

# 放射光トポグラフィーによる SiC溶液成長における転位挙動解析

## Analysis of dislocation characteristics in SiC by solution growth

名大院工<sup>1</sup>, 産総研<sup>2</sup>, 小澤 茂太<sup>1</sup>, ○関 和明<sup>1</sup>, 山本 祐治<sup>1</sup>, Alexander<sup>1</sup>,  
宇治原 徹<sup>1</sup>, 山口博隆<sup>2</sup>, 竹田 美和<sup>1</sup>

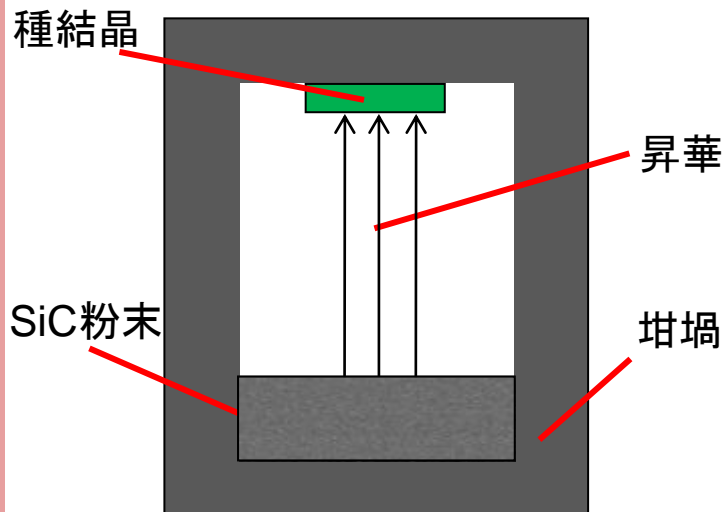
Nagoya Univ.<sup>1</sup>, AIST<sup>2</sup>,  
Shigeta Kozawa<sup>1</sup>, ○Kazuaki Seki<sup>1</sup>, Yuji Yamamoto<sup>1</sup>, Alexander<sup>1</sup>,  
Toru Ujihara<sup>1</sup>, Hirotaka Yamaguchi<sup>2</sup>, and Yoshikazu Takeda<sup>1</sup>

E-mail: [seki@mercury.numse.nagoya-u.ac.jp](mailto:seki@mercury.numse.nagoya-u.ac.jp)



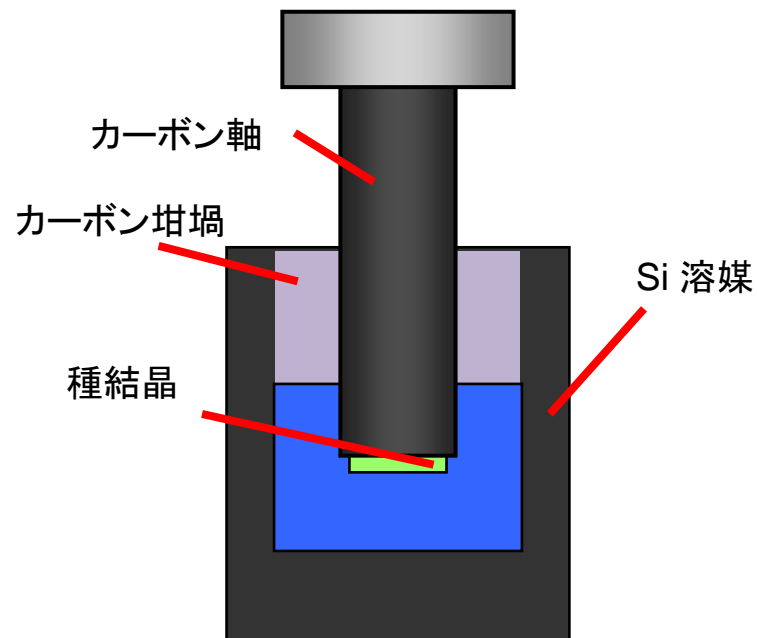
# 高品質SiCバルク結晶に向けた溶液法への期待

## 昇華法



- ・SiC粉末を昇華させSiC成長
- ・2000 °C以上の高温プロセス

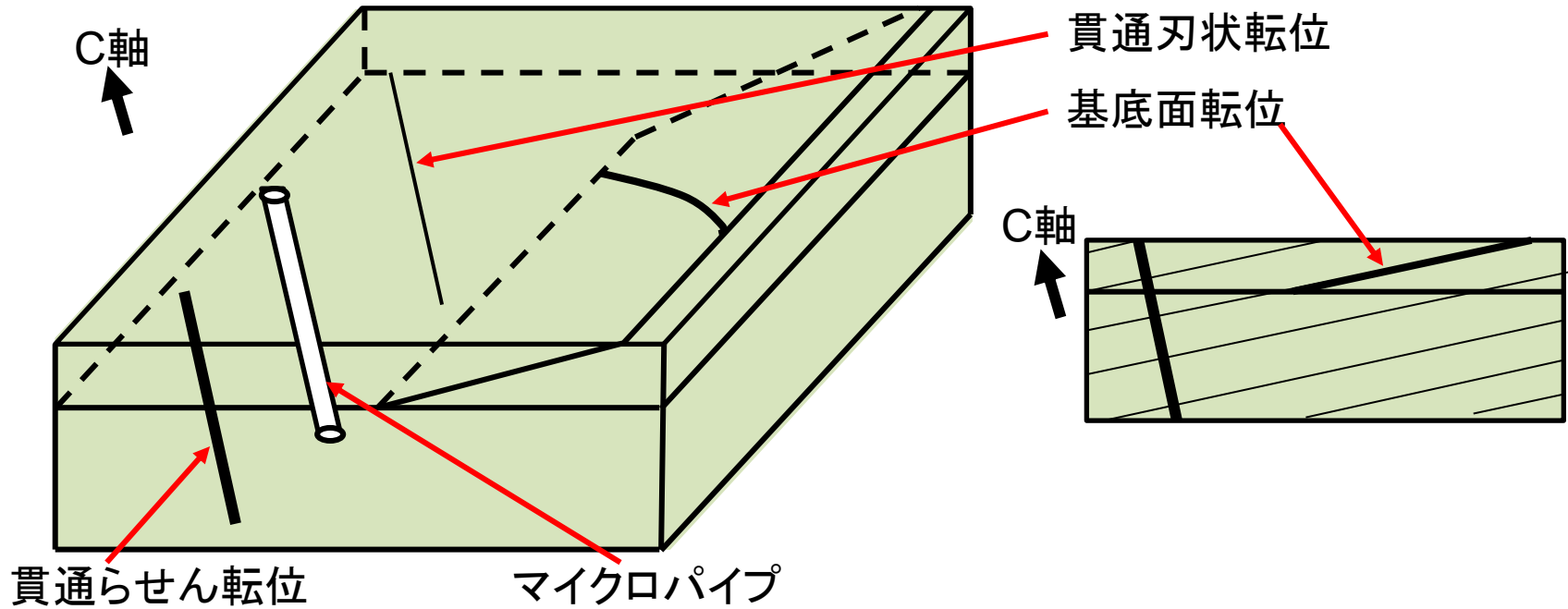
## 溶液法



- ・Si溶媒にCを溶解させSiC成長
- ・平衡状態に近いプロセス
- ・低欠陥な結晶が成長可能

溶液法で欠陥のない高品質SiC結晶を作製する。

# SiC結晶欠陥について



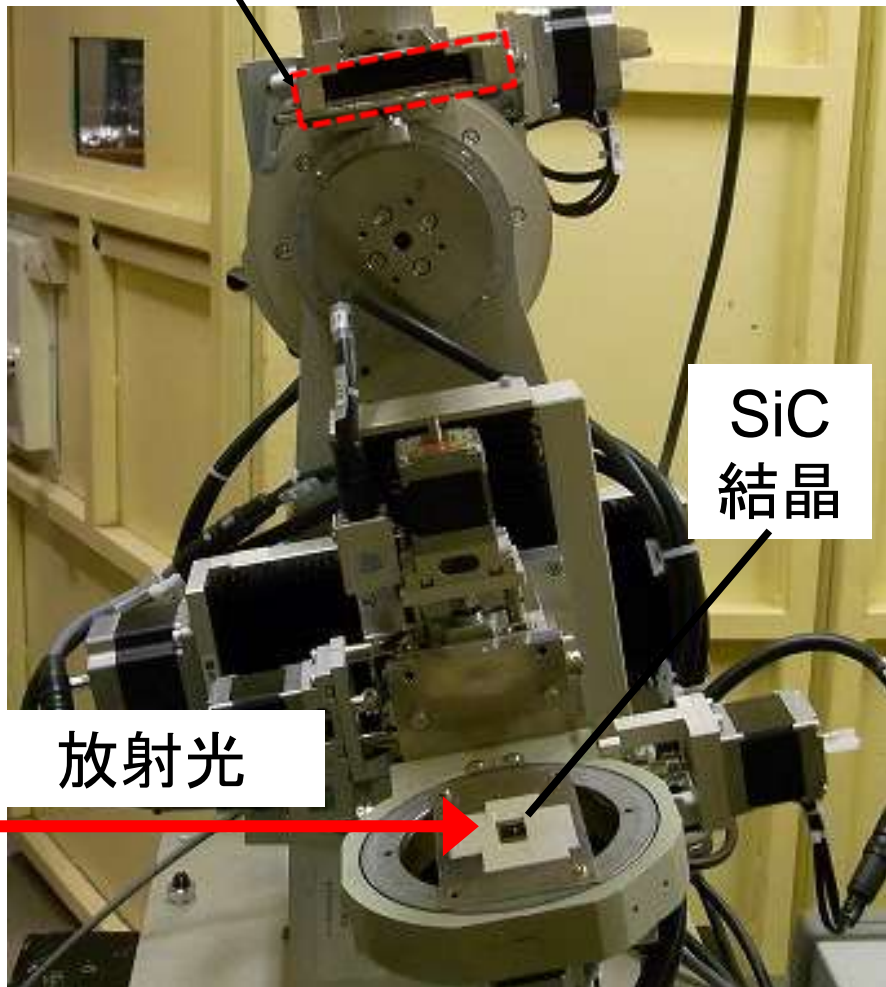
名称	略称	名称（英語）	バーガーズベクトルの向き <sup>[1]</sup>	伝播方向	デバイスへの影響 <sup>[2]</sup>
マイクロパイプ	MP	Micropipe	$\langle 0001 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	リーク電流の原因
貫通らせん転位	TSD	Threading Screw Dislocation	$\langle 0001 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	耐圧劣化 酸化膜不良 エピ欠陥の発生
貫通刃状転位	TED	Threading Edge Dislocation	$\langle 11-20 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	少数キャリアの ライフタイムキラー
基底面転位	BPD	Basal Plane Dislocation	$\langle 11-20 \rangle$	(0001) 面内任意	順方向特性劣化 酸化膜不良

[1] 土田 他, SiC及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第16回講演会 予稿集 p. 6,

[2] 大谷 他, SiC及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第17回講演会 予稿集 p. 8.

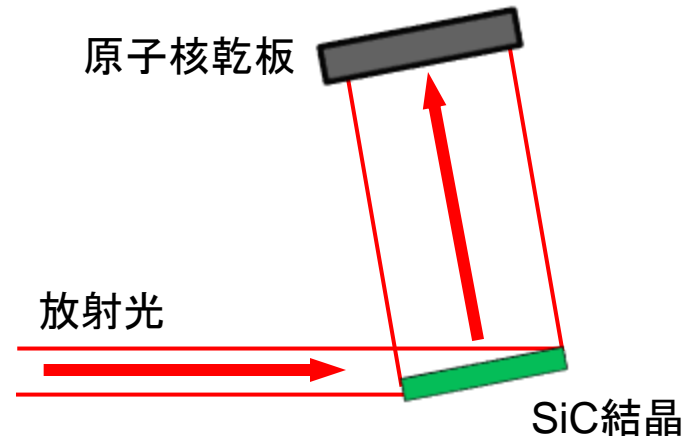
# 結晶評価法(放射光トポグラフィ)

原子核乾板



放射光

原子核乾板

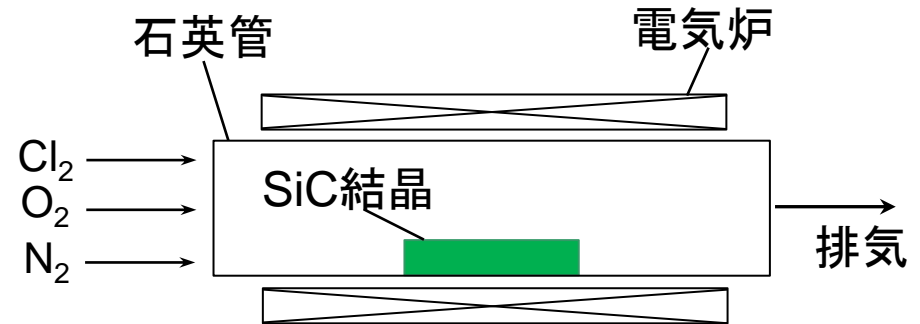


波長と侵入深さ

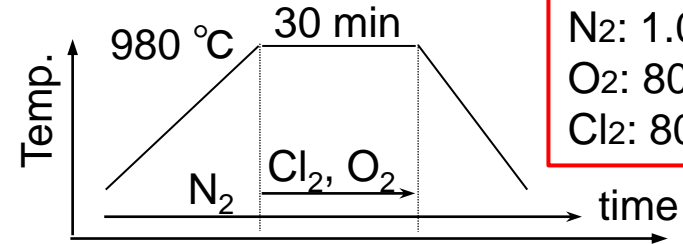
波長 [nm]	回折面	侵入深さ [ $\mu\text{m}$ ]
0.179	(11-2·12)	18
0.150	(11-2·12)	11
0.128	(11-2·12)	5

BL-15C (PF、KEK)

# 結晶評価法(熱塩素エッチング)



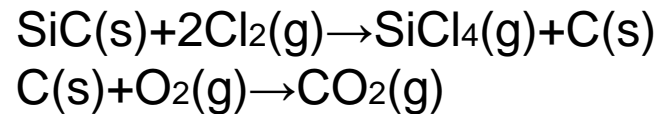
## シーケンス



## ガス流量

N<sub>2</sub>: 1.0 slm  
O<sub>2</sub>: 80 sccm  
Cl<sub>2</sub>: 80 sccm

## 反応式



## エッチングレート

0.42 μm/hr



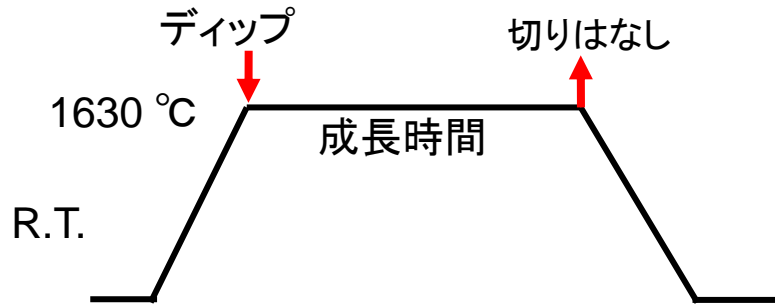
# 目的

---

放射光トポグラフィーと  
熱塩素エッチングを組み合わせた  
溶液法SiCの転位挙動観察

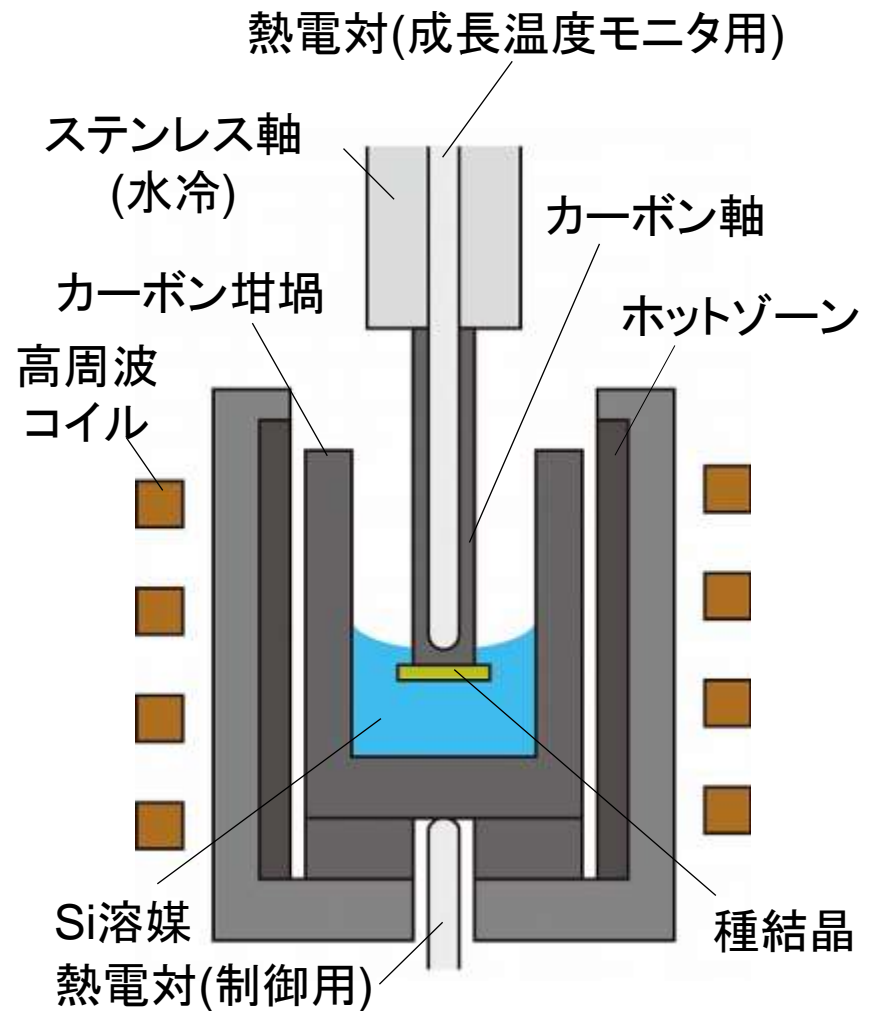
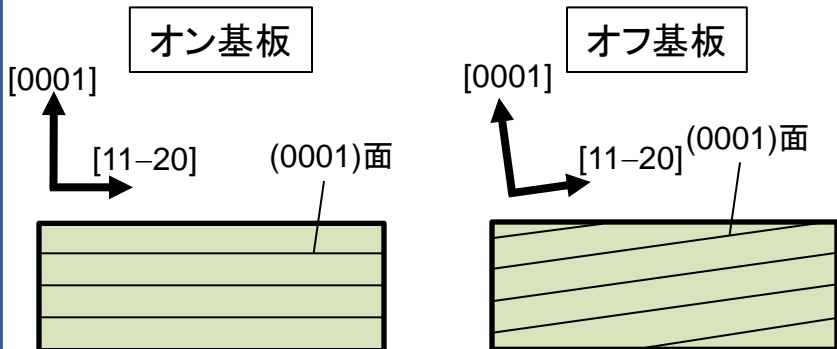
# SiC溶液成長法

## シーケンス



## 原料

Si: 3 mol、純度11 N  
C: カーボン坩堝から供給  
種結晶: 昇華法で作製された  
6H-SiC(0001) 基板



成長装置  
概略図

# 結晶評価(放射光トポグラフィ)

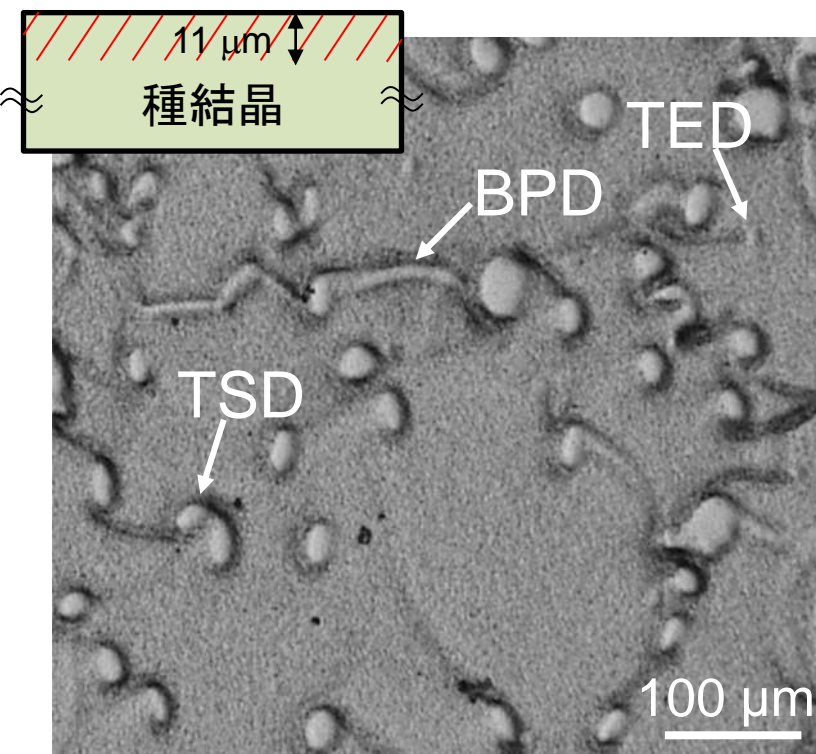
on-axis基板

[0001] Si面  
[1-100]  
[11-20]

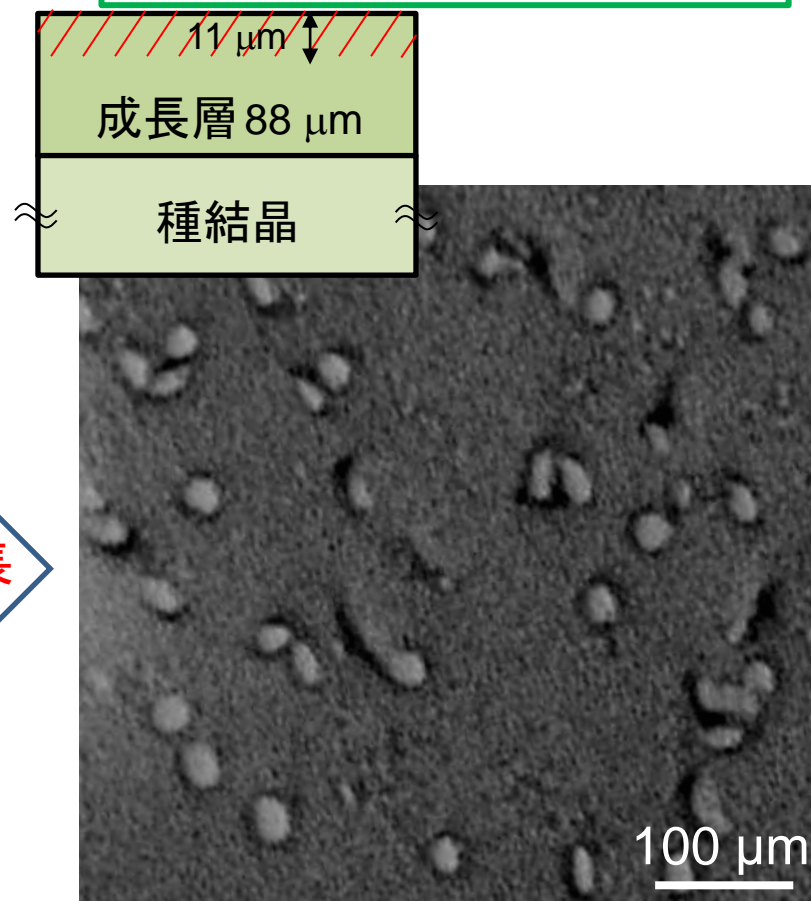
溶液成長条件 種結晶on-axis基板、成長温度1630 °C、成長時間5 hr、成長厚み 88 μm  
トポグラフ撮影条件 反射面(11-2·12)、λ=0.150 nm、入射角10.8 ° 侵入深さ約11 μm

種結晶のトポグラフ像

溶液成長後のトポグラフ像



溶液成長



溶液成長前後の転位を比較し、挙動を観察した。



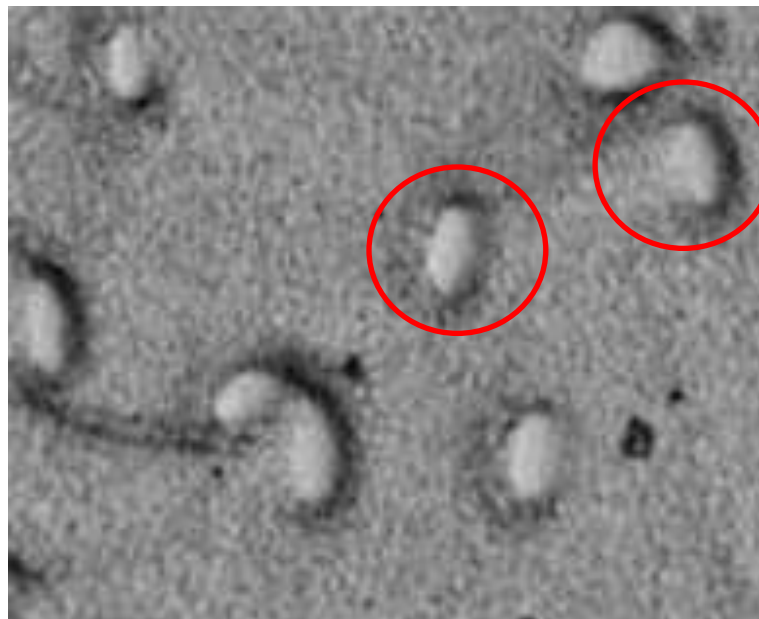
# 結晶評価 (TSD挙動解析)

on-axis基板

[0001] Si面  
[1-100]  
[11-20]

溶液成長条件 種結晶on-axis基板、成長温度1630 °C、成長時間5 hr、成長厚み 88  $\mu\text{m}$   
トポグラフ撮影条件 反射面(11-2 $\cdot$ 12)、 $\lambda=0.150$  nm、入射角10.8 ° 侵入深さ約11  $\mu\text{m}$

種結晶のトポグラフ像



溶液成長

溶液成長後のトポグラフ像



TSDの一部が消え、同じ場所に軌跡が存在していた。  
軌跡が他のTSDにつながっているものも存在した。

成長後TSDが見られなくなり、代わりに軌跡が観察された。

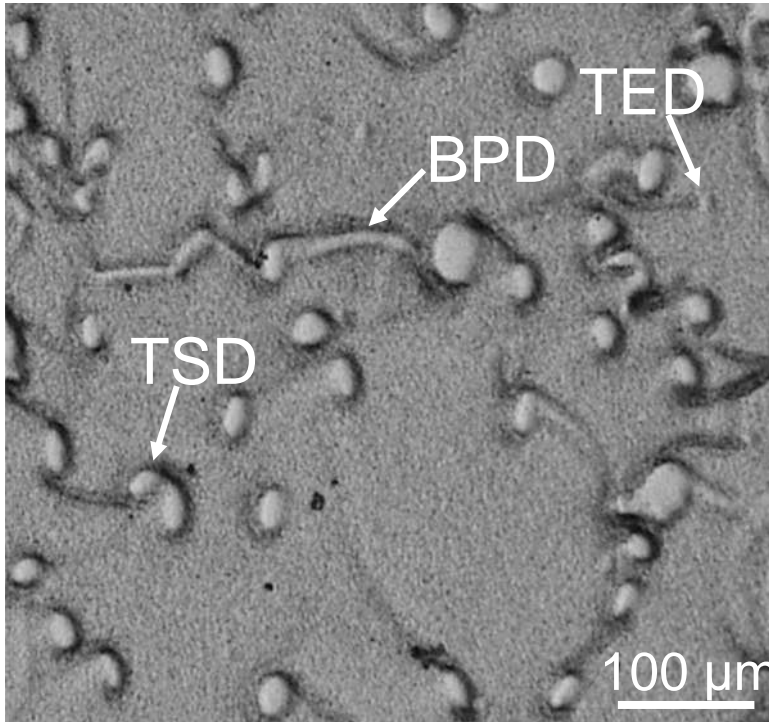
# 結晶評価 (BPD拳動解析)

on-axis基板

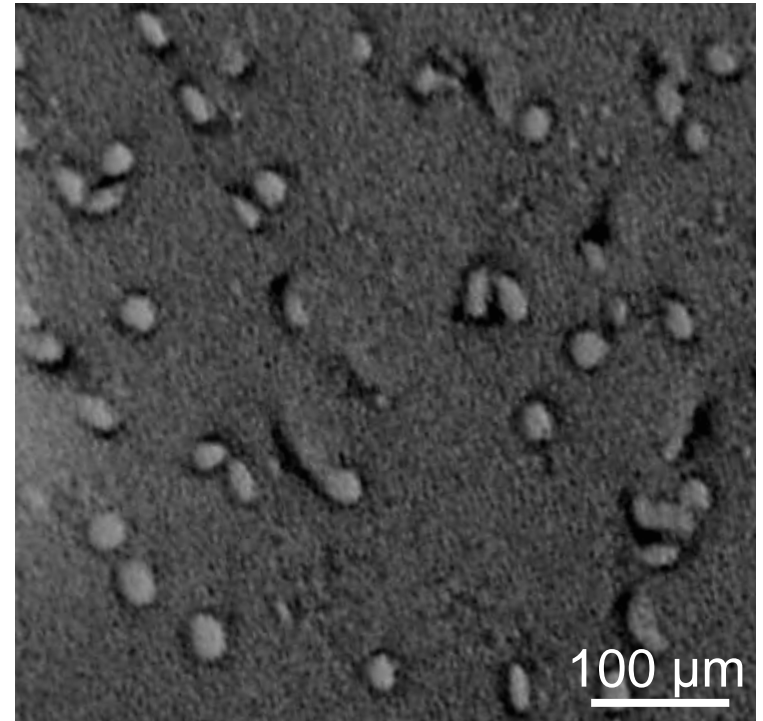
[0001] Si面  
[1-100]  
[11-20]

溶液成長条件 種結晶on-axis基板、成長温度1630 °C、成長時間5 hr、成長厚み 88  $\mu\text{m}$   
トポグラフ撮影条件 反射面(11-2 $\cdot$ 12)、 $\lambda=0.150$  nm、入射角10.8° 侵入深さ約11  $\mu\text{m}$

種結晶のトポグラフ像



溶液成長後のトポグラフ像

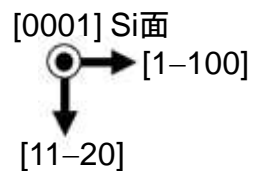


溶液成長

種結晶のBPDが引き継がれていない。  
さらに、新しいBPDが形成されていない。

BPDは溶液成長では形成されないと考えられる。

# 結晶評価(トポ像と表面モフォロジーの対応) *on-axis*基板



溶液成長条件 種結晶 *on-axis* 基板、成長温度 1630 °C、成長時間 5 hr、成長厚み 88 μm  
トポグラフ撮影条件 反射面(11-2·12)、λ=0.150 nm、入射角 10.8 ° 侵入深さ約 11 μm

溶液成長後のトポグラフ像



50 μm

溶液成長後の  
ノマルスキー表面写真

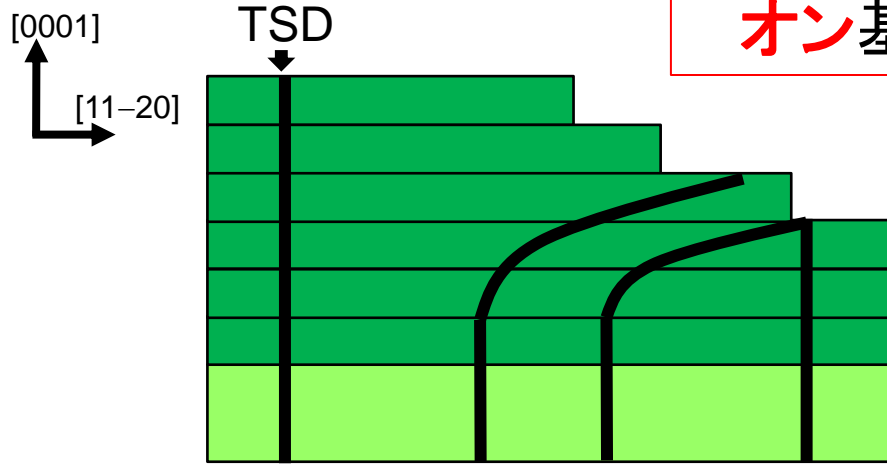


50 μm

軌跡の方向とステップフロー方向が一致している。

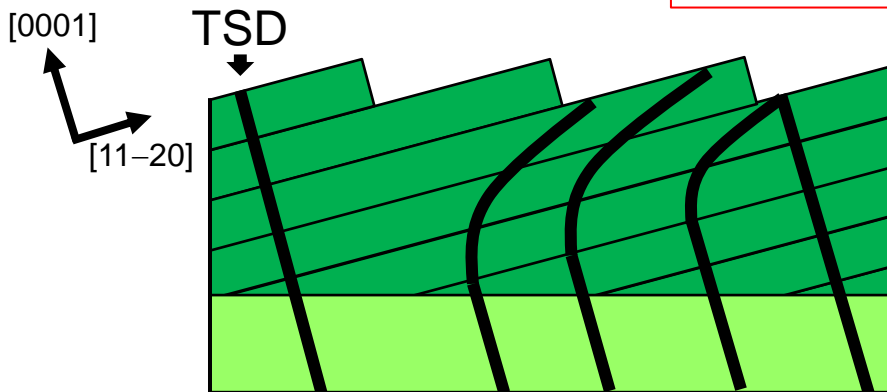
# TSD挙動考察

オン基板上成長



ステップフローによって転位が曲げられたと考えられる。

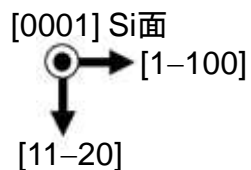
オフ基板上成長



オフ基板の上に成長してステップフロー成長を意図的に生じさせてみる。

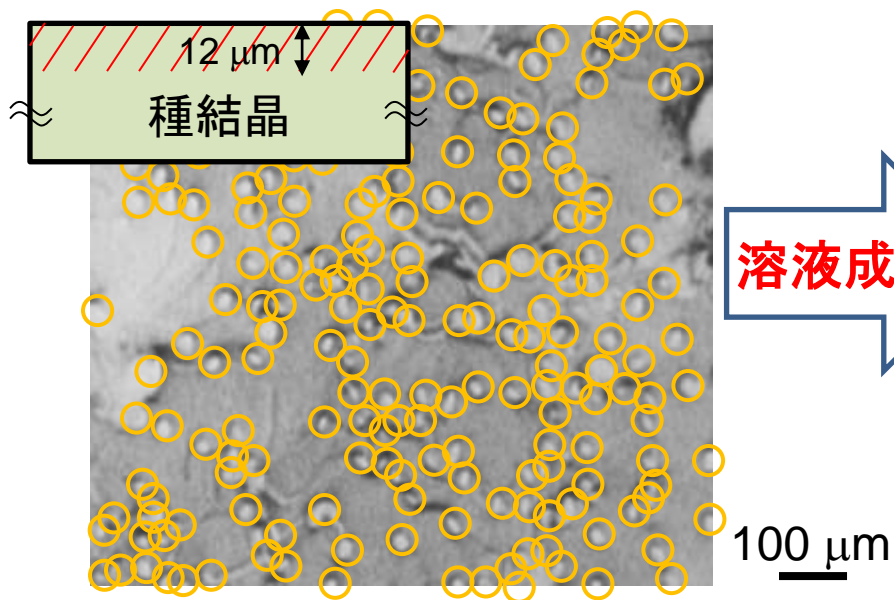
# SiC結晶評価(オフ基板上成長)

1.4° off基板

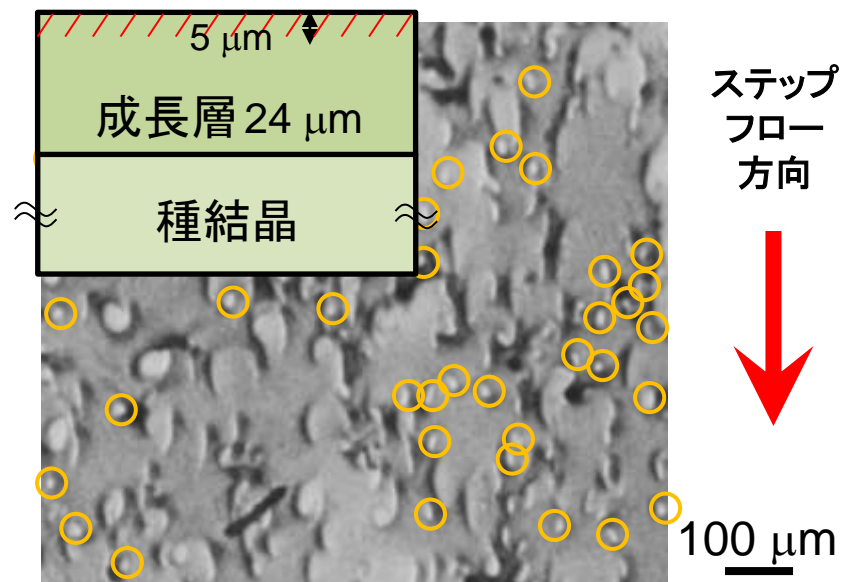


溶液成長条件 種結晶1.4° off基板、成長温度1630 °C、成長時間3hr、成長厚み 24 μm  
トポグラフ撮影条件 成長前:反射面(11-2·12)、λ=0.150 nm、入射角12.2° 侵入深さ約12 μm  
成長後: 反射面(11-2·12)、λ=0.128 nm、入射角1.9° 侵入深さ約5 μm

種結晶のトポグラフ像



溶液成長後のトポグラフ像



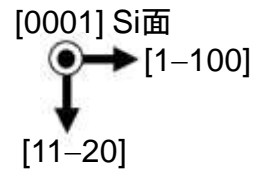
溶液成長

成長後、部分的に、TSDが存在していた場所に軌跡が存在していた。  
軌跡が他のTSDにつながっているものが存在した。  
軌跡はステップフロー方向に沿っていた。

オン基板上成長に比べ、TSDは減少し、軌跡は増加した。

# SiC結晶評価（エッチングとトポグラフィ比較） $1.4^\circ\text{off}$ 基板

溶液成長条件 種結晶  $1.4^\circ\text{off}$ 基板、成長温度  $1630^\circ\text{C}$ 、成長時間 3hr、成長厚み  $24\ \mu\text{m}$

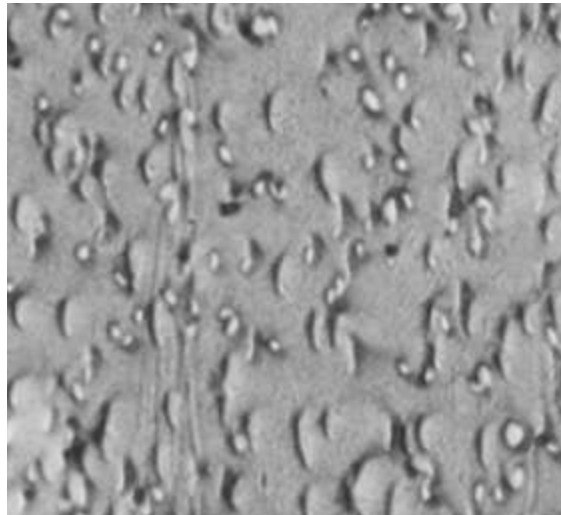


成長層トポグラフィ像

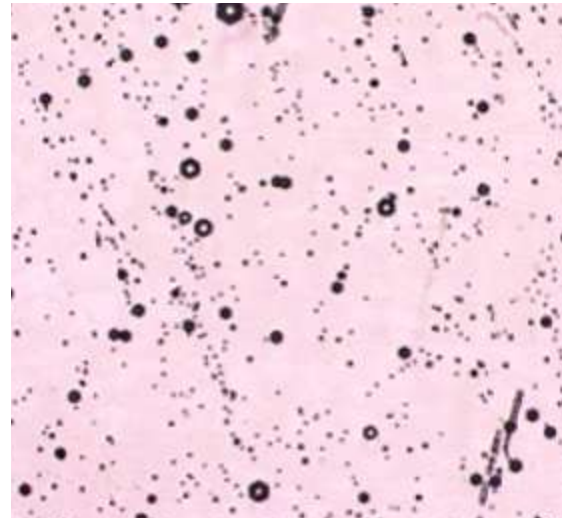
成長層エッチング像

トポグラフィ像と  
エッチング像の重ね合わせ

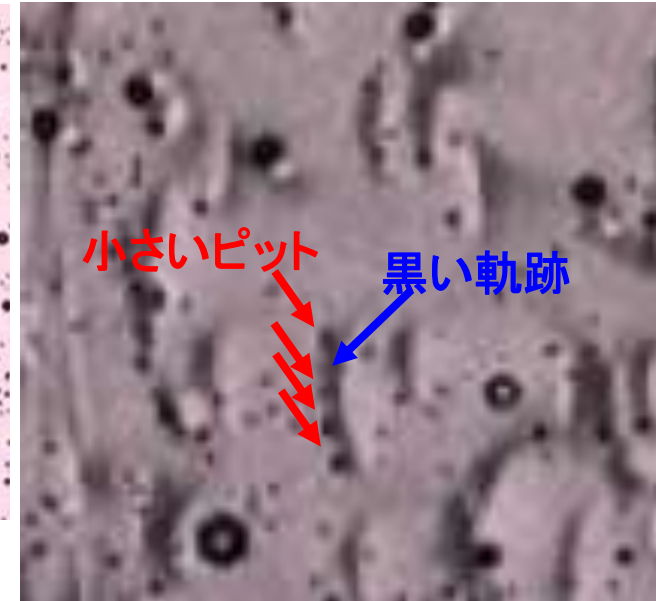
ステップフロー方向



100  $\mu\text{m}$



100  $\mu\text{m}$

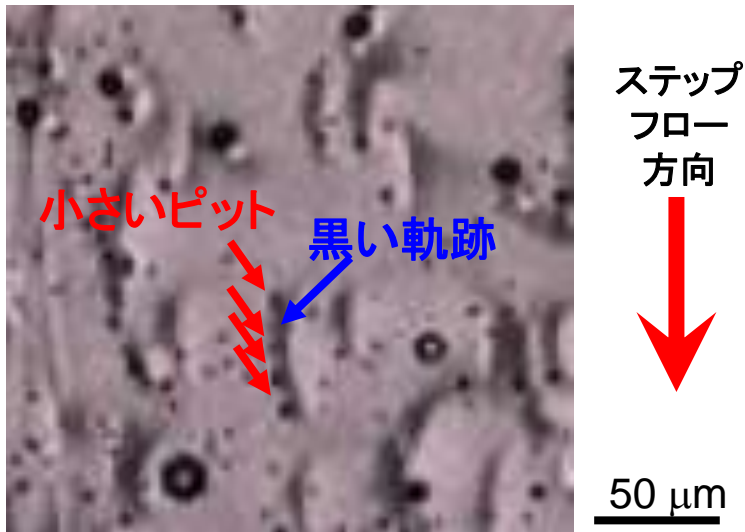


小さいピット

黒い軌跡

50  $\mu\text{m}$

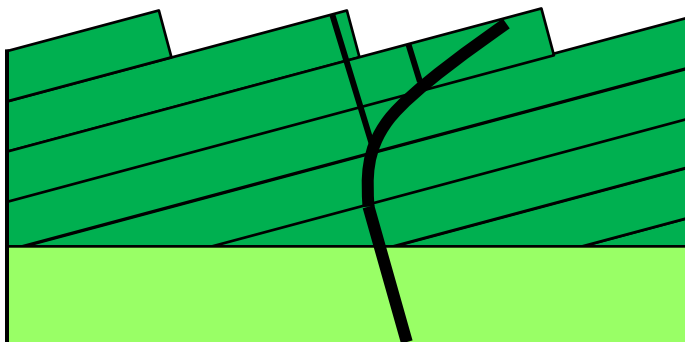
小さいエッチピットの一部は軌跡上に存在している。



① 転位がステップフローによって曲げられる。

② 曲げられている間に転位が分裂、または、軌跡上に新たな転位が発生すると考えられる。

③ トポグラフでは軌跡が観察され、エッチングでは軌跡上に複数個のエッチピットが観察される。



# まとめと今後の展望

## まとめ

- ・溶液成長ではBPDが形成されなかった。
- ・溶液成長した後、種結晶ではTSDが存在していた場所にステップフロー方向に沿った軌跡が見られた。
- ・曲げられた転位は複数の転位に分裂していた。
- ・軌跡上に小さなエッチピットが配列していた。

## 今後の展望

- ・別の回折面でのトポグラフィ撮影を行う。
- ・TEMによる転位の解析を行う。
- ・エッチングと研磨により、軌跡上のエッチピットを調べる。

謝辞: 放射光トポグラフィーにおいてご尽力頂いた 産業技術総合研究所、松畑洋文氏、加藤智久氏、高エネルギー加速器研究機構平野馨一氏、吉村順一氏に深く感謝致します。(共同利用実験 課題番号2009G118 (BL-15C))  
本研究は特別研究員奨励費(JSPS)、NEDO(若手グラント)および日仏交流促進事業(SAKURAプログラム、JSPS、MAE)により実施しました。