

(様式第5号)

X線トポグラフィーによる4H-SiC単結晶中の結晶欠陥の評価(I) Characterization of crystallographic defects in 4H-SiC single crystals by X-ray topography(I)

山下 任、着本 享、林 将平、小松直佳、周防裕政、山口博隆、児島一聡、
先崎純寿、三谷武志

T. Yamashita, S. Tsukimoto, S. Hayashi, N. Komatsu, H. Suo, H. Yamaguchi,
K. Kojima, J. Senzaki, T. Mitani

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

- ※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)

SiTi 溶媒を用いた 3.4 インチ径 C 面 4 度オフ 4H-SiC 溶液成長により、厚み $80\mu\text{m}$ 以上の TSD 変換層を形成した。この表面を放射光トポグラフィー($g=11-2-8$)で観察した結果、TSD 変換率が 80%以上あることが分かった。この TSD 変換層の as-grown 面上に昇華再結晶法でバルク成長を実施した。種結晶の TSD 密度に対するバルク結晶の TSD 密度は 89%となり、高い減少率が維持された。

(English)

Threading screw dislocations (TSDs) conversion layer with thickness of more than $80\mu\text{m}$ was grown on 3.4" size 4° off C-face 4H-SiC seed crystal by the solution growth with Si-Ti solvent. More than 80% of TSDs were confirmed to be converted by X-ray topography. Bulk crystal growth on as-grown TSD conversion layer was performed by physical vapor transport (PVT) method. TSDs in the original seed were successfully reduced to 89%.

2. 背景と目的

4H-SiC 単結晶中の結晶欠陥を X 線トポグラフィーによって評価し、パワーエレクトロニクス素子の実現をめざしている。そのために、バルク結晶成長、エピタキシャル成長、素子開発などの研究者と連携しつつ、欠陥の形態、発生原因、素子性能への影響の諸問題を検討している。第 I 期では、これら諸問題の検討のための評価の他、欠陥評価の国際標準規格策定のためのデータ収集と整理を進めた。本報告では、溶液法と昇華再結晶法を併用したバルク成長により得られた SiC 結晶中の、欠陥評価結果を報告する。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

3-1. 溶液法によるTSD変換層の形成

TSD変換層をTop seeded solution growth法によって形成した。溶液法実験の模式図を図1に示す。図1に示すように、グラファイトロッドに種結晶 (SiC) を保持する。本実験において種結晶は、3.4インチ径の4°オフC面4H-SiCとした。断熱材で囲まれたグラファイト製の坩堝は、溶媒の容器とC供給源として使用した。溶媒組成は、 $\text{Si}_{0.95}\text{Ti}_{0.05}$ とした。高周波コイルを用いた誘導加熱方式で温度コントロールを行っており、成長温度は2000 °Cとした。0.9 MPaのHe雰囲気下で成長実験を実施した。成長速度は約20 $\mu\text{m}/\text{h}$ であり、成長厚みが80 μm 以上になる様に成長時間を調整した。

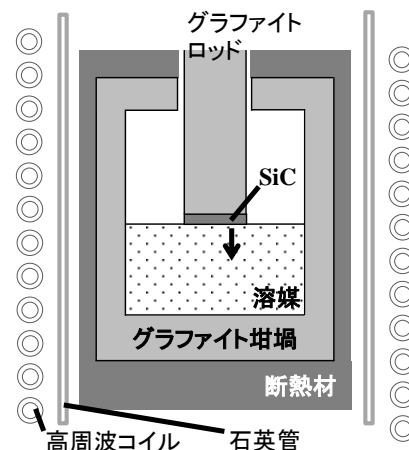


図 1. 溶液成長炉の模式図

3-2. 昇華再結晶法によるバルク成長

本研究ではTSD密度の低いバルク結晶を得ることを目的に、溶液法のTSD変換層上に昇華再結晶法による追加成長を行った。その成長実験は一般的な成長条件 (成長温度2050 °C, Ar+N₂雰囲気) とした。1.6インチ径にTSD変換層を加工した後、TSD変換層のas-grown面と、CMP面の2枚を用意し追加成長を実施した。

4. 実験結果と考察

溶液法による TSD 変換層の TSD 変換率を評価するために、平坦化した表面を放射光トポグラフィー ($g = 11\bar{2}\bar{8}$) で観察した。代表的な像を図 2 に示す。図 2 に示すように殆どの TSD がステップフロー方向に沿って Frank 欠陥に変換していることが分かった。TSD 変換率は、未変換 TSD と変換 TSD の和に対する変換 TSD として求めた。ウエハ全面のトポグラフ像を観察した結果、ステップ最上流部を除く 3 インチ径よりも広い範囲で、平均的に 80% 以上の TSD を Frank 欠陥に変換していた。

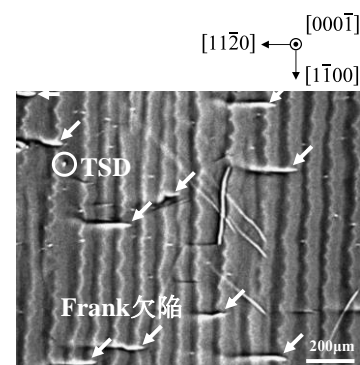


図 2. TSD 変換層の放射光トポグラフ像

溶液法で作製した TSD 変換層の as-grown 面と、CMP 面の 2 枚の上に、昇華再結晶法で成長したバルク単結晶の TSD 密度の推移を表 1 に示し、代表的なトポグラフィー像を図 4 に示す。2 種類の成長結晶の TSD 密度を比較すると、TSD 変換層では TSD 変換率が両者ともに 80%以上であるが、バルク結晶では TSD の減少率が大きく異なっている。As-grown 面上のバルク結晶で 89%という高い TSD 減少率が維持されたことから、バルク結晶内で殆どの Frank 欠陥が基底面上を伝播し続けたと考えられる。一方で、CMP 面上のバルク結晶の TSD 密度は種結晶と同等であることから、バルク結晶内で Frank 欠陥が TSD に再度変換したと考えられる。これらの実験結果から、TSD 変換層はバルク結晶の TSD 密度を大幅に減少でき、変換した Frank 欠陥の伝播をバルク結晶内で継続するには、マクロステップ構造が重要と考えられる。

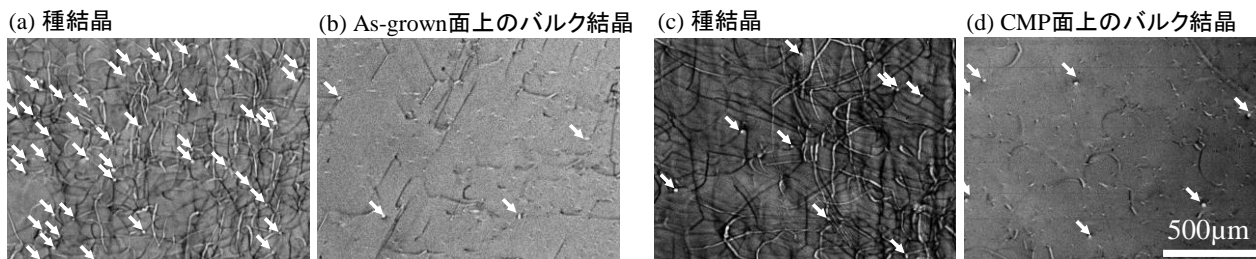


図 4. {0001}面の放射光トポグラフ像。(a) As-grown 面上の成長実験における種結晶、(b)As-grown 面上の成長実験におけるバルク結晶、(c)CMP 面上の成長実験における種結晶、(d)CMP 面上の成長実験におけるバルク結晶。

表 1. 各種成長結晶の TSD 密度の推移、TSD 減少率。種結晶の TSD 密度に対するバルク結晶の TSD 密度を TSD 減少率とする。

	種結晶	TSD変換層	バルク結晶	TSD減少率
As-grown面	1920 cm ²	120 cm ²	210 cm ²	89%
CMP面	820 cm ²	150 cm ²	730 cm ²	11%

5. 今後の課題

TSD 変換層のマクロステップ形状を残すことが TSD 減少率の維持に重要であるので、今後ステップ形状と TSD 再変換の関係が分かるような成長実験を計画している。

6. 参考文献

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)

溶液法、転位変換、4H-SiC

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(2018年度実施課題は2020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： 2019年1月)