

X線トポグラフィーを用いた熱化学エッチング処理による4H-SiC単結晶基板表面の基底面転位から貫通刃状転位への変換挙動の観察

鳥見 聡, 篠原正人

東洋炭素株式会社

1. はじめに

半導体SiCエピタキシャルウェハ中に含まれる基底面転位 (Basal Plane Dislocation : BPD) は、パイポーラ動作するデバイスにおいて順方向通電時にシングルショックレー型の積層欠陥へ拡張して順方向劣化と呼ばれるオン電圧の増大をもたらす^[1]。SiC基板中のBPDはインゴット結晶成長時に形成されるもので、エピタキシャル成長時にそのほとんどがエピ/基板界面で無害な貫通刃状転位 (Threading Edge Dislocation : TED) に変換されるため^[2]、エピタキシャル膜中へ伝播するBPDに起因する順方向劣化は排除可能である。しかしながら、高電流密度での通電条件下ではエピタキシャル膜よりさらに深いエピ/基板界面にまで到達する過剰キャリアが基板中のBPDを積層欠陥へ拡張させて順方向劣化を引き起こすことが報告されている^[3]。一方、BPDのTEDへの変換位置がエピ/基板界面よりさらに深い基板内部にある場合、その深さに対応して積層欠陥を拡張させる電流密度が高くなることが報告されており^[4]、基板中のBPDをエピタキシャル成長前に基板内部で予めTEDへ積極的に変換させることができれば、順方向劣化の抑制に有効な手法の一つとなると考えられる。

そこで我々はエピタキシャル成長前の新たなSiC表面処理法として、熱化学エッチングとなるSi蒸気圧エッチング法^[5-6]に着目している。Si蒸気圧エッチング法は、TaC/Ta複合材料からなる坩堝型容器内へSi蒸気圧供給源となるSiを付与しSiCウェハを1600～2200℃の高温で加熱することで $\text{SiC(s)} + \text{Si(g)} \rightarrow \text{Si}_2\text{C(g)}$ のエッチング反応を得る。本手法によりSiCウェハ表面に残存する潜傷などの加工変質層を物理的なダメージレスで除去するとともに分子層ステップからなる平滑な表面を得ることができる^[7]。さらに、これまでの研究によってSi蒸気圧エッチング法は従

来のウェハ仕上げ加工手法である化学機械研磨 (Chemical Mechanical Polishing : CMP) と比較してエピタキシャル成長時にBPDからTEDへの変換率が高く^[8]、KOHエッチピット法 (破壊評価法) によりSiC基板内部の位置でのBPDからTEDへの変換を示唆する結果^[9]が得られている。

本報告では、Si蒸気圧エッチング法によるSiC基板表面でのBPD変換効果を直接確認し、更にその変換挙動を理解することを目的として、Si蒸気圧エッチング処理前後における4H-SiC基板表面のBPDの形態の変化ならびにエピタキシャル成長後のエピタキシャル膜中への転位伝播挙動を非破壊かつ高分解能観察可能な放射光によるX線トポグラフィーを用いて評価した。

2. 実験

評価試料としてCMP仕上げされた市販の4インチ4H-SiC (0001) 4° オフ Si 面ベアウェハ 2枚 (試料①および②) を供した。このときウェハ内の転位密度をなるべく同じ条件で比較するために同一インゴットから切り出されたウェハを用いた。試料の処理条件ならびに評価工程を表1に示す。Si蒸気圧エッチングは、処理温度 2000℃のもとエッチング除去量に対する転位変換挙動の差の有無を確認するために試料①と②で意図的に異なる Si 蒸気圧エッチング量を施した。エピタキシャル成長は、膜厚 10 μm、ドーパント濃度 (窒素) $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ の成膜条件で行った。各処理工程前後のウェハ表面の転位の挙動は、九州シンクロトロン光研究センターBL09を用いて反射法による斜入射X線トポグラフィー (回折ベクトル $g=11\cdot28$) を行い、トポグラフ像をX線フィルムに撮影した。

表 1 試料処理条件および評価工程

工程	未処理	評価1st	処理	評価2nd	処理	評価3rd
試料①			Si 蒸気圧エッチング ($\sim 3 \mu\text{m}$ 除去)			
	CMP	X線トポ		X線トポ	エピ成長	X線トポ
試料②			Si 蒸気圧エッチング ($< 1 \mu\text{m}$ 除去)			

3. 結果及び考察

図 1 は、試料①の各処理前後の BPD 同点 X 線トポグラフ像観察例である。図 1(a)の丸で示された箇所は CMP 表面における BPD (線状コントラスト) の先端部分である。Si 蒸気圧エッチング後、図 1(b)において BPD の先端は $[-1\cdot120]$ 方向へ約 $40 \mu\text{m}$ 移動しており、ウェハのオフ角が 4° であることからエッチング除去量は約 $2.8 \mu\text{m}$ と推定される。また、BPD の先端は TED を示す比較的小さい白点形状のコントラストに変化している。さらにエピタキシャル成長後においては図 1(c)に示すとおり、白点形状のコントラストはエピタキシャル膜中に引き継がれて維持しており、エピタキシャル膜中への BPD 伝播 ($[11\cdot20]$ 方向への転位の伸展) は見られなかった。また同様に、図 2 は試料②の各処理前後の BPD 同点 X 線トポグラフ像観察例である。図 2(a)-(b)より、丸で示された BPD の先端は Si 蒸気圧エッチング後に $[-1\cdot120]$ 方向へ約 $11 \mu\text{m}$ 移動しており、エッチング除去量は約 $0.8 \mu\text{m}$ と推定される。このとき、試料②においても BPD 先端は Si 蒸気圧エッチング後 (図 2(b)) に TED を示すコントラストへ変化しており、エピタキシャル成長後 (図 2(c)) も維持されていることを確認した。これらの挙動は、試料①②の複数箇所観察されたため、 $2.8 \mu\text{m}$ 及び $0.8 \mu\text{m}$ それぞれの異なるエッチング量条件においても BPD 変換効果が同様に得られることが示された。

以上の結果より、Si 蒸気圧エッチング表面における BPD 先端の TED への変換挙動を放射光による X 線トポグラフィーを用いることによって直接観察することに成功した。Si 蒸気圧エッチング法による SiC ウェハ表面の BPD 変換現象は、その高温プロセスの熱エネルギー $[10\cdot11]$ によってもたらされているものと考えられるが、エッチング反応環境下においても変換効果が得られ、変換された TED が保持されることが明らかになった。今後の展開として、Si 蒸気圧エッチング処理条件と BPD 変換との相関、変換される BPD

の転位構造の解明などがテーマとして挙げられる。

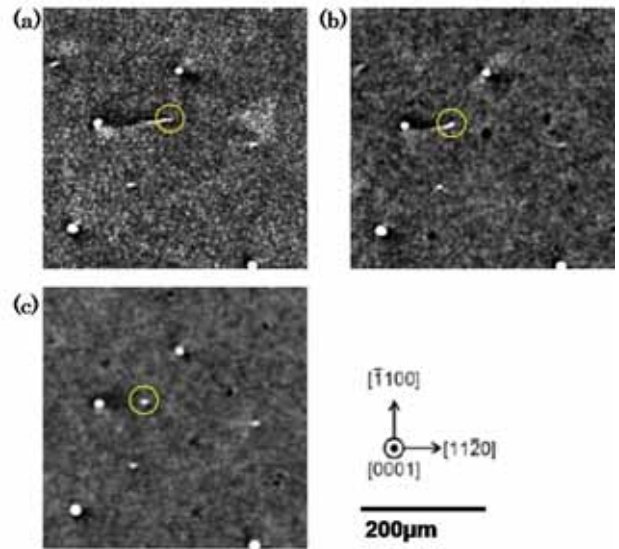


図 1 試料①の BPD 同点 X 線トポグラフ像、(a) CMP、(b) Si 蒸気圧エッチング後、(c) エピタキシャル成長後

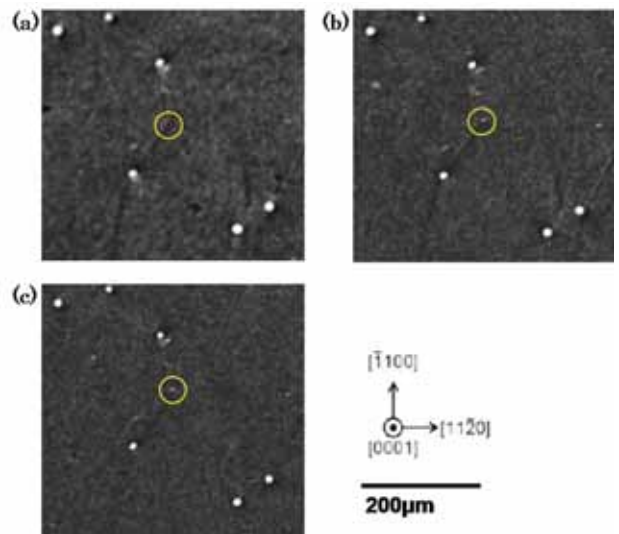


図 2 試料②の BPD 同点 X 線トポグラフ像、(a) CMP、(b) Si 蒸気圧エッチング後、(c) エピタキシャル成長後

4. まとめ

4H-SiC 単結晶基板表面のエピタキシャル成長前の新たな表面処理法として熱化学エッチングである Si 蒸気圧エッチング法に着目し、Si 蒸気圧エッチングがもたらす SiC ウェハ表面の転位変換挙動を放射光による X 線トポグラフィーを用いて観察した。Si 蒸気圧エッチングされた SiC ウェハ表面において BPD 先端部分の TED への変換の観察に成功した。またエピ

タキシャル成長後、変換された TED はエピタキシャル膜中に維持され、BPD の伝播は確認されなかった。放射光による X 線トポグラフィーは、Si 蒸気圧エッチングされた SiC 表面における転位変換の挙動を高分解能かつ非破壊で評価を可能とする有効な手法であることが示された。

謝辞

本実験の X 線トポグラフィー評価にあたり、多大なご指導をいただいた石地耕太朗博士に感謝の意を表します。

参考文献

- [1] H. Lendenmann, et al., "Degradation in SiC Bipolar Devices: Sources and Consequences of Electrically Active Dislocations in SiC", Materials Science Forum, **433-436**, 901-906 (2003).
- [2] S. Ha, et al., "Dislocation conversion in 4H silicon carbide epitaxy", J. Cryst. Growth **244** (3-4) 257-266 (2002).
- [3] K. Konishi et al., "Stacking fault expansion from basal plane dislocations converted into threading edge dislocations in 4H-SiC epilayers under high current stress", J. Appl. Phys. **114**, 014504 (2013).
- [4] S. Hayashi et al., "Relationship between depth of basal-plane dislocations and expanded stacking faults by application of forward current to 4H-SiC p-i-n diodes", Applied Physics Express **12**, 051007 (2019).
- [5] 竹川大輔, 東 剛, 松田一宏, 森田駿佑, 長田淳仁, 大谷 昇, 金子忠昭, 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-12 (2008).
- [6] S. Ushio et al., "Surface Phase Diagram of 4H-SiC {0001} Step-Terrace Structures during Si-Vapor Etching in a TaC Crucible", Materials Science Forum, **717-720**, 573-576 (2012).
- [7] S. Torimi et al., "Improving Mechanical Strength and Surface Uniformity to Prepare High Quality Thinned 4H-SiC Epitaxial Wafer Using Si-Vapor Etching Technology", Materials Science

Forum, **897**, 375-378 (2017).

[8] 須藤悠介, 芦田晃嗣, 鳥見 聡, 坂口卓也, 金子忠昭, 野上 暁, 北畠 真, 先進パワー半導体分科会第 4 回講演会予稿集 IIA-26 (2017).

[9] 須藤悠介, 坂口卓也, 矢吹紀人, 鳥見 聡, 野上 暁, 北畠 真, 金子忠昭, 先進パワー半導体分科会第5回講演会予稿集 IIB-13 (2018).

[10] 土田秀一, 張 旋, 中山浩二, 浅野勝則, 特許 5958949号

[11] N. A. Mahadik et al., "Mitigation of BPD by Pre-Epigrowth High Temperature Substrate Annealing", Materials Science Forum, **858**, 233-236 (2016).