

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：2009082S

BL番号：15

(様式第5号)

X線トポグラフィーによるワイドギャップ半導体の結晶欠陥評価
Characterization of crystallographic defects in widegap semiconductor materials
by X-ray topography

児島一聡¹⁾、先崎純寿¹⁾、西野潤一¹⁾、山王堂尚輝²⁾

Kazutoshi Kojima¹⁾, Junji Senzaki¹⁾, Junichi Nishino¹⁾, Naoki Sannoudo

¹⁾産業技術総合研究所 先進パワーエレクトロニクス研究センター

Advanced Power Electronics Research Center,

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

²⁾ 東北大学 工学研究科 応用化学専攻

Department of Applied Chemistry, School of Engineering, Tohoku 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）

VLS-CVD法で作成した4H-SiCエピタキシャル薄膜に対して反射X線トポグラフ測定を行い基板の反射X線トポグラフ像と比較したところ本成長方法においては貫通螺旋転位は基底面転位に変換しにくい、貫通刃状転位は基底面転位に変換しやすいことが分かった。また、Si-Pt溶媒によるエッチバック効果により研磨傷の消失が確認された。

(English)

Propagation of dislocations from 4H-SiC substrates into epitaxial layers that were grown by VLS-CVD was characterized by being compared with X-ray topographic images between substrates and epitaxial layers. As the result, threading screw dislocations (TSDs) were difficult to convert to basal plane dislocations (BPDs). On the other hand, threading edge dislocations were easily converted to BPDs. It was also confirmed that scratches at 4H-SiC substrate surface was disappeared by etch back effect with Si-Pt solution.

2. 背景と目的

電力エネルギー変換を高効率に行うためにワイドギャップ半導体材料の一つとして、4H型シリコンカーバイド（4H-SiC）を用いたパワーデバイスの実用化が進んでいる。4H-SiC結晶成長技術の向上により結晶欠陥は低減されつつあるものの、依然として一定程度の結晶欠陥が存在しており、デバイスの特性不良や信頼性低下の要因となることが懸念されており普及拡大への枷となっている。一

方、Si に比べてウエハが高コストであることも普及拡大に対する大きな課題となっている。そのため、結晶欠陥の観察をバルク結晶成長、エピタキシャル成長、デバイス開発等の研究者と連携しながら進め、欠陥の性状、発生原因、デバイス性能への影響等の諸問題を解決していく必要と共に SiC のウエハコスト低減に向けた新たな取り組みも求められている。

本研究では 4H-SiC の欠陥評価によって、SiC のパワーエレクトロニクス実用化に必要な課題解決を進めることを目的に 1) V ドープ半絶縁 4H-SiC エピタキシャル膜中での V ドープに起因する新たな TSD/TED 等の転位発生の有無及び特有の結晶欠陥の発生の有無の評価、2) SiC のウエハコスト低減に向けた新たな取り組みとして期待される液相層を介在させて薄膜成長を行う Vapor-liquid-solid (VLS) を CVD 法に適用 (VLS-CVD) して作製した 4H-SiC エピタキシャル膜中の転位の基板からの伝搬の様子の評価、3) GaN に対する実用化/標準化に向けた課題解決に必要な欠陥評価並びにデータ蓄積を行った。

本報告では 2) SiC のウエハコスト低減に向けた新たな取り組みとして期待される液相層を介在させて薄膜成長を行う Vapor-liquid-solid (VLS) を CVD 法に適用 (VLS-CVD) して作製した 4H-SiC エピタキシャル膜中の転位の基板からの伝搬の様子の評価について報告する。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

液相層を介して薄膜成長を行う VLS 法は成長温度の低温化、高速成長が期待される。4H-SiC の VLS 法では液相組成として Si-Pt が有効であることがわかっており [1]、この Si-Pt を塗布した 4H-SiC 基板を熱 CVD 装置内セット、SiH₄ 及び C₃H₈、H₂ の各ガスを供給して VLS 法と CVD 法を組み合わせ

VLS-CVD 法によるエピタキシャル成長を実施した。図 1 に示す様に VLS-CVD 法では気相中の原料ガスが液相中を拡散、基板と液相の界面に供給されることでエピタキシャル成長が起きる。

本研究ではあらかじめ反射 X 線トポグラフを行い結晶転位の位置を確認した 4H-SiC 基板に対して上記のようにしてエピタキシャル膜を作製、そのエピタキシャル膜に対して BL-15 のビームラインに置いてベルグバレット配置による X 線トポグラフを実施した。入射 X 線の波長は 1.5 Å、回折面は (-1-128)、X 線の入射角度は結晶表面に対して約 5° である。

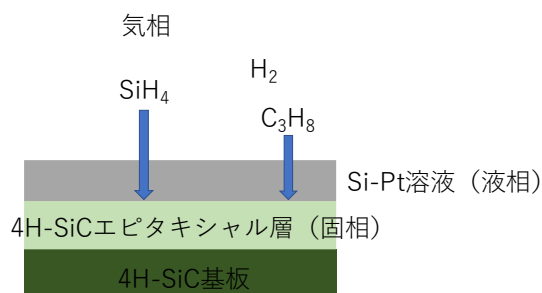


図 1 VLS-CVD のイメージ

4. 実験結果と考察

図 2 基板と VLS-CVD 法で作製した 4H-SiC エピタキシャル膜それぞれの同一箇所における反射 X 線トポグラフ像を示す。基板において線状の白線として確認できる研磨傷は VLS-CVD 成長後に完全に消失している。これは Si-Pt によるエッチバックが原因と考えられる。一方基板の X 線トポグラフ像に観察される白点はその大きさから貫通螺旋転位と考えられるがこの貫通螺旋転位は VLS-CVD 成長後の X 線トポグラフ像からそのまま基板からエピタキシャル層へ貫通していることが分かる。一方、図 3 に示す図 2 とは異なる基板と VLS-CVD 法で作製した 4H-SiC エピタキシャル膜それぞれの同一箇所における反射 X 線トポグラフ像では、基板の研磨傷は図 2 の試料と同様に Si-Pt によるエッチバックで消失しているが、

VLS-CVD により作製したエピタキシャル膜のトポグラフ像では赤丸で示す様に多くの基底面転位に対応する線状のイメージが観察されている。同じ位置の基板における反射 X 線トポグラフ像には貫通螺旋転位や貫通刃状転位、あるいは研磨傷が確認できる。このことから基板中の貫通螺旋転位並びに刃状転位が基底面転位に変換していると考えられる。しかしながら本基板中の貫通転位のすべてが基底面転位に変換しているわけではな

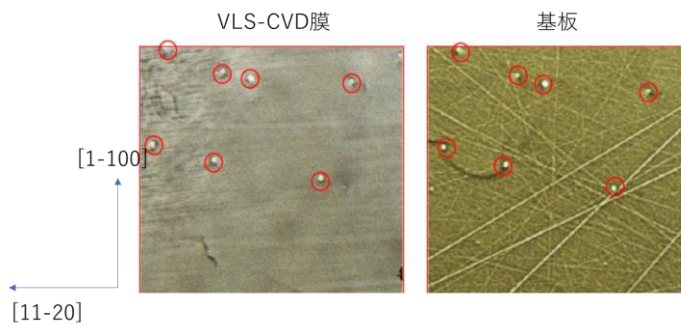


図 2 基板と VLS-CVD 法で作製した 4H-SiC エピタキシャル膜それぞれの同一箇所における反射 X 線トポグラフ像

く青丸で示す様に貫通転位のまま基板から VLS-CVD 膜へ伝搬している貫通転位も存在することが分かった。また、紫の丸で示す基板中の基底面転位はそのまま基底面転位として伝搬するのではなく貫通刃状転位に変換していることが分かった。このような基板中の貫通転位がエピ成長時に基底面に寝る現象は 4H-SiC の溶液成長で報告されている現象に近いと考えられる。これまでの研究から実際 VLS-CVD の領域では通常の CVD 成長の領域には観察されていない巨大なステップバンチングが観察されており、このステップ面に垂直な方向へ鏡像効果により転位が曲がったと考えることが出来る。しかしながらその多くは貫通刃状転位に対して有効であり貫通螺旋転位に対しては転位を曲げるに十分な鏡像効果を与えるステップ高さが出ていなかったと考えられる。

以上のことから液相層を介在させて薄膜成長を行う Vapor-liquid-solid (VLS) を CVD 法に適応 (VLS-CVD) して作製した 4H-SiC エピタキシャル膜中の転位の X 線トポグラフィ撮影を行い、基板の X 線トポグラフィと比較、基板からエピタキシャル層への転位伝搬挙動をしらべたところ、貫通刃状転位は VLS-CVD により基底面転位に変換しやすいが貫通螺旋転位は変換しにくいことがわかった。

5. 今後の課題

今後は各貫通転位と VLS-CVD の成長表面、特にステップ高さとの相関を調べ、本成長法による転位伝搬挙動をより詳細に調べていく。

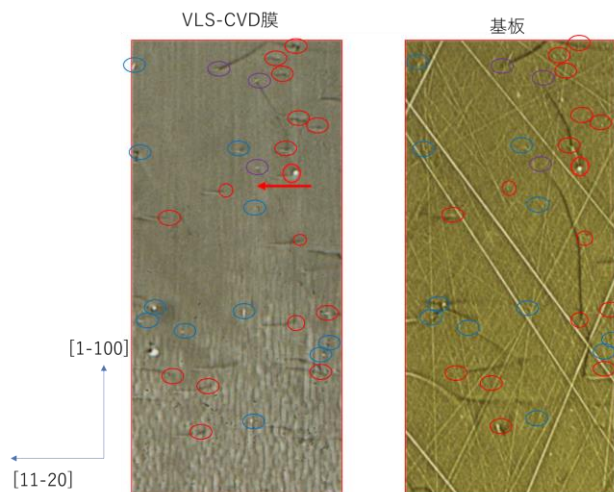


図 3 図 2 とは異なる基板と VLS-CVD 法で作製した 4H-SiC エピタキシャル膜それぞれの同一箇所における反射 X 線トポグラフィ像

6. 参考文献

[1]A.Osumi, K.Nakano, N.Sannodo, S.Maruyama, Y.Matsumoto, T.Mitani, T.Kato, Y.Yonezawa, H.Okumura, Materials Today Chemistry,16,100266, 2020

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)

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)

4H-SiC, VLS, CVD, X 線トポグラフィ、貫通螺旋転位、貫通刃状転位

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。提出期限は利用年度終了後 2 年以内です。例えば 2018 年度実施課題であれば、2020 年度末(2021 年 3 月 31 日)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：2021 年 3 月)

② 研究成果公報の原稿提出

(提出時期： 年 月)