

(様式第5号)

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における転位構造解析

Analysis of dislocation structure in conversion from basal plane dislocations to threading edge dislocations on the single crystal 4H-SiC substrate surface by thermal chemical etching process using X-ray topography

鳥見 聡, 篠原正人

Satoshi Torimi, Masato Shinohara

東洋炭素株式会社

Toyo Tanso Co., Ltd.

- ※1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後2年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より1人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

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、SiC基板表面において基板中の基底面転位（BPD）を貫通刃状転位（TED）へ変換する効果がもたらすPNダイオードの順方向劣化抑制への効果をフォトルミネッセンスならびにX線トポグラフィーを用いて調査した。その結果、基板中のBPDに起因する順方向劣化がSi蒸気圧エッチングされた基板において従来のCMP加工された基板と比較して1/3に抑制されていることを明らかにした。

We have been focused on the completely thermal-chemical etching process; Si-vapor etching technology as a new epi-ready surface process for 4H-SiC single crystal substrate. The effect of the conversion of basal plane dislocations (BPDs) to threading edge dislocations (TEDs) in SiC substrates by Si-VE method on the forward bias degradation of PN diodes was investigated using photoluminescence and synchrotron X-ray topography. As a result, we demonstrated that the forward bias degradation originated from the BPDs in the substrate was suppressed to 1/3 in the Si vapor pressure etched substrate as compared with the conventional CMP processed substrate.

2. 背景と目的

半導体SiCエピタキシャルウェハのエピタキシャル膜中に含まれる基底面転位（BPD）は、バ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]。一般にSiC基板中のBPDは、エピタキシャル成長技術の進展によってそのほとんどがエピ/基板界面で無害な貫通刃状転位（TED）に変換されエピタキシャル膜中へ伝播するBPDを排除可能であるが、高電流密度で通電した場合には少数キャリアが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し基板中のBPDがシングルショックレー型積層欠陥（ISSF）に拡張して順方向劣化を引き起こすことが報告されている[2]。この対策として基板中のBPDの低減が求められるが、インゴット結晶成長時に形成されるBPDそのものの低減は困難である。そこで我々は、SiC基板中のBPD基板表面においてTEDへ変換することが可能な新たな表面処理技術としてSi蒸気圧エッチング[3-4]（以下、Si-VEと記載する）と呼ぶ熱化学エッチング処理に着目している。これまでに課題番号：1809084R、BL番号：BL09の実験において、エピタキシャル成長前にSiC表面へSi-VE処理を施すことによって、SiC基板表面において一部のBPDがTEDへ変換する現象をX線トポグラフィー観察より直接確認することに成功した。本実験では順方向通電ストレスを与えた実際のデバイス（PNダイオード）においてSi-VEによる基板中のBPD-TED変換

効果がもたらす順方向劣化抑制の有効性を検証することを目的として、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た基板中のBPDから拡張する1SSFの観察ならびにBPDのバーガースベクトルの評価を行った。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

同一インゴットから隣接して切断された2枚の4H-SiC (0001) Si面4°オフカット（ $[11\bar{2}0]$ 方向）ウェハをPNダイオード試作に供した。各々のSiCウェハに対してSi-VEによる25 μm エッチング及びCMPによる数 μm 加工をエピタキシャル成長前の仕上げ加工として施した。エピタキシャル成長は、CVD装置でSiC基板表面を約10nmの H_2 エッチングを施した後、 H_2 キャリアガス中で原料ガスとして SiH_4 及び C_3H_8 、ドーパントとして N_2 ガスを用いて膜厚0.5 μm 及びキャリア濃度 $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ のバッファ層、膜厚10 μm 及びキャリア濃度 $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ のドリフト層を成膜させた。 p^+ アノード領域はエピタキシャル膜表面へのAlイオン注入、高温活性化アニールを行い形成した。最後に、Alをアノード電極として p^+ アノード領域上に、Auをカソード電極としてウェハ裏面全面にそれぞれ形成した[5]。順方向通電ストレス条件は、温調により298K（室温）、373K及び423Kで保持のもと、電流密度を50A/cm²、100A/cm²、200A/cm²、300A/cm²、400A/cm²ならびに500A/cm²の条件で行った。順方向通電ストレスによって基板内のBPDから拡張した1SSFを評価及び抽出するために、図3-1に示す工程フローにてフォトルミネッセンス（PL）イメージング及びシンクロトロン放射光によるX線トポグラフィー測定を行った。まず、エピタキシャル成長後にPLイメージング測定（励起波長：313nm、検出波長>750nm）を行い、あらかじめエピタキシャル層中に貫通したBPDの位置を認識する。順方向通電ストレス後、PNダイオードのアノード電極及びカソード電極を剥離し、PLイメージング測定（励起波長：313nm、検出波長425±10nm）ならびに放射光X線トポグラフィー測定（X線波長：0.10~0.15nm、反射配置、測定条件：回折ベクトル $\mathbf{g} = 11\bar{2}8, 02\bar{2}10, \bar{2}2010, 20\bar{2}10$ 、侵入長15~20 μm ）を行い、拡張した1SSFならびに基板中BPDの観察を行った。以上の測定を同点観察比較することによって、基板内のBPDに由来する1SSF拡張位置を特定しBPDのバーガースベクトルの評価を行った。

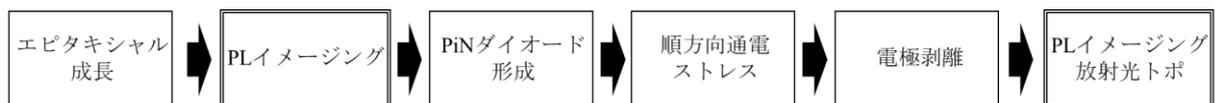


図3-1. 順方向通電ストレスによる基板中のBPDに起因するバイポーラ劣化評価の工程フロー図

4. 実験結果と考察

図4-1は、CMP加工ウェハより作製されたPNダイオードにおいて298Kのもと500A/cm²で1minの順方向通電ストレスによる基板内BPDからの1SSF拡張挙動を観察した放射光X線トポグラフィー測定例である。測定に用いた3方向の回折： $\mathbf{g} = 02\bar{2}10, \bar{2}2010, 20\bar{2}10$ はBPDのバーガースベクトル $\mathbf{b} = \pm \frac{1}{3} [11\bar{2}0], \pm \frac{1}{3} [\bar{2}110], \pm \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$ のいずれかと直交する条件であり、転位の消滅則 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ を \mathbf{b} が満たすとき転位のコントラストは観察されない。図4-1において(a)の回折条件： $\mathbf{g} = 02\bar{2}10$ のみ基板内BPDのコントラストが消滅していることから、BPDのバーガースベクトルは $\mathbf{b} = \pm \frac{1}{3} [\bar{2}110]$ と決定できる。以上の評価方法により、基板中のBPDが1SSFへ拡張する順方向通電ストレス条件ならびに1SSF拡張の起点となったBPDのバーガースベクトル \mathbf{b} を調査した。表4-1及び4-2に、CMP加工ならびにSi-VE処理ウェハで作製したPNダイオードにおける基板内BPDを起因の1SSF拡張が発生した通電ストレス条件と基板内BPDのバーガースベクトル \mathbf{b} をそれぞれ示す。また、表4-1及び4-2の結果より順方向通電ストレスによる基板内BPDの1SSFへの拡張数を温度ならびに電流密度の条件ごとに整理してヒストグラム化したものを図4-2に示す。全体的な傾向としてCMP加工ならびにSi-VE処理ともに、拡張した1SSFの起点となったBPDの \mathbf{b} の成分に関しては明確な温度ならびに電流密度の依存性は見られないが、温度の上昇とともに基板内BPDが1SSFへ拡張する電流密度が低下していることがわかる。また、基板内BPDの1SSFへの拡張数の割合はCMP加工ウェハと比較してSi-VE処理ウェハのほうが1/3であった。これはSi-VE処理による基板内BPDのTED変換効果によって1SSFへの拡張が抑制されたものと推察する。一方で、図4-2(b)のSi-VE処理ウェハにおいて1SSFへ拡張したストレス条件はCMP加工ウェハのものと同等の温度ならびに電流密度条件であり、Si-VE処理によってTEDに変換しなかった基板内BPDによるものであると考えられる。Si-VE処理による深さ80nm以上の基板内BPDのTED変換効率は約69%であるとの報告[6]からも、1SSFへの拡張数の減少量は変換効率と概ね一致し良い相関を示していると考えられる。

(謝辞) SiC PN ダイオードの作製および特性評価に関しまして多大なるご支援を頂いた国立研究法人産業技術総合研究所先進パワーエレクトロニクス研究センター 先崎純寿氏に深く感謝する。

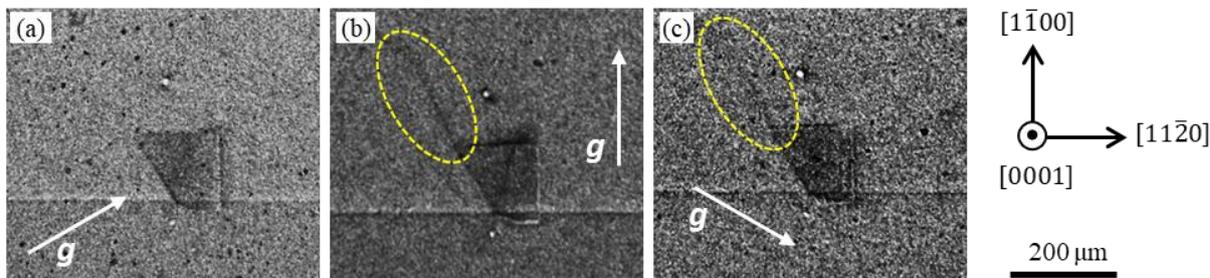


図 4-1. 放射光 X 線トポグラフィー測定による CMP 加工ウェハより作製された PN ダイオードの基板内の BPD からの 1SSF 拡張挙動の観察例。矢印は回折ベクトルの向き、破線は基板内 BPD を示す。(a) 回折条件： $g = 02\bar{2}10$ 、(b) 回折条件： $g = \bar{2}2010$ 、(c) 回折条件： $g = 20\bar{2}10$ 。

表 4-1. CMP 加工ウェハで作製した PN ダイオードにおける基板内 BPD 起因の順方向通電ストレス条件と基板内 BPD のバーガースベクトル b

Temp. [K]	Current density [A/cm ²]	Burgers vector of BPD
298	400	$\pm \frac{1}{3} [11\bar{2}0]$
298	500	$\pm \frac{1}{3} [\bar{2}110]$
298	500	$\pm \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$
298	500	$\pm \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$
373	200	$\pm \frac{1}{3} [\bar{2}110]$
373	400	$\pm \frac{1}{3} [11\bar{2}0]$
373	400	$\pm \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$
423	300	$\pm \frac{1}{3} [\bar{2}110]$
423	400	$\pm \frac{1}{3} [\bar{2}110]$

表 4-2. Si-VE 処理ウェハで作製した PN ダイオードにおける基板内 BPD 起因の順方向通電ストレス条件と基板内 BPD のバーガースベクトル b

Temp. [K]	Current density [A/cm ²]	Burgers vector of BPD
298	400	$\pm \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$
298	400	$\pm \frac{1}{3} [\bar{2}110]$
423	300	$\pm \frac{1}{3} [1\bar{2}10]$

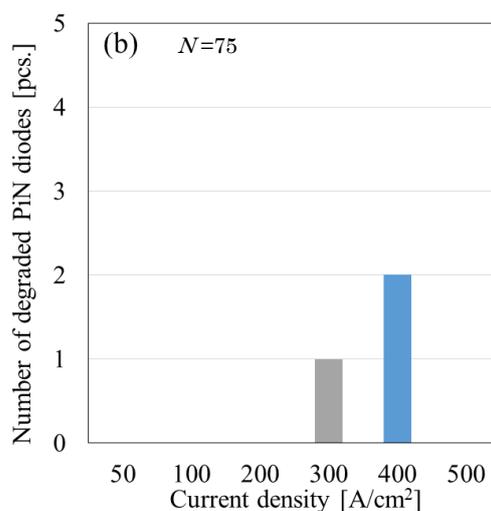
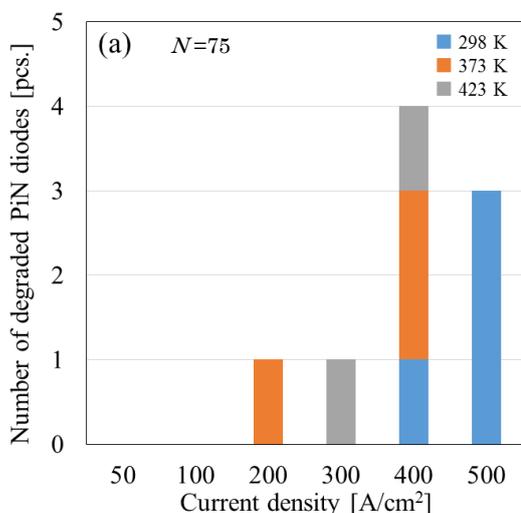


図 4-2. 順方向通電ストレスによる基板内 BPD の 1SSF への拡張数のヒストグラム。(a) CMP 加工ウェハ、(b) Si-VE 処理ウェハ

5. 今後の課題

前回の実験結果ならびに今回の実験を通して Si-VE 処理による SiC 基板中の BPD から TED への変換現象、およびその変換効果による PN ダイオードでの順方向劣化抑制効果を確認することができた。今後の Si-VE 法の実用化に向けたさらなる課題として、基板表面での BPD から TED への変換における転位構造を理解し、その変換効率を高める必要がある。そのため、BPD の転位構造の変換依存性、Si-VE のプロセス条件依存性と関連付けて転位変換機構を明らかにすることが今後の課題である。

6. 参考文献

- [1] H. Lendenmann et. al., Mater. Sci. Forum, Vols. 433-436, pp 901-906 (2003)
- [2] S. Hayashi et al., Jpn. J. Appl. Phys. 57 04FR07 (2018)
- [3] S. Torimi et al., Mater. Sci. Forum, Vols. 673, pp 778-780 (2014)
- [4] S. Torimi et al., Mater. Sci. Forum, Vols. 897, pp 375-378 (2017)
- [5] S. Torimi et al., Mater. Sci. Forum, Vols. 924, pp 349-352 (2018)
- [6] Y. Sudoh et al., Ext. Abst. of ICSCRM2019, Th-1B-04

7. 論文発表・特許 (注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果) 該当なし

8. キーワード (注：試料及び実験方法を特定する用語を 2～3) SiC、X 線トポグラフ、基底面転位、貫通刃状転位

9. 研究成果公開について (注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください。提出期限は利用年度終了後2年以内です。例えば2018年度実施課題であれば、2020年度末(2021年3月31日)となります。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文(査読付)発表の報告

(報告時期： 2020年 2月)