



放射光トポグラフィによる SiC 溶液成長過程における 欠陥変換挙動の観察

原田 俊太、古池 大輝、肖 世玉、武藤 拓也、村山 健太、青柳 健大、宇治原 徹
名古屋大学

1. 背景と研究目的

放射光トポグラフィは、結晶内の欠陥やひずみの分布を非破壊で広範囲にわたり測定することができる強力な手法であり、半導体をはじめとする結晶材料の欠陥評価法として広く用いられている。本研究では、次世代パワーデバイス用材料として注目されている SiC 結晶の溶液成長過程における転位の伝播挙動を評価した。

SiC は高い絶縁破壊電界強度、熱伝導率、飽和ドリフト速度を有するワイドギャップ半導体であり、次世代パワーデバイス用材料として期待されている 1)。SiC パワーデバイス用の基板として、昇華法により成長した SiC 単結晶基板が市販されている。結晶成長手法の改善により、耐圧の劣化を引き起こすマイクロパイプ (Micropipe: MP) 欠陥は低減され、現在では MP 密度が 0.1 cm^{-2} 以下の結晶も販売されている 2)。しかし、市販の SiC 結晶中には数多くの転位が含まれている。基板中の転位は、エピタキシャル膜に伝播し、デバイスの特性や信頼性に悪影響を与えることが知られており 2-5)、高品質の SiC 結晶が求められている。SiC 溶液法は、液相を介した比較的低温のプロセスであるため、高品質結晶成長を実現できる手法として近年注目を集めている。実際にこれまでの研究で、溶液成長過程において、マイクロパイプと呼ばれる中空型の欠陥が閉塞することや 6)、成長に伴い基底面転位密度が減少することが報告されている 7)。また、最近の我々の研究で、溶液成長過程において貫通転位が基底面転位に変換する事が明らかとなっている 8-10)。これまでに、この現象を応用して貫通転位を基底面転位に変換し、厚膜成長により外部へ排出することによって、大幅な転位密度の低減が可能であることを実証している 11-13)。貫通転位変換現象は、成長表面に形成するマクロステップとの相互作用により生じる。このため、マクロステップが効率的に形成するオフ角 Si 面種結晶上での成長により、高品質結晶成長を行っている。一方、溶液成長における SiC バルク成長は、成長表面の安定性の観点から、オン軸系 C 面種結晶上で行われている。貫通転位変換現象をバルク成長に応用するためには、オン軸系 C 面成長において、マクロステップを形成する必要がある。本研究では、非対称の温度分布下において結晶成長を行うことにより、オン軸系 C 面種結晶上に凸面形状の成長を行い、マクロステップを形成し、得られた結晶を放射光トポグラフィにより評価した。

2. 実験内容

坩堝周囲に断熱材を非対称に配置し、坩堝の右側面が左側面に対して高温となる温度分布を実現した。温度分布測定の結果をもとにマルチフィジックスシミュレーションにより溶液の流れを計算した結果、溶液は結晶と坩堝底の間で大きな円を描くように溶液が対流し、結晶表面で一方向の流れが形成していることが明らかとなった。このような溶液流れの下で成長温度を $1700 \text{ }^{\circ}\text{C}$ とし、1 rpm で回転させ、4H-SiC (10 mm×10 mm) オン軸系 C 面で成長を行った。得られた結晶の表面形状を、コンフォーカル顕微鏡により観察した結果、凸面形状で成長しており、マクロステップが形成している部分が観察された 14)。

放射光 X 線トポグラフィ実験は、あいちシンクロトロン光センター BL8S1 において行った。BL8S1 は、X 線反射率や X 線 CTR 散乱測定を行うようにデザインされたビームラインであるが、モノクロメーターの調整により X 線ビームを広げ、既設のゴニオメーター (リガク社製 Smart Lab.改造機) を用いて、放射光トポグラフィ実験を行った。入射 X 線のエネルギーを 8.94 keV とし、4H-SiC(11-28)

の回折を用いて、原子核乾板 (Ilford L4) にトポグラフィ像を得た。

3. 結果および考察

凸面形状の成長を行った結晶において、中心から約 2 mm の位置に、マクロステップが形成していた。コンフォーカル顕微鏡による形状測定の結果、ステップの高さは、100 nm から 1 μm であった。図 1 に放射光トポグラフィ像を示す。マクロステップの形成が確認された部分において、貫通転位の変換により生じる基底面欠陥が観察された。一方、その他の部分では、基底面欠陥のコントラストは観察されておらず、マクロステップと貫通転位変換現象の相関が改めて確認された。また、マクロステップによる貫通転位変換により形成する基底面欠陥は、結晶外周に向かって伝播していることから、厚膜成長により、外部に排出することで、高品質化が可能であることが予想される。今後は、凸面形状での成長によるマクロステップ形成により、貫通転位変換による高品質結晶成長メカニズムとバルク成長技術の融合を目指す。

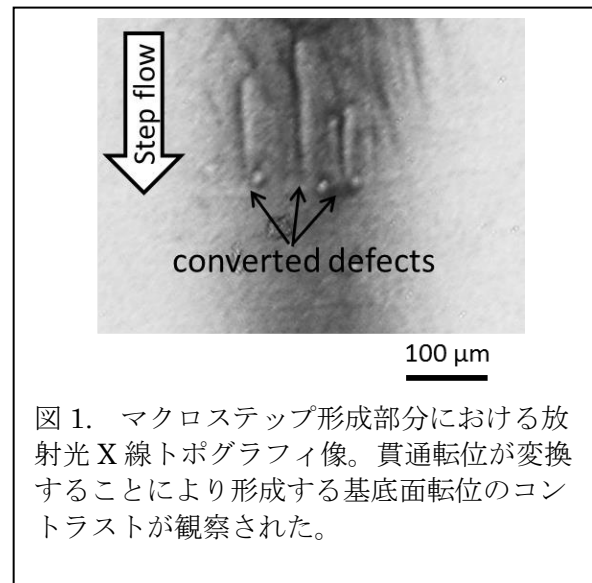


図 1. マクロステップ形成部分における放射光 X 線トポグラフィ像。貫通転位が変換することにより形成する基底面欠陥のコントラストが観察された。

4. 参考文献

- 1) H. Matsunami: *Mater. Sci. Eng.* R20 (1997) 125.
- 2) St. G. Müller, E. K. Sanchez, D. M. Hansen, R. D. Drachev, G. Chung, B. Thomas, J. Zhang, M. J. Loboda, M. Dudley, H. Wang, F. Wu, S. Byrappa, B. Raghobhamachar and G. Choi: *J. Cryst. Growth*, 352 (2012) 39.
- 3) H. Tsuchida, M. Ito, I. Kamata and M. Nagano: *Phys. Stat. Solidi B*, 246 (2009) 1553.
- 4) P. G. Neudeck: *Mater. Sci. Forum*, 338-342 (2000) 1161.
- 5) K. Yamamoto, M. Nagaya, H. Watanabe, E. Okuno, T. Yamamoto and S. Onda: *Mater. Sci. Forum*, 717-720 (2012) 477.
- 6) R. Yakimova and E. Janzen: *Diamond Relat. Mater.*, 9 (2000) 432.
- 7) K. Kusunoki, K. Kamei, Y. Ueda, S. Naga, Y. Ito, M. Hasebe, T. Ujihara, and K. Nakajima: *Mater. Sci. Forum*, 483-485 (2000) 13.
- 8) Y. Yamamoto, S. Harada, K. Seki, A. Horio, T. Mitsuhashi, and T. Ujihara: *Appl. Phys. Express*, 5 (2012) 115501.
- 9) S. Harada, Y. Yamamoto, K. Seki, A. Horio, T. Mitsuhashi, M. Tagawa, and T. Ujihara: *APL Mater.*, 1 (2013) 022109.
- 10) S. Harada, Y. Yamamoto, K. Seki, A. Horio, M. Tagawa, and T. Ujihara: *Acta Mater.*, 81 (2014) 284.
- 11) S. Harada, Y. Yamamoto, S. Xiao, M. Tagawa, and T. Ujihara: *Mater. Sci. Forum*, 778 (2014) 67.
- 12) Y. Yamamoto, S. Harada, K. Seki, A. Horio, T. Mitsuhashi, D. Koike, M. Tagawa, and T. Ujihara: *Appl. Phys. Express*, 7 (2014) 065501.
- 13) 原田 俊太、山本 祐治、関 和明、宇治原 徹、日本結晶成長学会誌 82 (2013) 326.
- 14) D. Koike, T. Umezaki, K. Murayama, K. Aoyagi, S. Harada, M. Tagawa, T. Sakai, and T. Ujihara: *Mater. Sci. Forum*, in press (2015).