

令和 3 年 5 月 17 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18K04252

研究課題名(和文) CVD法を用いたSiCバルク結晶成長

研究課題名(英文) Growth of SiC bulk crystals by chemical vapor deposition

研究代表者

升本 恵子 (Masumoto, Keiko)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・エネルギー・環境領域・主任研究員

研究者番号：60635324

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：化学気相成長(CVD)法を用いたSiCバルク結晶成長に必要な不可欠なスパイラル成長の安定化に取り組み、成長初期条件の最適化により、高速成長における欠陥密度の大幅な低減に成功した。3インチ基板上に成長速度40 $\mu\text{m}/\text{h}$ で5時間成長し、厚さ194 μm のエピタキシャル膜を成長し、基板から剥離することによりエピタキシャル膜を自立化させ、ピンセットによるハンドリングが可能な厚さのSiC基板が作製可能であることを実証した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

次世代パワー半導体SiCはCO₂排出抑制のキーデバイスとして注目を集めており、本研究の成果によりCVD法によるSiCバルク結晶成長が実現すると、SiCデバイスのコストが低減し、更なる普及につながる。また、SiCは様々な多形が安定であるため、エピタキシャル成長においてスパイラル成長の安定化は困難であると考えられていたが、成長初期の過飽和度の制御等、スパイラル成長実現のための重要な要素を示すことができた。

研究成果の概要(英文)：I investigated the conditions surrounding SiC spiral growth to realize SiC bulk crystals grown by chemical vapor deposition. The defect density at a high growth rate drastically decreased by optimizing the growth conditions at the initial growth stage. I succeeded in growing a thick SiC epitaxial layer with a thickness of 194 μm on a 3-inch substrate at a growth rate of 40 $\mu\text{m}/\text{h}$ for 5 h, and demonstrating its free-standing epitaxial layer, which could be handled using tweezers.

研究分野：結晶工学

キーワード：炭化珪素 エピタキシャル成長 スパイラル成長

1. 研究開始当初の背景

次世代パワー半導体 SiC は、CO₂ 排出抑制のキーデバイスとして注目を集めており、実用化が始まっているが、今後の普及拡大のためには低コスト化が必須である。デバイス構造が作り込まれる活性層となる部分は、キャリア濃度の制御が重要であり、Si では、融液法を用いてキャリア濃度が十分に制御されたバルク成長ができるため、そのバルク結晶を加工するだけでデバイス作製が可能なウエハが完成する。しかし、SiC はキャリア濃度の制御性が不十分である昇華法でバルク成長を行っているため、キャリア濃度制御可能な化学気相成長 (CVD) 法でエピタキシャル成長し、その部分にデバイスを作り込んでいる。このように SiC は Si と比較しデバイス製造工程が多いため、コストが高くなっている。

2. 研究の目的

本研究の目的は、キャリア濃度制御可能な CVD 法を用いて SiC バルク結晶成長を行うことである。SiC の CVD 成長では、安定な成長を行うために、基板表面と結晶面を傾け (この傾きの角度をオフ角という)、人工的にステップを作り、そのステップから成長を進めるステップフロー成長が行われている。このステップフロー成長は薄膜成長を行う上では問題がないが、膜厚が厚くなってくるとステップ端から成長が破綻するため、バルク成長を行うことはできない。それに対し、螺旋転位の有するステップから成長を進めるスパイラル成長は、膜厚が厚くなってもステップを供給し続けるため、バルク成長が可能であるが、安定な成長が困難であった。そこで、本研究では、CVD 法を用いた SiC バルク結晶成長の実現のため、スパイラル成長の安定化および高速化を目指した。

3. 研究の方法

スパイラル成長を安定化させるためには、基板のオフ角が限りなく 0 に近いことが必要である [1]。しかし、オフ角が小さくなるほど、また、ステップバンチングが発生するほど、テラス幅が大きくなり欠陥が発生しやすくなる。そこで、通常の CVD 成長で用いられている Si 面ではなく、ステップバンチングが発生しにくい C 面を成長面として用いた。本研究の目的はバルク成長であるため、成長後の使用面は Si 面も選択することができる。

また、成長速度増加のために、基板の直径と同じ直径を持つガス導入管を基板の直上に配置し、ガスの流れに対し垂直に基板を配置することによって成長速度を増加させる近接垂直ブロー成長装置 [2] を用いた。

オフ角が限りなく 0 に近い SiC 基板の C 面上に高速成長を行い、成長条件や成長装置構造の欠陥発生への影響を評価した。

4. 研究成果

まず、成長速度と欠陥密度の関係を評価した。成長速度を従来の 20 $\mu\text{m/h}$ から 40 $\mu\text{m/h}$ に増加させると、エピタキシャル膜の表面がほぼ欠陥で覆われ、欠陥密度が算出できないほど欠陥が増加した。成長速度増加のために原料ガスの流量を増加させるが、その増加に要する時間 (ランプアップ時間) が欠陥密度に大きな影響を与えていることを見出した。図 1 にランプアップ時間と欠陥密度の関係を示す。ランプアップ時間を従来の 5 分から 60 分に大幅に増加させることにより、欠陥を大幅に低減させることに成功した。成長初期のスパイラルヒロックが広がりきる前の過飽和度を減少させ、基板の有する広いテラス上での欠陥の核発生を抑制することが重要であると考えられる。

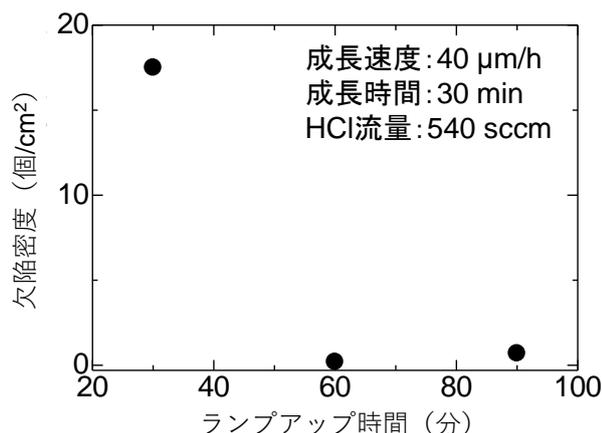


図 1 ランプアップ時間と欠陥密度の関係

また、成長時間が長時間化することによるスパイラル成長モードの不安定化も懸念されていたが、5 時間の成長においてもスパイラルヒロック形状が変化することなく安定に成長していることを AFM 測定により確認した。そこで、3 インチ基板上に成長速度 40 $\mu\text{m/h}$ で 5 時間成長し、厚さ 194 μm のエピタキシャル膜を成長した。欠陥密度は 2.0 /cm² であった。図 2 に、基板から剝離し自立化したエピタキシャル膜の写真を示す。透明な領域が正常に成長したエピタキシャル膜であり、黄色い部分が欠陥である。CVD 法によるエピタキシャル成長によって、ピンセットによるハンドリングが可能な厚さの SiC 基板が作製可能であることを実証した [3]。

欠陥のさらなる低減のため、ランプアップ時間 60 分で成長したエピタキシャル膜の欠陥発生起点の断面 SEM 観察、TEM 観察及び EDX 測定により欠陥発生原因の解明を行った。図 3 に (a) 断面 SEM 像および (b) 同箇所の断面 TEM 像を示す。欠陥はエピタキシャル膜と基板の界面ではなくエピタキシャル膜中で発生しており、発生起点に空洞があることが分かった。EDX 測定の結果、発生起点の空洞周辺は炭素濃度が高くなっていることが分かった[3]。このことから、炭素部材からの炭素の混入が欠陥発生の原因となっていることが分かった。ウエハ外周での欠陥密度の増加や、成長時間の増加に伴う欠陥密度の増加も確認されており、成長中に基板を設置するステージとしてコーティングをしていない炭素部材を用いていたため、そのステージから炭素が混入したと考えられる。



図 2 自立化したエピタキシャル膜の写真

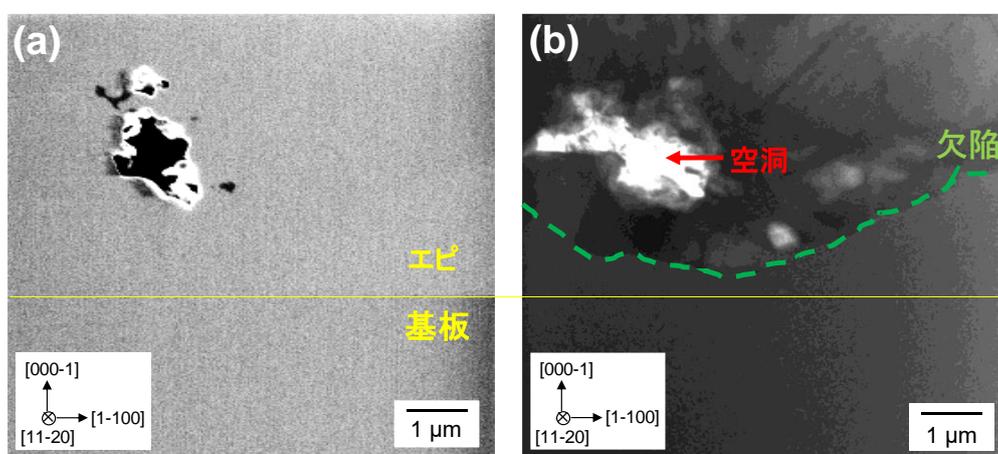


図 3 欠陥発生起点の (a) 断面 SEM 像および (b) 同箇所の断面 TEM 像

炭素部材からの炭素の混入を抑制するため、成長中に基板を設置する炭素部材を SiC 成長において実用化されている TaC コート炭素部材に変更した。その結果、ウエハ外周の高密度な欠陥は抑制できたが、ウエハ中心部に面状で広い領域に欠陥が発生し、また、キャリア濃度分布均一性が悪化するという新たな課題が発生した。図 4 に TaC コート炭素部材を用いて成長したエピタキシャル膜の写真を示す。ウエハ中心部の鏡面でない部分が欠陥発生領域である。温度分布評価により、ウエハ外周での温度が急激に増加しており、面内での温度分布が悪化していることが分かった。TaC の反射率の高さが炉内の温度分布を変化させたことに起因していると考えられる。また、TaC コート部材を用いたときには、ウエハの反りも増大しており、温度分布の悪化が原因であると考えられる。キャリア濃度分布については、成長条件による依存性は小さく、ウエハの反りが大きいときに悪化していることが分かった。キャリア濃度分布向上を実現するためには、温度分布を悪化させないコート材の探索や TaC コート炭素部材使用時の温度分布の改善の検討が必要である。

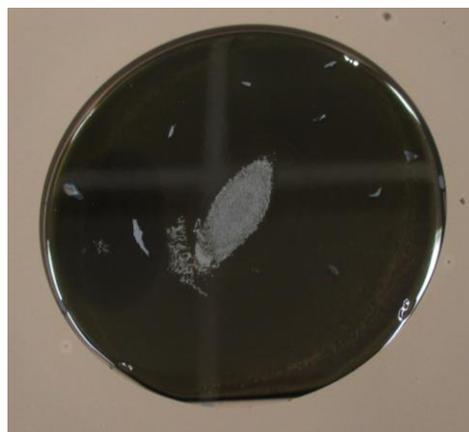


図 4 TaC コート炭素部材を用いて成長したエピタキシャル膜の写真

本研究の取り組みにより、さらなる欠陥抑制は必要であるが、スパイラル成長の高速化及び長時間安定化を実現し、CVD 法による SiC バルク成長の実現可能性を示すことができた。

<引用文献>

- [1] K. Masumoto, K. Kojima and H. Okumura, J. Cryst. Growth, vol.475, pp.251~255(2017).
- [2] Y. Ishida, T. Takahashi, H. Okumura, K. Arai and S. Yoshida, Mater. Sci. Forum vol.600~603, pp.119~122(2009).
- [3] K. Masumoto, K. Kojima and H. Yamaguchi, Materials, vol.13, p.4818(2020).

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Masumoto Keiko, Kojima Kazutoshi, Yamaguchi Hiroshi	4. 巻 13
2. 論文標題 Investigation of Factors Influencing the Occurrence of 3C-Inclusions for the Thick Growth of on-Axis C-Face 4H-SiC Epitaxial Layers	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Materials	6. 最初と最後の頁 4818 ~ 4818
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/ma13214818	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 升本恵子、児島一聡、奥村元
2. 発表標題 SiC on-axisエピタキシャル層を用いた自立基板の作製と3Cインクルージョン発生原因の評価
3. 学会等名 先進パワー半導体分科会 第6回講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 升本恵子、児島一聡、奥村元
2. 発表標題 4H-SiC C面 on-axis基板上の厚膜エピタキシャル成長
3. 学会等名 第66回応用物理学会春季学術講演会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------