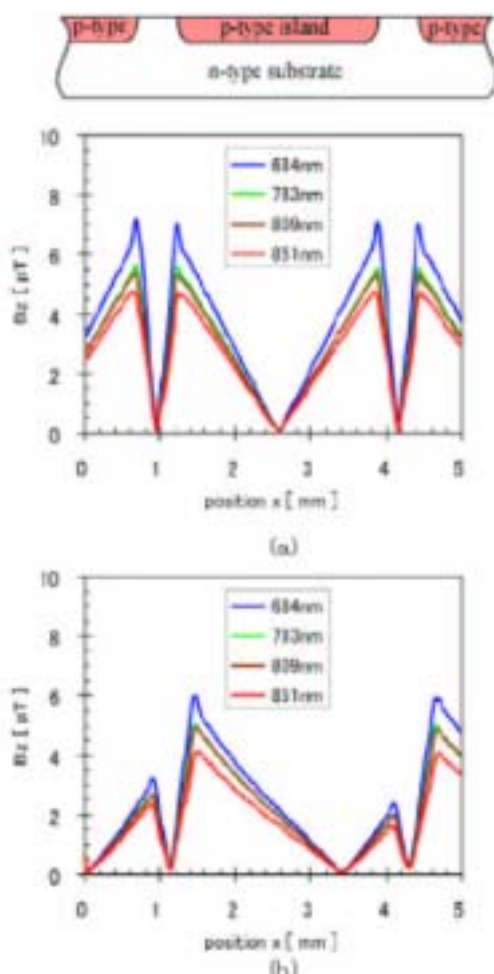


図3 p-n接合を有する単結晶シリコンの磁場分布の波長依存性

ヤンした。図3(a)は sample-1 であり n型の不純物濃度が $1 \times 10^{14}\text{cm}^{-3}$ である。図3(b)は sample-2 であり、n型の不純物濃度は $6 \times 10^{14}\text{cm}^{-3}$ である。p型アイランドの不純物濃度はいずれのサンプルも $1 \times 10^{18}\text{cm}^{-3}$ であり、接合深さは $4\ \mu\text{m}$ である。空乏層厚さ d は、SRP(Spreading Resistance Profiling method)の測定結果により、 $1\ \mu\text{m}$ と仮定した。縦軸の磁束密度 B_z は、SQUID の出力をロックインアンプで位相検波した振幅に対応している。 B_z が極大となる場所(図中で4箇所)が p-n 接合の側壁部である。図3(a)の磁場分布をみると、p型アイランドの両端で磁場が最大となり、中央部で最小となっている。この傾向は全てのサンプルに当

てはまった。特に、短波長側の 684nm の磁場分布には p-n 接合の側壁部で鋭いピークが現れた。

図3(a)では左右ほぼ対称となっている典型的な磁場分布を示したが、図3(b)のように左右が非対称となるチップも数割の割合で存在する。このようなチップは、チップ内の何らかの要因により、電流分布が非対称になっていると思われる。単純な接触式の計測ではチップ全体の平均値しか測定できないので、このようなチップ内の分布に関する情報は、従来の測定方法では得られない。本レーザー-SQUID 法ならば、同一アイランド内部の分布も計測できることがわかる。

ステージを移動させてから、ロックインアンプの値が定常的な状態になるまで、およそ2秒程度必要であり、多点計測では長時間かかる。そこで、レーザーの波長を切り替えて、磁場のレーザー波長依存性を利用することにした。この効果を利用して少数キャリアの拡散長 L_p を算出した。

図4は不純物濃度が異なる2種類のサンプルの $1/B$ と $1/\alpha$ の関係を図示したものである。各波長(4波長)の時の $1/B$ と $1/\alpha$ を求め、4点を最小自乗で直線近似して、外挿した X 切片から L_p を得ている。4つの波長について、それらの関係が直線状になり、その X 切片 ($1/\alpha$ 軸)が拡散長を示していることを確認できる。磁場の大きさが異なる4箇所のデータ(それぞれのサンプルで4本の直線に対応)は、いずれも一定の拡散長に収束している。すなわち、波長を変化させて測定すれば、p-n 接合の空間的な分布を測定しなくても、一点の測定だけで、キャリア拡散長の測定が可能であることがわかる。図5にはこのようにして算出した、全測定点での拡散長分布を示した。波長依存性を使うと、グローバルな磁場分布のシフトに影響されずに、安定に少数キャリア拡散

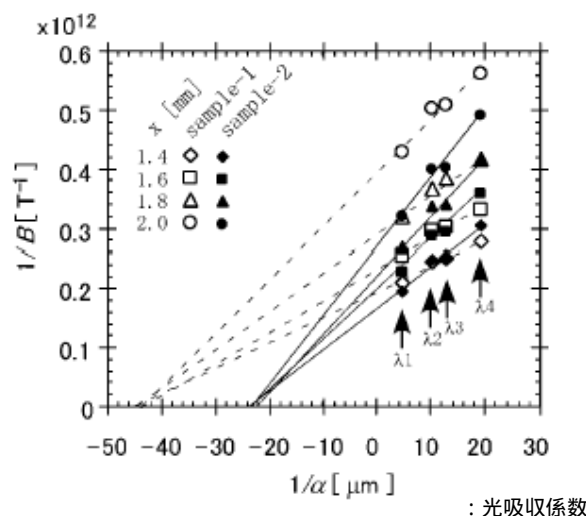


図4 $1/B$ と $1/\alpha$ の関係

長を抽出できることがわかる。p-n 接合が存在する p型アイランド上にレーザーを照射すれば、S/N が極端に

悪化する磁場が最小となる領域を除いて、一定の拡散長が得られている。これにより、高速で定量的な計測が可能になる。試料は基板の不純物濃度の異なる2種類であり、不純物濃度の低い Sample-1 ($1 \times 10^{14} \text{cm}^{-3}$) では長い拡散長 (44 μm)、不純物濃度の高い Sample-2 ($6 \times 10^{14} \text{cm}^{-3}$) では短い拡散長 (22 μm) が得られた。これらの値は、接触式の SRP 法で得られた値と良く一致した。

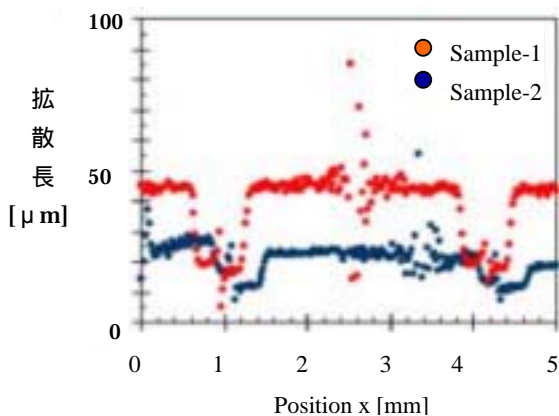


図5 少数キャリアの拡散長分布

3-2 多結晶シリコン

太陽電池で多用される多結晶シリコンの結晶粒界には内部電界が存在しており、光照射した場合には p - n 接合同様に光電流の駆動源となる。またそれと同時に、キャリアの再結合領域となる場合もあり、不均一な光電流分布となる。結晶粒界は太陽電池の性能を劣化させており、これを評価することは重要である。通常、結晶粒界は光学的にも観察可能である。しかし、全ての結晶粒界が電気的特性を劣化させるのではなく、存在していても電気的には不活性で問題のない場合もある。したがって、電気的な結晶粒界を評価するのが好ましい。図6に多結晶シリコンサンプルの磁場分布を測定した結果を示す。試料は p 型基板の表面全体に n 型を設けた構造と

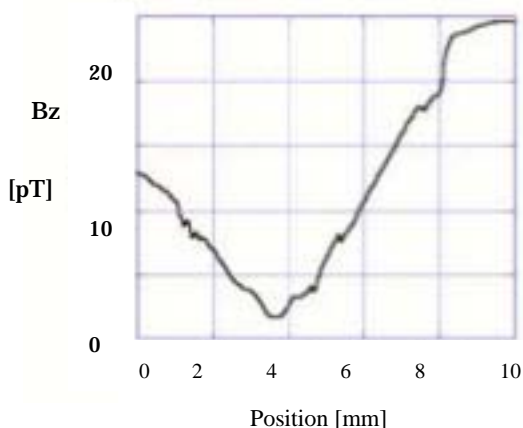


図6 多結晶シリコンの磁場分布

なっている。試料外周部で磁場が大きくなるグローバルな磁場分布の中に、局所的に不連続な部分があるが、この部分が結晶粒界と考えられる。

4 結 言

レーザーと高温超伝導 SQUID を組み合わせたレーザー-SQUID 顕微鏡を開発し、半導体の非接触評価を行った。多波長のレーザー光を用いることによって、p - n 接合を有する単結晶シリコンウエハーの少数キャリアの拡散長を定量的に評価する方法を示した。さらに、多結晶シリコンの太陽電池セルの結晶粒界を検出できることを示した。本方法では、電気的な接触も試料表面の前処理も必要としないので、ウエハーに汚染やダメージを与えることはない。そのため、半導体 (LSI、低温ポリシリコン TFT、ワイドバンドギャップ材料等) を製造プロセスの中で検査する用途に好都合である。検査汚染がないので、検査後に製造ラインに復帰でき、抜取検査用のダミーウエハーが不要で、検査によるスクラップウエハーが排出されない。本システムは半導体産業の効率化にとっても、また、SQUID の産業応用を加速する上でも有益と思われる。

文 献

- 1) 大坊真洋, 小高正, 志子田有光, 2000 年秋季第 6 1 応用物理学学会学術講演会講演予稿集, 3p-ZM-14, 210 (2000)
- 2) 大坊真洋, 小高正, 志子田有光, 計測自動制御学会第 17 回センシングフォーラム資料, 227(2000)
- 3) 大坊真洋, 小高正, 志子田有光, 電気学会センサ・マイクロマシン準部門平成 12 年度総合研究会, PHS-00-28 28, 65 (2000)
- 4) 大坊真洋, 泉田福典, 小高正, 志子田有光, 岩手県工業技術センター研究報告, 8, 13 (2001)
- 5) 大坊真洋, 泉田福典, 志子田有光, 岩手県工業技術センター研究報告, 9, 25 (2002)
- 6) M. Daibo, T. Kotaka and A. Shikoda, Physica C, 357-360 360, pp.1483-1487, 2001.
- 7) M. Daibo, A. Shikoda and M. Yoshizawa, Physica C (in press)
- 8) J. Beyer, H. Mats, D. Drung and Th. Schurig, Applied Physics Letters 74-19 19, 2863 (1999)
- 9) T. Schurig, J. Beyer, D. Drung, F. Ludwig, A. Ludge and H. Riemann, IEICE Trans. Electron. E85-C C, 665 (2002)
- 10) K. Nikawa and S. Inoue, Technical Report of IEICE, Osaka, ICD2000-174 174, 1 (2000)
- 11) K. Nikawa, IEICE Trans. Electron. E85-C C, 746 (2002)