

機関番号：14603

研究種目：基盤研究 (C) 一般

研究期間：2008～2010

課題番号：20560301

研究課題名 (和文) 無転位シリコンカーバイド結晶成長の研究

研究課題名 (英文) Research of dislocation-free silicon-carbide growth

研究代表者

畑山 智亮 (Hatayama Tomoaki)

奈良先端科学技術大学院大学・物質創成科学研究科・助教

研究者番号：90304162

研究成果の概要 (和文)：省エネ半導体材料として注目されている炭化ケイ素の結晶欠陥(転位)低減の研究を行った。炭化ケイ素の表面を改質して、成長前後の欠陥の変化を観察した。その結果、表面改質をおこなうと基底面転位を貫通転位に転換できた。さらに欠陥の少ない基板を使い、横方向へ成長させることにより成長層の欠陥抑制を行った。横方向成長領域では基板の転位が伝播しにくいことが分かった。

研究成果の概要 (英文)： A surface modification and lateral growth were applied to reduce the dislocation in the SiC grown layers. When a SiC layer was grown on the surface modified substrate, the basal plane dislocations were converted to the threading dislocations. The dislocation density in SiC could be reduced at the lateral growth area.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2009年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2010年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：半導体工学

科研費の分科・細目：電気電子工学、電子・電気材料工学

キーワード：炭化ケイ素、エッチング、転位

## 1. 研究開始当初の背景

(1) 炭化ケイ素(シリコンカーバイド, SiC)はシリコンの限界を超える次世代パワー半導体素子の材料として注目され、電力を扱うパワーエレクトロニクス分野で期待されている。特に電力変換システムにおいて省エネルギー化が強く望まれており、世界中でSiCデバイスの研究開発が活発に行われている。問題とされていた直径  $1\mu\text{m}$  を超えSiCウエーハを貫通する結晶欠陥も近年大幅に改善されている。しかし、通常購入できる市販のSiCウエーハには刃状転位や螺旋転位と呼ばれる結晶欠陥が1平方センチあたり10,000ヶ

以上存在し、作製したSiCパワーデバイスの電気特性が均一でない。またデバイス特性の信頼性も課題となっている。そのためSiCパワーデバイスの実用化が阻まれている。しかも、デバイス設計に必要な正確なSiCの基礎電子物性も明らかではないという状況であった。

(2) 多くの研究グループからSiCの転位と電気特性の関連について報告されている。転位がSiC中に存在すると耐電圧特性の低下や逆方向印加時の漏れ電流増加の原因になることが知られている。国内の研究グループからエピタキシャル成長時に大型貫通転位を開

塞する方法が示された。しかし、閉塞された部分の上に作られたSiCデバイス特性の信頼性が低い。一方、ウエーハのもとになる大型の結晶(バルク)の転位を大幅に低減できる手法は国内企業のグループや海外企業から発表された。SiCは液相が存在しないため、SiC粉末を2000度以上の高温で昇華させて大型結晶が作られる。しかしノウハウが多数あるため追試を行ったときの再現性が乏しい。またバルク結晶の不純物濃度は高いため、不純物を含まないSiCを別途、成長する必要がある。このように転位の抑制や排除は行われているが、転位が完全にない結晶を得ることは困難である。

SiCパワーデバイスが実用化されるためには、転位が無い結晶成長を目指すことが本質的に重要であると感じ、筆者の有するエピタキシャル成長技術と結晶評価技術をもとにした本研究の着想に至った。

## 2. 研究の目的

転位密度を低減したSiCを成長することを目的とし、次の二点を行った。

(1) SiCの表面改質とその表面への結晶成長：通常の鏡面研磨されたSiCに結晶成長しても、転位は成長層に伝播する。そこで表面を予めエッチングしてSiCの転位部分をあらわにし、そこへ成長することにより転位の低減を目指す。SiCウエーハは不純物濃度が高いので、一般的な熔融塩を用いるエッチングではエッチピット形状が等方的な形状となり転位の種類を同定することが難しい。また熔融塩は半導体工程の汚染源となる。そこで不純物濃度に依存せずに転位の同定を行える方法を目指した。

(2) 横方向成長を活用したSiCの転位低減：SiCウエーハの転位密度は一平方センチメートルあたり約10,000ヶである。よって理論上100 $\mu\text{m}$ 以下の微小なサイズでは転位を含まないSiCを種として得ることができる。このような限られた領域のSiCを種にして結晶成長を行う。本研究では転位密度を低減することが目的なので、そのような種結晶から横方向に成長させて転位の無いSiC領域を拡大させる

## 3. 研究の方法

(1) SiCの表面改質はエッチング法を用いて行った。一般的に行われている熔融塩による方法では半導体装置を汚染するので、本研究ではガス雰囲気中でエッチングを行った。用いたガスは塩素と酸素の混合ガスである。エッチング深さを調べるために予めガラス膜(厚さ0.2 $\mu\text{m}$ )をSiC基板上に形成した。ガラ

ス膜は一般的な熱酸化法を用い、ガラス膜の形状はフォトリソグラフで描いた。その後、エッチング炉内にSiC基板を置き、窒素雰囲気中で900-1000度に昇温した。エッチング炉は石英管と電気ヒーターで構成されている。SiCは化学的に安定な材料であるため1000度では窒素と全く反応しない。昇温後、温度を保ち混合ガスを30-60分間流した。そして混合ガスを止めて降温し、室温でSiC基板を取り出した。このような熱化学反応でSiCはエッチングされ、転位が選択的に可視化することができた。またSiC表面がガラス膜で覆われた部分は全くエッチングされず、エッチング深さを定量的に調べることができた。なお石英管内は大気圧であり、プラズマは用いていない。そのためエッチングにより改質されたSiC表面に、プラズマ工程で生じるような加工損傷はない。

(2) SiCの結晶成長は化学的気相堆積法を用いて行った。上述のエッチング法により改質したSiC基板をホットウォール炉に置き、誘導加熱法で1500度以上にして成長を行った。炉内は真空ポンプで減圧し、9-25kPaの圧力で成長を行った。キャリアガスにはパラジウムで純化した水素を、原料ガスには水素化ケイ素とプロパンを用いた。所定の温度に達した後、原料ガスを流して成長した。成長層の伝導性は不純物を添加することによって行った。N型層は窒素を、p型層はアルミニウムを原料ガスと共に流した。不純物濃度は表面の形状は微分干渉と原子間力顕微鏡を用いて観察し、転位の評価はエッチング法や電子線起電流法を用いて解析した。

## 4. 研究成果

(1) プラズマを使わない熱エッチング法により、SiC中の転位を可視化することに成功した。この方法では熔融塩を使わないので

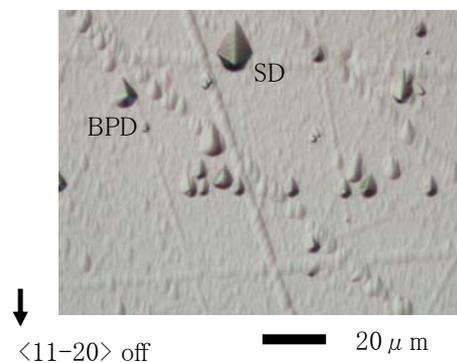


図1. 熱エッチングした高濃度SiCの表面形状.

SiC表面を汚染することなく改質できた。またSiC中の不純物が18乗を越える高濃度であっても転位をあらわにすることができ、SiC中の不純物の種類に依存しなかった。転位に相当する部分は凹状になり、3種類の形状であった。図1は高濃度SiC基板を熱エッチングした後の典型的な表面形状を微分干渉顕微鏡により観察した写真である。エッチング深さは約 $1\mu\text{m}$ である。ランダムな直線状の窪みは研磨傷であり、歪んだ六角形の凹が転位である。歪んだ六角形になった原因はSiC基板に微傾斜(オフ角度)が予めついているためである。原子間力顕微鏡で詳細にこれらの部分を解析すると、凹状の面は特定の指数で表せる結晶面で構成されていることが分かった。しかも、転位の種類によって面指数が異なった。らせん転位(SD)は最も急峻な角度であり、基底面転位(BPD)はオフ方向の下流側に(0001)基底面がある。刃状転位に相当するエッチピットは形状がもっとも小さかった。転位によって結晶面が異なるのは、パーガーズベクトルの大きさと方向がそれぞれ異なるためであると思われる。

なお熱エッチング法は結晶成長前の表面改質だけでなく、デバイス工程にも適応できることが明らかになった。これは本研究の波及効果である。通常プラズマ工程では歪なトレンチ形状(サブトレンチ)が形成されやすく、プラズマによる加工損傷が生じる。本研究で行った熱エッチングはプラズマを使わず、塩素と酸素とSiCの化学反応だけでSiC表面を改質するので、サブトレンチと加工損傷のないデバイス構造が容易に得られ、学会で発表し反響を得られた。

(2) 表面改質後のSiC基板を用いて結晶成長すると、基底面転位が貫通転位に転換されることが判明した。成長前後の転位を解析すると、オフ角度が小さくなるとこのような転位の転換が見られる傾向であった。基底面転位が少ないSiC成長層を使ったデバイスは信頼性の向上に期待できる。

この方法で基底面転位は低減できるが、その他の種類の転位は大きく低減できなかった。また転位部分の窪みは成長した後に平坦化することが困難であった。そこで横方向成長を活用してSiCの転位の低減を行った。通常、結晶は基板の垂直方向へ成長させてデバイスに必要な薄膜を得る。そのようにすると基板と同じ結晶構造を引き継いだ成長層が得られる。同時に基板中の結晶欠陥の情報も引き継がれるので、成長層の結晶品質は基板に大きく依存する。これまでの研究でSiCには基板を貫通する欠陥が多く、これらがデバイス特性を悪化させている。そこで基板の貫通欠陥が成長層へ伝播しないように、基板端

から横方向へのSiC成長を行った。本研究で得られた成果の熱エッチング法を用いて基板端に種となる半円形の領域を形成した。予め基板面内で転位の数が少ない領域をエッチング法で見出し、リソグラフを使って半円形のパターンを描いた。その後、熱エッチング法により基板端が半円形になるようSiC種結晶を作製した。これまでの知見を活用し、結晶成長時の気相雰囲気はシリコン種が多くなる条件を選んで成長した。その結果、半円形SiCの先端から横方向への成長が確認できた。図2は成長後の形状である。成長前は半円形であったが、成長後は多角形になった。形状はSiCの結晶構造を反映しており、 $\langle 1-100 \rangle$ 方向と $\langle 11-20 \rangle$ 方向に小面(facets)が成長していた。横方向成長で得られた領域の転位を熱エッチング法で調べると、成長前の半円形の種結晶よりも転位が少なかった。これは横方向成長では基板を貫通する転位が伝播できなかったためと思われる。

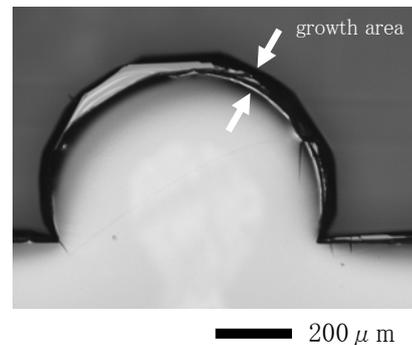


図2. 横方向成長後のSiCの表面形状。

(3) 今後は横方向成長の速度が大きくなる条件を探索し、成長領域の拡大を行う。そして転位の無いSiC結晶を使った基礎物性の解明と、その成長層を使ったパワーデバイスの試作と電気特性を明らかにしたい。

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計5件)

- ① H. Koketsu, T. Hatayama (他3名, 2番目), “Control of inclined sidewall angles of 4H-SiC mesa and trench structures”, Mat. Sci. Forum, 679 巻, 485-488, 2011, 査読あり
- ② T. Hatayama (他3名), “Hexagonality and stacking sequence dependence of etching properties in  $\text{Cl}_2\text{-O}_2\text{-SiC}$  system”, Mat. Sci. Forum 645 巻, 771-774, 2010, 査読あり

④ T.Hatayama, T.Shimizu (他 4 名), “Thermal Etching of 4H-SiC(0001) Si Faces in the Mixed Gas of Chlorine and Oxygen”, Jpn. J. Appl. Phys., 48 巻 066516-1-7, 2009, 査読あり

⑤ T.Hatayama (他 3 名), “Anisotropic etching of SiC in the mixed gas of chlorine and oxygen”, Mat.Sci.Forum, 600 巻 659-662, 2009, 査読あり

[学会発表] (計 14 件)

① 瀬瀬英典, 畑山智亮 (他 3 名, 2 番目), “塩素ガス熱エッチングにおける結晶面異方性を活用したSiCトレンチ底部の形状制御”, 第 58 回応用物理学関係連合講演会, 2011 年 3 月 24 日, 神奈川工科大学 (地震により中止)

② 畑山智亮, 瀬瀬英典, 矢野裕司, 冬木隆, “SiCにおけるエッチピット形状オフ角度およびポリタイプ依存性”, シリコンカーバイド及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第 19 回講演会, 2010 年 10 月 21 日, 茨城県

③ 網嶋健人, 畑山智亮 (他 3 名, 2 番目), “熱エッチングによるマイクロメータサイズのSiC円錐状構造の自己形成”, シリコンカーバイド及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第 19 回講演会, 2010 年 10 月 21 日, 茨城県

④ 瀬瀬英典, 畑山智亮 (他 3 名, 2 番目) “塩素ガス熱エッチングによる 4H-SiCサブトレンチの解消”, シリコンカーバイド及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第 19 回講演会, 2010 年 10 月 21 日, 茨城県

⑤ T.Hatayama (他 4 名), “Surface treatments of 4H-SiC evaluated by contact angle measurement”, European Conference of Silicon Carbide and Related Materials, 2010.9.1, Norway

⑥ 網嶋健人, 畑山智亮 (他 3 名, 2 番目), “4H-SiC (000-1)C面の熱エッチング特性”, シリコンカーバイド及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第 18 回講演会, 2009 年 12 月 17 日, 神戸市

⑦ 瀬瀬英典, 畑山智亮 (他 2 名, 2 番目), “塩素ガスでの熱エッチングによる 4H-SiC{11-2-m}および{1-10-n}面の形成”, シリコンカーバイド及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第 18 回講演会, 2009 年 12 月 17 日, 神戸市

⑧ T.Hatayama (他 3 名), “Hexagonality and stacking sequence dependence of etching properties in Cl<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-SiC system”, International Conference of Silicon Carbide and Related Materials, 2009.10.14, Germany

⑨ H.Koketsu and T.Hatayama (他 3 名, 2 番目), “Self-formation of specific pyramidal planes in 4H-SiC formed by chlorine based ambience”, International Conference of Silicon Carbide and Related Materials, 2009.10.14, Germany

⑩ 瀬瀬英典, 畑山智亮 (他 2 名, 2 番目), “塩素ガスを使った熱エッチングにおける 4H-SiCメサ側壁傾斜角度の制御”, 第 70 回応用物理学学会学術講演会, 2009 年 9 月 10 日, 富山大学

⑪ 瀬瀬英典, 畑山智亮 (他 3 名, 2 番目), “熱エッチングで形成した 4H-SiCメサ構造のオフ角度と方位依存性”, 第 56 回応用物理学関係連合講演会, 2009 年 3 月 31 日, 筑波大学

⑫ 鈴木啓之, 畑山智亮 (他 4 名, 2 番目), “接触角度の測定と素子特性によるSiC表面処理の評価”, シリコンカーバイド及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第 17 回講演会, 2008 年 12 月 8 日, 東京都

⑬ 瀬瀬英典, 畑山智亮 (他 2 名, 2 番目), “熱エッチングによる 4H-SiC高指数面の形成とショットキーバリアダイオードへの応用”, シリコンカーバイド及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第 17 回講演会, 2008 年 12 月 8 日, 東京都

⑭ T.Hatayama (他 3 名), “Characterization of 4H-SiC analyzed by cathodeluminescence and electron-beam induced current methods”, European conference of silicon carbide and related materials, 2008.9.7, Spain

[その他]

ホームページ等

<http://mswebs.naist.jp/LABs/fuyuki/index.html>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

畑山 智亮 (Hatayama Tomoaki)

奈良先端科学技術大学院大学・物質創成科学研究科・助教

研究者番号：90304162