

## 6H-SiC(0001)表面再構成 過程のSTM・LEED研究<sup>†</sup>

小野拓磨・内藤正路・西垣 敏

遠山尚武・生地文也\*

九州工業大学工学部電気工学科

☎ 804 8550 福岡県北九州市戸畑区仙水町 1 1

\*九州共立大学工学部電気工学科

☎ 807 8585 福岡県北九州市八幡西区自由ヶ丘 1 8

(2004年3月12日受付; 2004年6月8日掲載決定)

### STM and LEED Analysis of 6H-SiC(0001) Surface Reconstructions

Takuma ONO, Masamichi NAITOH,

Satoshi NISHIGAKI, Naotake TOYAMA

and Fumiya SHOJI\*

Department of Electrical Engineering, Kyushu Institute of  
Technology, 1-1 Sensui, Tobata, Kitakyushu,  
Fukuoka 804 8550

\*Faculty of Engineering, Kyushu Kyoritsu University,  
1-8 Jiyugaoka, Yahatanishi, Kitakyushu, Fukuoka 807 8585

(Received March 12, 2004; Accepted June 8, 2004)

We applied scanning tunneling microscopy (STM) and low-energy electron diffraction (LEED) to analyze the initial process of graphitization at 6H-SiC(0001) surfaces. There appeared a (4 × 4) periodicity in the LEED pattern of the 6H-SiC(0001) surface annealed at 1050 °C. In the STM image, many protrusions with (4 × 4) periodicity were observed on the graphite formed on the 6H-SiC(0001) surface.

### 1. 結 論

シリコンカーバイド (SiC) はバンドギャップが大きいだけでなく融点が高く、絶縁破壊電界も従来の Si や GaAs よりも大きいいため、高耐圧、高周波、高温動作の

パワーデバイス用材料として期待されている。この SiC には結晶多形が存在し、結晶構造により異なるバンドギャップ値を示すという特色を持つ。それらの中で、SiC 表面へのデバイス作製やヘテロエピタキシャル成長を目指して、6H-SiC 表面についての研究が盛んに行われている。それらの多くは表面が Si 原子で終端された SiC (0001) Si 面についての研究であり、表面が C 原子で終端された SiC (0001) C 面においては研究があまりなされていない。

Kusunoki らは、真空中 ( $1 \times 10^{-4}$  Torr) で SiC (0001) C 面を 1700 °C でアニールすることにより、SiC (0001) C 表面から高配向・高密度のカーボンナノチューブ (CNT) が自己組織的に成長することを発見した<sup>1)</sup>。これは SiC (0001) C 面でのみ起こる表面分解の現象であり、SiC (0001) Si 面では CNT は生成されず、グラファイト層が形成されることが実験的にわかっている。しかしながら、SiC (0001) C 面上での CNT 初期成長メカニズムはまだ明らかになっていない。

本研究では、6H-SiC (0001) C 面に注目し、アニーリングにともなう表面の再構成過程について、走査トンネル顕微鏡 (STM) と低速電子線回折法 (LEED) を用いて研究を行った。

### 2. 実 験

本研究は超高真空 STM 装置 (日本電子・JSTM-4500 XT) を用いて行われた。この STM 装置には背面観察型 LEED 装置が組み込まれており、試料表面の STM・LEED 「その場」観察を行うことができる。STM 探針はタンゲステン線 (直径 0.3 mm, 99.95%) を水酸化ナトリウム水溶液中で電解研磨して製作され、超高真空チャンバーへ導入後、十分な焼き出しを行ってから STM 観察に用いた。

本実験では、6H-SiC (0001) ウェハ (CREE 社製、N ドープ) から  $1 \times 7 \times 0.33$  mm<sup>3</sup> の大きさに切断したものを試料として用いた。その試料を STM 装置内に導入する前にアセトン、純水で各 10 分間超音波洗浄を行い、5% のフッ酸で 10 分間洗浄後、純水で 10 分間超音波洗浄を行った。その後、STM 装置内へ導入し、通電加熱法により約 500 °C で 12 時間脱ガス処理を行った。試料温度はパイロメーター (レック・KTL-ZERO) を用いて測定した。

### 3. 結 果 ・ 考 察

6H-SiC (0001) C 面を 950 °C でアニールすると、(3 × 3) 構造が観察された<sup>2, 3)</sup>。さらにこの表面を 1050 °C でア

<sup>†</sup> 第 23 回表面科学講演大会 (2003 年 11 月 26 日 ~ 11 月 28 日) にて発表

E-mail: naitoh@elcs.kyutech.ac.jp

ニールすると、Fig. 1 に示すような  $(4 \times 4)$  構造の形成を示す LEED パターンが現われた。SiC  $(000\bar{1})$   $(1 \times 1)$  スポットの一部を Fig. 1 中に白矢印で示した。このときの STM 観察の結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2 中では周期性と大きさの異なる protrusion が現われている。Fig. 2 中に “A” で示した領域中での小さな protrusion 間の間隔を測定したところ、0.24 nm であった。この値はグラファイトの格子間距離 (0.246 nm) とほぼ等しいことが

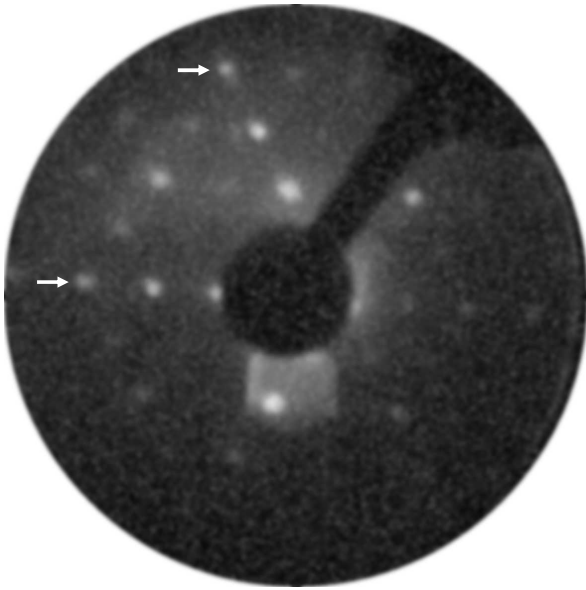


Fig. 1. A LEED pattern taken after annealing a 6H-SiC  $(000\bar{1})$  surface at 1050 °C. The electron energy is 41.4 eV.

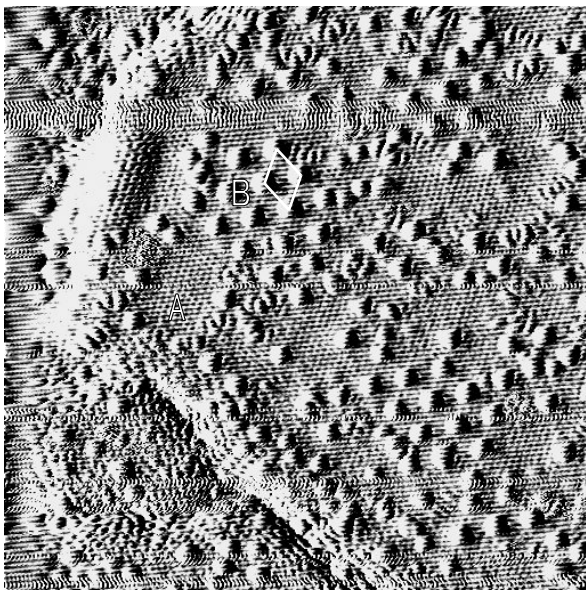


Fig. 2. An STM current image taken after annealing a 6H-SiC  $(000\bar{1})$  surface at 1050 °C. The image was taken at sample bias  $V_s = -0.5$  V, at tunneling current  $I = 0.3$  nA and image area  $S = 20 \times 20$  nm<sup>2</sup>.

ら、この領域はグラファイト層であると思われる。また、“B”で示された領域中での大きな protrusion 間の間隔は、SiC の格子定数 (0.308 nm) の 4 倍の周期で現れていることから SiC  $(000\bar{1})$   $(4 \times 4)$  構造であると考えられる。

SiC  $(000\bar{1})$  C 面を 1200 °C 以上でアニールを行うと、SiC  $(000\bar{1})$  基板に数層のグラファイトが形成され、その結晶方位としては SiC 基板と同じ方位のもの、および基板と 30 ° 回転した結晶方位を持つものが優先的に形成することが報告されている<sup>2-4)</sup>。このとき、SiC  $(000\bar{1})$  C 面上に成長したグラファイト 2 層の組み合わせにより Moiré パターンと呼ばれる干渉縞ができることがわかっている。本研究で得られた Fig. 2 に示す STM 像では、 $(4 \times 4)$  構造を構成する protrusion が同一 domain 内のグラファイト層全体に形成されておらず、大きな protrusion が無い領域 (例えば “A” で示された領域) が存在する。Moiré パターンであれば同一 domain 内のグラファイト上において全面に観察されることから、この  $(4 \times 4)$  構造は Moiré パターンによるものではないと思われる。これらの結果から、SiC  $(000\bar{1})$  C 面上に成長したグラファイト上に  $(4 \times 4)$  構造が SiC 基板の影響を受けながら形成していると考えられる。1200 °C 以上のアニールにおいてはグラファイトが数層成長することから、この  $(4 \times 4)$  構造はグラファイトの成長初期過程において形成された構造であると考えられる。SiC  $(000\bar{1})$  C 面をアニールすることにより、 $(000\bar{1})$  表面から垂直に CNT が成長することが発見されているが<sup>1)</sup>、 $(4 \times 4)$  構造が CNT 初期生成過程にどのようにつながっていくかを明らかにするためには、他の手法を用いた更なる研究が必要である。

#### 4. 結 論

本研究では 6H-SiC  $(000\bar{1})$  表面のグラファイト成長初期過程について STM と LEED を用いて研究を行った。6H-SiC  $(000\bar{1})$  表面を 1050 °C でアニールすると、 $(4 \times 4)$  構造が現われた。STM 観察においては、6H-SiC  $(000\bar{1})$  表面上に形成されたグラファイト上に  $(4 \times 4)$  周期を持つ protrusion が多数観察された。

#### 文 献

- 1) M. Kusunoki, T. Suzuki, T. Hirayama, N. Shibata and K. Kaneko: Appl. Phys. Lett. **77**, 531 (2000).
- 2) M. Naitoh, M. Kitada, S. Nishigaki, N. Toyama and F. Shoji: Surf. Rev. Lett. **10**, 473 (2003).
- 3) 北田昌俊, 内藤正路, 西垣 敏, 遠山尚武, 生地文也: 真空 **46**, 505 (2003).
- 4) I. Forbeaux, J.-M. Themlin and J.-M. Debever: Surf. Sci. **442**, 9 (1999).