

溶液法による高品質4H-SiC単結晶ウエハの開発

Development of High Quality 4H-SiC Single Crystal Wafers Grown by Solution Growth Technique

楠 一彦*	関 和明	岸田 豊	森口 晃治
Kazuhiro KUSUNOKI	Kazuaki SEKI	Yutaka KISHIDA	Koji MORIGUCHI
海藤 宏志	岡田 信宏	亀井 一人	
Hiroshi KAIDO	Nobuhiro OKADA	Kazuhiro KAMEI	

抄 録

炭化珪素 (SiC) は、既存の Si 半導体に比べて低電力損失のパワーデバイスが作製できるため、大幅な省エネルギー効果が見込め CO₂ 削減への寄与が期待される次世代半導体材料である。ただ SiC は単結晶成長が難しく、パワーデバイスの本格的な実用化の阻害要因の一つとなっている。新規成長法として開発した溶液法 SiC 単結晶成長技術を紹介した。特に、長年、溶液法特有の技術課題であった溶媒インクルージョン生成抑制に成功した。パワーデバイス向けに 2 インチ径 4 度オフ 4H-SiC ウエハ試作と転位欠陥評価を行い、溶液法結晶の品質優位性を示した。

Abstract

Silicon carbide (SiC) has a potential applicable to power devices with significantly lower power losses compared to conventional Si devices, since it is garnering increased expectation as a next-generation semiconductor for realizing considerable energy-saving and CO₂ reduction. However, it is difficult to grow a perfect single crystal; this has long been one of the main reasons hindering real SiC power device application. This paper introduces our newly developed SiC solution growth technology. In particular, we have succeeded in suppressing solvent inclusions, which have been a serious technological problem peculiar to the solution growth method. Then we have fabricated 2 inch diameter 4° off-axis 4H-SiC wafers and performed their crystal defects evaluation. As a result, superior quality of our solution-grown crystal was confirmed.

1. 緒 言

炭化珪素 (SiC) は次世代パワーデバイス半導体の本命として位置づけられ、本格的な実用に向けた開発が材料およびデバイスの両面から進められている。現在のパワーデバイス半導体材料であるシリコン (Si) に比べると、SiC はその優れた物性に起因して超低電力損失デバイスが作製可能であり、地球温暖化の原因とされる温室効果ガス CO₂ 削減に大きく寄与できる。SiC パワーデバイスが元来の性能を発揮し、かつ安価に製造され社会に広く普及されるには高品質かつ大口径な SiC 単結晶ウエハが求められている。今日、SiC 単結晶製造方法としては、ウエハの大口径化、電気特性制御、結晶欠陥制御に関する技術的な実績、さらには生産性の観点より昇華再結晶法が主流となっている¹⁾。同製法では、口径 150mm (6 インチ径) サイズのウエハが新日鉄住金(株)においても既に開発されている²⁾。最近で

は、口径 200mm (8 インチ径) ウエハ試作の発表が米国メーカーからなされるようになった³⁾。

SiC 単結晶中に存在する数千から 1 万個/cm² 程度存在する転位欠陥も、同製法により、その低減に向けた結晶成長プロセスの改良、最適化が精力的に進められている^{4,5)}。一方で、結晶口径の大型化に伴って結晶品質が一般に劣化する傾向があり、必ずしも高品位を伴った大型化が達成されてきたわけではない。そのような背景から、SiC 単結晶の超高品質化や革新的な生産性向上への期待より昇華再結晶法以外の製造方法の開発も進められている^{6,7)}。その一つに溶液法がある。溶液法は、熱力学的な平衡状態に近い成長法であり、結晶欠陥密度の著しく低い結晶の育成が期待できる。このため、昇華再結晶法と相補的役割をなす結晶成長法への発展の可能性から注目され、特に日本を中心に研究開発が行われている。本稿では、新日鉄住金の溶液法 SiC 単結晶成長技術について概観するとともに最近の研

* 先端技術研究所 新材料・界面研究部 主幹研究員 博士(工学) 千葉県富津市新富 20-1 〒 293-8511

究の進展を紹介する。

2. 溶液法によるSiC単結晶成長

本章では、新日鐵住金の溶液法 SiC 単結晶成長の基本技術を紹介する。はじめに SiC 結晶成長に適した溶液の選定について述べた後、バルク結晶成長技術および伝導制御技術の実際について概説する。

2.1 溶液の選定

SiC は、常圧では固体と化学組成が一致した融液が存在しないことから、Si、GaAs (ガリウム砒素) 半導体や酸化物単結晶材料のように凝固による融液成長 (melt growth) は原理的に不可能である。しかし、SiC を金属溶媒に溶解させ、過飽和を駆動力とした溶液成長 (solution growth) は可能である。溶液法による結晶成長では、状態図による液相線 (溶解度曲線) を利用する。SiC の溶液成長で、最も一般的な溶媒は、Si である。図 1 に、Si-C 二元系状態図⁸⁾を示す。しかし、Si 融液への炭素溶解量は、1800°C においても、1at% 以下と小さいため SiC の成長速度は一般に 10 μ m/h 以下と極めて遅い。このため、Si 溶媒からの SiC 結晶成長は、1960 年から 1970 年にかけて薄膜結晶の成長手法として基礎研究がなされていたが、バルク単結晶を得る手法としては発展することはなかった。

そこで最近では、溶液中の炭素溶解度を増加させるために Si と遷移金属の様々な合金系溶媒がバルク結晶成長用として提案されている⁹⁻¹¹⁾。SiC 結晶成長に適した多元系の溶媒を選定するには、溶媒を構成する元素の種類と組成をうまく選択して、SiC 化合物と平衡となる液相を調整しなければならない。不適切な組成の液相では、遷移金属の炭化物や黒鉛が析出するので、SiC 結晶を成長させることができない。筆者らは、多くの溶媒候補の中から、高温下で

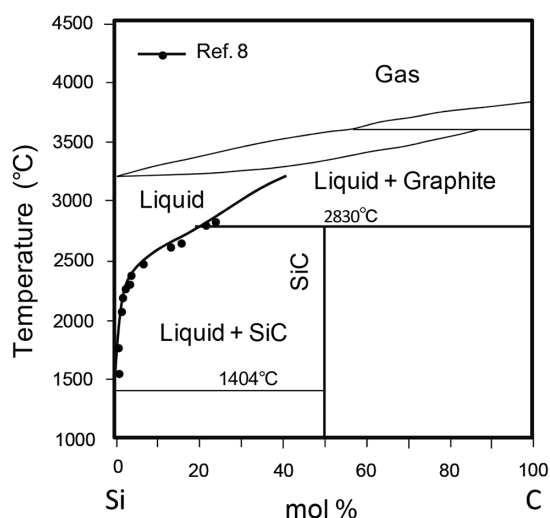


図 1 Si-C 二元系状態図⁸⁾

Calculated Si-C binary phase diagram together with experimental liquidus compositions⁸⁾

の取り扱いの容易さ、高純度品の入手しやすさ、資源としての豊富さ、SiC 結晶中への混入の少なさ等を考慮して、Si-Ti 系および Si-Cr 系溶媒を選定するに至った。これらの溶媒を用いると、成長速度は、数百 μ m/h から最大で 2mm/h に達する¹²⁾。現在、パワーデバイスに好適な 4H-SiC バルク単結晶の成長技術の開発を、後述する TSSG (Top-Seeded Solution Growth) 法により取り組んでいる。

2.2 バルク単結晶成長

2.2.1 溶液成長の構成

図 2 に TSSG 法による SiC 溶液成長の構成を示す。黒鉛るつぼに、Si-Ti あるいは Si-Cr 系合金の溶媒原料を入れて、ヘリウム大気圧雰囲気下で高周波誘導加熱により融解させる。Si は溶媒から、炭素は黒鉛るつぼ内壁の溶解により溶液に供給される。4H-SiC 種結晶は、黒鉛製の軸 (結晶保持軸) の先端に取り付け、この軸を降下させて溶液の表面に接触させる。るつぼと結晶保持軸は必要に応じて回転させる。種結晶近傍が低温領域となるように溶液の縦方向に温度差を形成する。るつぼ底部の高温溶液中に含まれる炭素が流動によって種結晶近傍に運ばれてくると、種結晶上で過飽和状態となり SiC が成長する。結晶成長温度は、約 1800°C ~ 2100°C である。

加熱は、一般に抵抗加熱あるいは高周波誘導加熱方式により行われる。高周波誘導加熱の場合、電磁力により溶液に流動を付加することができることから新日鐵住金では、高周波誘導加熱を採用している。この強制流動は、るつぼ内壁で溶解した炭素を成長界面へ効率的に輸送するので、速い成長速度を確保するために重要な役割を果たしている¹³⁾。筆者らの研究グループでは、これまで口径 2 ~ 4 インチの SiC 溶液成長に取り組んでいる。図 3 に良質なバルク結晶育成を妨げてきた溶液成長の主要な技術課題を模式的に示す。それらには、自然核発生による多結晶 (雑晶) 生成や結晶内に溶媒がマクロに取り込まれる溶媒インクルージョン欠陥の生成がある。

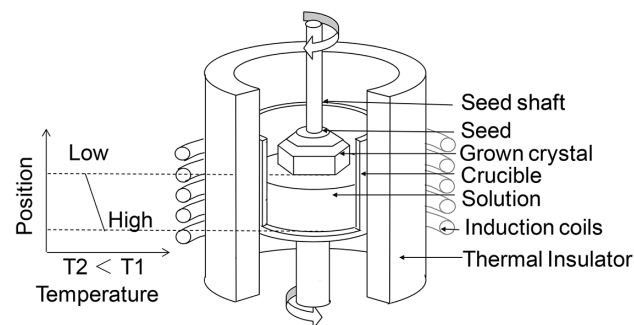


図 2 TSSG 法による SiC 単結晶成長の構成図

Schematic representation of the TSSG set-up
Graphite crucible which acts both as a container for the solvent and as a carbon source is directly heated by induction.

Major technical problems for the TSSG of SiC

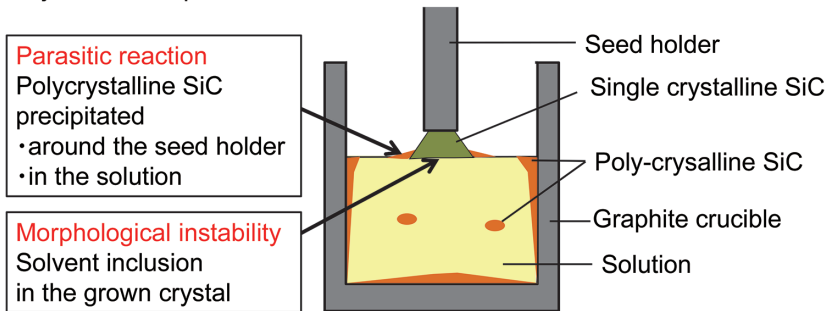


図3 TSSG法によるSiC単結晶成長の主要技術課題
Schematic illustration of the major technical problems for the SiC solution growth

2.2.2 雑晶の生成抑制

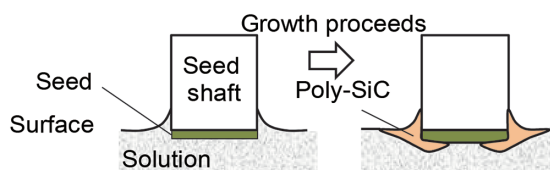
一定の融点を示す液相からの成長である融液成長法とは異なり、溶液法では溶液内の温度分布によっては、広域な温度で結晶成長が進行する。TSSG法によるSiC結晶成長では、種結晶周辺以外において低温領域が存在すると、自然核発生により雑晶が生成する。雑晶は、単結晶成長を阻害するので問題となる。雑晶の生成箇所は、大きく分けると、図3に示すように結晶保持軸周辺、溶液内および黒鉛のつば内壁である。以下に、筆者らが雑晶生成を抑制するために実施した研究事例を紹介する。

従来、溶液成長を開始する際、種結晶は、図4(a)に示すように、溶液内部に浸漬させていた。しかし、この方法では、黒鉛製の結晶保持軸先端の一部が、溶液と接触するので、黒鉛表面でSiCの核生成が起り、雑晶が生成する。この雑晶は、やがて種結晶周辺へ到達し単結晶成長の継続が困難となる。そこで筆者らの研究グループでは、結晶保持軸周辺の雑晶生成を抑制するために、メニスカス形成法を提案した¹⁴⁾。この方法は、図4(b)に示すように種結晶を溶液表面に接触させた後、0.2mm~1.0mm程度上方に引き上げてメニスカスを形成させて結晶成長を開始する手法である。この時の引き上げ高さを、メニスカス高さと呼ぶ。メニスカス形成法では、結晶保持軸が溶液と接触することがないので、軸周辺での雑結晶の生成を完全に抑制できる。

一方、黒鉛のつば内壁や溶液内部で生成する雑晶は、溶液中を浮遊し成長界面に付着し単結晶成長を阻害する。これらの雑晶を抑制するには、結晶成長炉内のホットゾーンを構成する断熱材構造を最適化し、溶液内の温度を均熱化することが有効である。図5にはホットゾーン構造を最適化した後の溶液内部の温度分布と鉛直成分の流速ベクトル分布のシミュレーション結果(溶液内部のみ表示)を示す。種結晶近傍まで均熱化してしまうと結晶成長の駆動力である過飽和度が低下し成長速度が減少する。このため、結晶保持軸を通じて種結晶背面から抜熱を行い、単結晶成長は促進させている。

一方、単結晶成長領域を除く溶液内の温度差は、約4℃以内である。このように溶液内の均熱化を進めることで溶

(a) Conventional growth configuration



(b) Meniscus formation technique

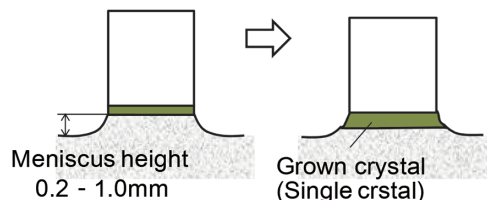


図4 溶液成長開始時の種結晶位置
(a) 従来法 (b) メニスカス形成法

Schematic illustrations of the configurations of the seed in the case of (a) conventional growth method, and (b) meniscus formation technique

Seed crystal is dipped into the solution in the conventional growth method. On the other hand, the seed is contacted with solution surface and then pulled instantly upward from the surface.

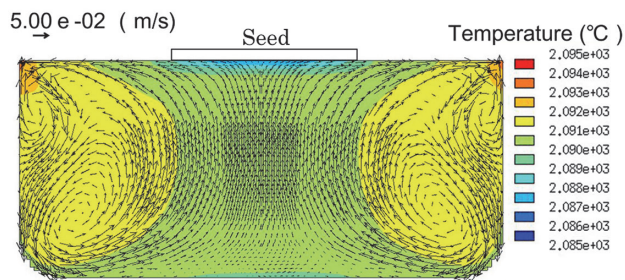


図5 溶液温度および流速分布のシミュレーション結果 (ホットゾーンを構成する断熱材構造を最適化後)

Simulation of the temperature and fluid flow distribution in the solution after optimization of the thermal insulation structure

Length and direction of arrow indicate the flow rate and direction, respectively.

液内や黒鉛のつば内壁に生成する雑晶を大幅に減少させることができ、その結果、現在では、100時間近い長時間成

長を行うことが可能となった¹⁵⁾。本節で述べたように、SiCの溶液成長では、炉内温度分布の精密な制御が重要となるが、今日、温度条件の最適化にはシミュレーション技術が重要な役割を果たしている。

2.2.3 溶媒インクルージョン抑制

SiC 溶液成長では、成長厚みが増すにつれて結晶表面が荒れやすく、この現象は、表面モフォロジーの不安定性と呼ばれている¹⁶⁾。表面荒れが生じ、数百マイクロン～ミリメートル程度の段差の凹凸が形成されると、この微小な凹部に溶媒が取り残されながら結晶成長が進むので、溶媒インクルージョン (solvent inclusion) と呼ばれるマクロ欠陥が生成される。溶媒インクルージョンを含んだ SiC 結晶は、パワーデバイス用途としては不適となる。溶媒インクルージョン生成を抑制するには、成長表面の平坦性を長時間にわたり維持しながら成長させることが重要となる。

結晶表面の荒れは、写真1に示すように、結晶表面のステップが、結晶成長中にマクロに束化 (バンチング) したり、蛇行したりすることがきっかけとなる。溶液法でバルク成長を行う場合、種結晶に (000-1) ジャスト基板が用いられるのは、ステップ密度を低減させてバンチングを進行させるにくくするためである。しかし、これまでマクロなステップバンチングを完全に抑制することは難しく、溶媒インクルージョンを含有しない長尺結晶を得ることは困難であった。最近、筆者らは数多いプロセス因子の中から、成長界面形状の制御や過飽和度の経時変化抑制が表面モフォロジーの安定化に極めて有効であることを明らかにした。その結果、溶媒インクルージョンを含まないバルク結晶の育成に成功した。この研究事例を以下に紹介する。

筆者の研究グループは、溶液成長中の成長界面の形状を凹面形状とする新しい成長方法を提案した¹⁷⁾。一般に、溶液法では、ステップ前進方向に対して、溶液流れを対向させた方が、同一方向とした場合に比べてバンチングが抑制

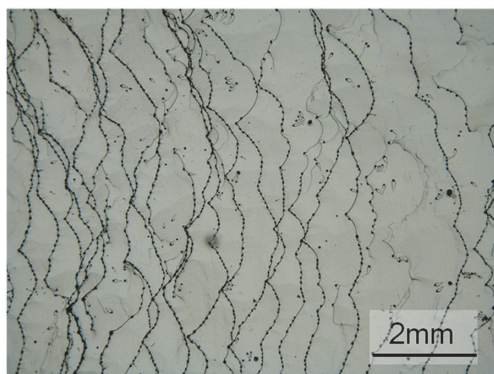


写真1 溶液法 SiC 結晶の表面モフォロジー (光学顕微鏡写真)
Photograph of the typical surface morphology of SiC grown by conventional solution growth method
Step-bunching and wandering are frequently observed in the long-term growth.

されることが知られている^{18,19)}。対向流の場合、ステップ前方の溶質濃度勾配が大きくなり、ステップ前進がスムーズに進行するためと考えられている。高周波誘導加熱を採用する新日鐵住金の結晶成長では、ローレンツ力による攪拌で、図5に示すように溶液中心には上昇流が形成されている²⁰⁾。したがって、界面形状を凹面形状とすると、ステップ前進方向に対して、溶液流れを対向させることができる。

この結果、界面形状を凸面形状とした場合に比べて表面荒れを格段に抑制することが可能となった。さらに、界面形状を凹面形状としたメニスカス形成法では、長時間にわたる成長の間、メニスカス高さを適正な範囲に維持し続けると、表面平坦性に優れたバルク結晶が得られることが明らかになった。図6に、メニスカス高さを変えた際の成長界面近傍の過飽和度分布のシミュレーション結果を示す¹⁵⁾。

メニスカス高さが高くなる程、成長界面の過飽和度が増加していることが分かる。実際の結晶成長では成長が進むにつれて、るつぼ内壁の溶解や溶液蒸発によって液面が低下する。その結果、長時間成長では、結晶保持軸を静置したままにすると、メニスカス高さは初期条件から変動する。特に、メニスカス高さが成長中に高くなるように経時変化し、過飽和度が大きくなる場合、成長界面から、溶液側に向けて固相安定領域が広がることになるので3次元成長に移行しやすくなる。過飽和度の変動は、表面形態の不安定化の原因と考えられる。

そこで筆者らは、結晶保持軸を上下方向に、精密に駆動させて常にメニスカス高さを適正な範囲に維持させながら長時間成長を実施した。その結果、今日では、写真2に示すように、Si-Cr 溶媒系を用いた 4H-SiC の溶液成長 (成長温度は 2080°C) において溶媒インクルージョンを含まない 5mm 以上の成長厚みの 2 インチ径バルク結晶の成長に成功した。本節で述べた溶媒インクルージョン抑制技術は 2 インチ径より大きな口径の溶液成長に適用可能である。

2.3 溶液法 SiC 単結晶の電気特性制御

パワーデバイス用途の SiC 単結晶では、デバイスの抵抗

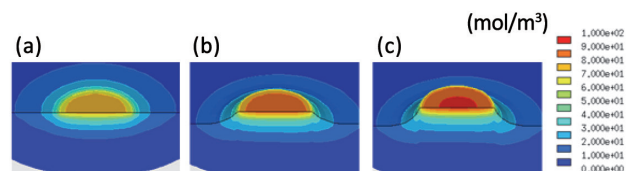


図6 成長界面近傍における過飽和炭素濃度のシミュレーション結果

(a) メニスカス高さ 0mm (b) メニスカス高さ 2mm
(c) メニスカス高さ 3mm

Calculated 3 dimensional distribution of supersaturated carbon concentration near the seed/solution interface
(a) Meniscus height is 0mm, (b) Meniscus height is 2mm, (c) Meniscus height is 3mm

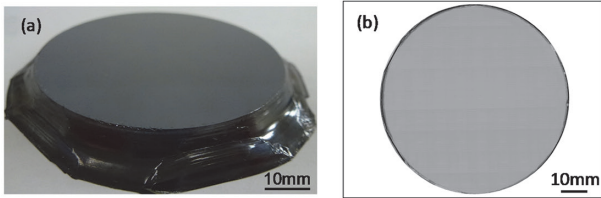


写真 2 (a) 溶液法で育成した 4H-SiC インゴット (b) 溶液法インゴットの透過 X 線観察像
凝固した溶媒金属に起因する濃いスポットはインゴット全域にわたり見られず溶媒インクルージョンフリーであることを示す。

(a) Photograph of the 4H-SiC ingot grown by solution growth technique. (b) Transmission X-ray image of the ingot. No dark spot ascribed to solidified metal solvent is observed for the whole volume, indicating the solvent inclusion free.

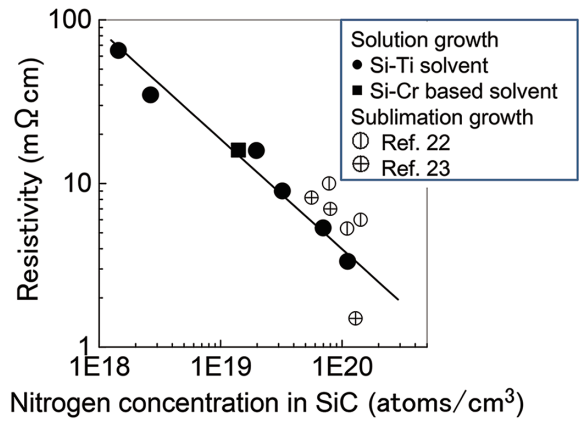


図 7 4H-SiC 結晶中の窒素ドーパ量と比抵抗値との関係
Relationship between nitrogen concentration and resistivity in 4H-SiC grown from Si-Ti and Si-Cr based solvent

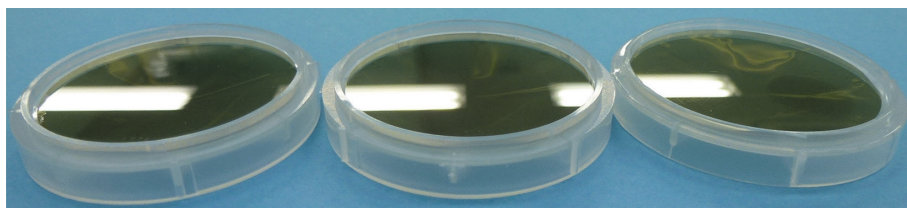


写真 3 溶液法で作製した 2 インチ径 4° オフ 4H-SiC ウエハ
Photograph of 2 inch diameter 4° off-axis 4H-SiC wafers grown by solution growth technique

成分を付加させないために低抵抗結晶に電気伝導特性を制御する必要がある。n 型の結晶では、窒素元素をドナーとしたドーピングが検討されている。筆者らは、溶液法において雰囲気ガス（大気圧ヘリウム）中に窒素を微量添加させることで、Si-Ti 溶媒および Si-Cr 溶媒のいずれを用いても SiC 結晶への窒素ドーパが可能であることを明らかにした。窒素は、雰囲気から溶液中へ、Sievert 則に従って窒素分圧の平方根に比例して溶解し、その後、成長界面に輸送され結晶に取り込まれていくと考えられている²¹⁾。

図 7 に、溶液法で育成した結晶中の窒素量と比抵抗との関係を昇華再結晶法の先行文献^{22,23)}と比較して示す。溶液法結晶の窒素ドーパ量と比抵抗値との関係は、昇華再結晶法のものとはほぼ同じ傾向である。この結果は、結晶内の不純物による電荷補償が、両製法ともに同程度であることを示している。現在までに、溶液法では、昇華再結晶法の市販ウエハ同等の抵抗率（15～20mΩcm）の n 型結晶の育成に成功している。

2.4 溶液法 SiC 単結晶ウエハの転位欠陥評価

昇華再結晶法で作製された市販ウエハには、様々な転位欠陥が存在している。転位欠陥は、その伸展方向により大きく 2 種類に分けられる。成長方向である c 軸方向と垂直な基底面内に存在する基底面転位と、c 軸方向に伸びる貫通転位である。貫通転位はさらにらせん転位と刃状転位に分類される。パワーデバイスの動作および長期信頼性向上のためには、これらの転位欠陥の低減が強く望まれている。

溶液法において、溶媒インクルージョンを含まない 4H-SiC 単結晶インゴットが作製できるようになったことから、新日鐵住金では、ウエハ化を進めている。写真 3 に、溶液法 2 インチ径 4 度オフ 4H-SiC ウエハの一例を示す。このウエハの比抵抗を渦電流法で測定したところ、ウエハ全面にわたって 16～18mΩcm であった。また、SIMS（Secondary Ion Mass Spectroscopy）分析から、結晶中には $1.2 \sim 1.4 \times 10^{19}$ (atoms/cm³) の窒素が含有されており、窒素ドナーの低抵抗ウエハであることが確認された²⁴⁾。本章では、溶液法ウエハの品質を紹介する。

まず、種結晶から溶液法で育成した結晶（以後、溶液成長結晶と記述する）への転位欠陥の伝播挙動を明らかにすることを目的として、溶液成長結晶の転位欠陥密度を種結晶と比較した。種結晶には昇華再結晶法で作製された結晶を用いた。評価サンプルは、図 8 に示すように種結晶の (000-1) ジャスト面上に溶液成長を行った後、4 度傾斜させてスライスおよび研磨を施し、ウエハ内に種結晶と溶液成長結晶の界面が含まれるよう調整した。このサンプルを溶融 KOH エッチング（500℃、2 分）し、出現するエッチピットの形状と数から転位の種類と密度を求めた。

2.4.1 基底面転位

図 9 に種結晶から溶液成長結晶への基底面転位密度の変化を示す。種結晶には、1 平方センチメートル当たり数百個の基底面転位が存在するが、溶液成長結晶には、基底面転位は全く見当たらない。この結果は、種結晶の (000-1)

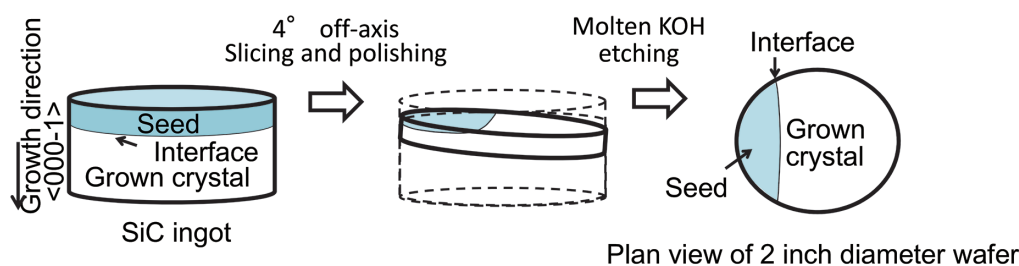


図8 溶融 KOH エッチングによる種結晶と溶液成長結晶の転位密度評価方法

Procedure of molten KOH etch pit observation on the tilt angle polished surface exposing both the seed and solution grown crystal

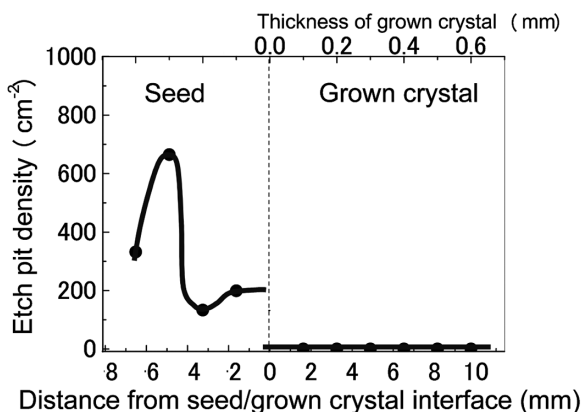


図9 種結晶／成長結晶界面からの距離と基底面転位密度との関係 (溶液成長の厚みに換算して上軸に記載)

Relationship between the distance from the interface and basal plane dislocation density (Upper x-axis denotes the conversion value of the grown thickness.)

ジャスト面上に溶液成長を行ったことから種結晶に含まれる基底面転位が溶液成長結晶へ伝播していないことを示すと同時に、溶液成長では基底面転位が新たに発生しないことを示している。溶液成長結晶で、基底面転位が存在しないことは、放射光トポグラフィによる転位欠陥の観察からも確認されている²⁵⁾。この事実は、溶液法が昇華再結晶法に比べて低温のプロセスであることの反映であると考えられる。熱応力の観点では、高温プロセスよりも低温プロセスの方が結晶成長界面の温度勾配が小さい環境となるため、転位の発生や増殖の可能性が小さい。また、成長に伴うエネルギー変化(潜熱)の観点からも、気相成長よりも溶液成長の方が潜熱が小さいため、成長界面のマイクロ形状は安定であり、転位の発生可能性が低いと考えられる。

SiC パワーデバイスでは、デバイスを作製する良質なエピタキシャル膜を CVD 法で成長させるために、ウエハに4度～8度のオフ角を設ける。エピタキシャル膜の成膜中に、ウエハに存在する基底面転位は、その大半が同じバースペクトルを持つ貫通刃状転位に構造変換し、デバイス特性劣化に対して無害化されることが知られている²⁶⁾。しかし、ウエハの基底面転位の一部が、エピタキシャル膜へそのまま伝播されると、pn 接合を含むデバイスにおいて順方

向動作時に積層欠陥を生成し特性劣化をもたらす²⁷⁾。当初、この特性劣化はバイポーラーデバイス特有の問題とされていたが、近年のデバイス構造の進化に伴って、ユニポーラーデバイスでも同様の問題が顕在化している。このように基底面転位はデバイス特性を劣化させる、いわゆるデバイスキラー欠陥である。溶液法で育成した SiC 単結晶は、基底面転位が、ほぼ皆無であることから、高性能パワーデバイスを作製する上で有効である。

2.4.2 貫通転位 (らせん転位, 刃状転位)

種結晶から溶液成長結晶への貫通らせん転位密度の変化を調べた結果、種結晶には、1 平方センチメートル当たり数百個の貫通らせん転位が存在するが、溶液成長結晶では、100 個以下まで低減していることが分かった。SiC 溶液成長では、オフ角を導入した種結晶上の成長において、らせん転位が基底面内の積層欠陥に高効率で構造変換することが報告されている²⁸⁾。この構造変換は、溶液成長中に横方向に進展するマクロステップ(ステップ高さ > 100nm)と貫通らせん転位との相互作用により進行すると考えられている。一方、新日鐵住金の溶液成長技術では、表面モフォロジーの安定化を図り、マクロステップ形成を抑制した成長である。それにも拘らず、らせん転位の変換効率は比較的高い。

最近、らせん転位の構造変換には、ステップ高さとともにステップエッジの形状が影響する報告²⁹⁾もなされており、今後、新日鐵住金の溶液法バルク結晶成長における、らせん転位の低減機構を明らかにしていきたい。ところで、貫通らせん転位は、高電圧を印加する縦型パワーデバイスにおいてリーク電流の原因となり、耐圧特性が著しく低下すると言われている³⁰⁾。溶液法では、デバイスキラー欠陥である貫通らせん転位の低減も可能である。

最後に、種結晶および溶液成長結晶の貫通刃状転位密度を求めた。その結果、種結晶および溶液成長結晶ともに、1 平方センチメートル当たり数千個の貫通刃状転位が存在しており、溶液成長中において大きな増減現象は見られないことが分かった。現在のところ、貫通刃状転位は、パワーデバイス特性への影響は小さいと考えられているが、SiC が Si のように無転位単結晶となり、信頼性に優れたデバイ

ス材料になるには、将来的には刃状転位の低減も必要となるだろう。

3. 結 言

溶液法による SiC 単結晶成長の新日鐵住金における最近の技術的な進展を紹介した。溶液法特有の様々な技術課題を克服し、漸くパワーデバイス向けのウエハ作製が可能となってきた。工業的にみると、昇華再結晶法など気相成長に比べてウエハ口径も小さく、実用化が遅れているが、溶液法で成長した SiC 結晶は、デバイスキラー欠陥である基底面転位や貫通らせん転位の少ない高品質な結晶であり、さらに他の製法に比べると成長温度が低く、常圧下での成長であることから成長コストの低減も期待できる。SiC パワーデバイス高性能化、高信頼性化のネックとなっている低コストかつ低転位欠陥結晶の製造方法として、溶液法は昇華再結晶法と相補的役割をなして発展することが期待される。新日鐵住金における溶液法 SiC の研究開発が、高品質 SiC 単結晶ウエハの市場形成に貢献できれば幸甚である。

謝 辞

本技術論文は、トヨタ自動車(株)東富士研究所との共同研究の成果を含んでおり、関係者各位に深く感謝いたします。

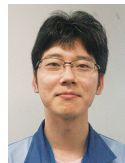
参考文献

- 1) Tarirov, Yu. M., Tsvetkov, V. F.: J. Cryst. Growth. 43, 209-212 (1978)
- 2) Press release (2011/12/06) "First Successful Development in Japan of Six-inch Diameter Silicon Carbide Single Crystal Wafer, by Nippon Steel" http://www.nssmc.com/en/news/old_nsc/detail/index.html?rec_id=4177
- 3) Powell, A. R., Sumakeris, J. J., Khlebnikov, Y., Paisley, M., Leonard, R. T., Deyneka, E., Gangwal, S., Ambati, J., Tsevtkov, V., Seaman, J., McClure, A., Horton, C., Kramarenko, O., Sakhalkar, V., O'Loughlin, M., Burk, A. A., Guo, J. Q., Dudley, M., Balkas, E.: Mater. Sci. Forum. 858, 5-10 (2016)
- 4) Tsuge, H., Ushio, S., Sato, S., Katsuno, M., Fujimoto, T., Yano, T.: Mater. Sci. Forum. 740-742, 7-10 (2013)
- 5) Kondo, H., Takaba, H., Yamada, M., Urakami, Y., Okamoto, T., Kobayashi, M., Masuda, T., Gunjishima, I., Shigeto, K., Ooya, N., Sugiyama, N., Matsuse, A., Kozawa, T., Sato, T., Hirose, F., Yamauchi, S., Onda, S.: Mater. Sci. Forum. 778-780, 17-21 (2014)
- 6) Kojima, J., Tokuda, Y., Makino, E., Sugiyama, N., Hoshino, N., Kamata, I., Tsuchida, H.: Mater. Sci. Forum. 858, 23-28 (2016)
- 7) Kamei, K., Kusunoki, K., Yashiro, N., Okada, N., Moriguchi, K., Daikoku, H., Kado, M., Suzuki, H., Sakamoto, H., Bessho, T.: Mater. Sci. Forum. 717-720, 45-48 (2012)
- 8) Scace, R. I., Slack, G. A.: J. Chem. Phys. 30, 1551-1555 (1959)
- 9) Kusunoki, K., Munetoh, S., Kamei, K., Hasebe, M., Ujihara, T., Nakajima, K.: Mater. Sci. Forum. 457-460, 123-126 (2004)
- 10) Danno, K., Saitoh, H., Seki, A., Daikoku, H., Fujiwara, Y., Ishii, T., Sakamoto, H., Kawai, Y.: Mater. Sci. Forum. 645-648, 13-16 (2010)
- 11) Kado, M., Daikoku, H., Sakamoto, H., Suzuki, H., Bessho, T., Yashiro, N., Kusunoki, K., Okada, N., Moriguchi, K., Kamei, K.: Mater. Sci. Forum. 740-742, 73-76 (2013)
- 12) Kawanishi, S., Yoshikawa, T., Morita, K., Okada, N., Kusunoki, K., Kamei, K.: J. Cryst. Growth. 381, 121-126 (2013)
- 13) Okada, N., Kusunoki, K., Kamei, K., Yashiro, N., Yauchi, A.: The 5th International Symposium on Electromagnetic Processing of Materials. 2006, p. 170-175
- 14) Daikoku, H., Kado, M., Sakamoto, H., Suzuki, H., Bessho, T., Kusunoki, K., Yashiro, N., Okada, N., Moriguchi, K., Kamei, K.: Mater. Sci. Forum. 717-720, 61-64 (2012)
- 15) Kusunoki, K., Okada, N., Kamei, K., Moriguchi, K., Daikoku, H., Kado, M., Sakamoto, H., Bessho, T., Ujihara, T.: Mater. Sci. Forum. 778-780, 79-82 (2014)
- 16) Hofmann, D., Müller, M.: Mater. Sci. Eng. B61-62, 29-39 (1999)
- 17) Daikoku, H., Kado, M., Seki, A., Sato, K., Bessho, T., Kusunoki, K., Kaidou, H., Kishida, Y., Moriguchi, K., Kamei, K.: Cryst. Growth Des. 16, 1256-1260 (2016)
- 18) Chernov, A. A., Coriell, S. R., Murray, B. T.: J. Cryst. Growth. 132, 405-413 (1993)
- 19) Zhu, C., Harada, S., Seki, K., Zhang, H., Niinomi, H., Tagawa, M., Ujihara, T.: Cryst. Growth Des. 13, 3691-3696 (2013)
- 20) Kusunoki, K., Okada, N., Kamei, K., Moriguchi, K., Daikoku, H., Kado, M., Sakamoto, H., Bessho, T., Ujihara, T.: J. Cryst. Growth. 395, 68-73 (2014)
- 21) Kusunoki, K., Kamei, K., Seki, K., Harada, S., Ujihara, T.: J. Cryst. Growth. 392, 60-65 (2014)
- 22) Onoue, K., Nishikawa, T., Katsuno, M., Ohtani, N., Yashiro, H., Kanaya, M.: Jpn. J. Appl. Phys. 35, 2240-2243 (1996)
- 23) Ohtani, N., Katsuno, M., Nakabayashi, M., Fujimoto, T., Tsuge, H., Yashiro, H., Aigo, T., Hirano, H., Tatsumi, T.: J. Cryst. Growth. 311, 1475-1481 (2009)
- 24) 楠一彦, 関和明, 岸田豊, 海藤宏志, 森口晃治, 大黒寛典, 加渡幹尚, 土井雅喜, 旦野克典, 関章憲, 白井嵩幸, 斎藤広明, 別所毅: 第 64 回応用物理学会春季学術講演会. 15a-F204-2, 2017
- 25) 楠一彦, 関和明, 岸田豊, 海藤宏志, 森口晃治, 岡田信宏, 大黒寛典, 加渡幹尚, 土井雅喜, 旦野克典, 関章憲, 佐藤和明, 別所毅, 原田俊太, 宇治原徹: 第 63 回応用物理学会春季学術講演会. 20a-H101-6, 2016
- 26) Ha, S., Mieszkowski, P., Skowronski, M., Rowland, L. B.: J. Cryst. Growth. 244, 257-266 (2002)
- 27) Skowronski, M., Ha, S.: J. Appl. Phys. 99, 011101 (2006)

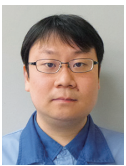
- 28) Yamamoto, Y., Harada, S., Seki, K., Horio, A., Mitsuhashi, T., Ujihara, T.: Appl. Phys. Express. 5, 115501 (2012)
- 29) Xiao, S., Harada, S., Murayama, K., Tagawa, M., Ujihara, T.: Cryst. Growth Des. 16, 6436-6439 (2016)
- 30) Wahab, Q., Ellison, A., Henry, A., Janzen, E.: Appl. Phys. Lett. 76, 2725-2727 (2000)



楠 一彦 Kazuhiko KUSUNOKI
先端技術研究所 新材料・界面研究部
主幹研究員 博士(工学)
千葉県富津市新富20-1 〒293-8511



海藤宏志 Hiroshi KAIDO
先端技術研究所 数理科学研究部
主任研究員



関 和明 Kazuaki SEKI
先端技術研究所 新材料・界面研究部
主任研究員 博士(工学)



岡田信宏 Nobuhiro OKADA
先端技術研究所 数理科学研究部
主幹研究員 博士(工学)



岸田 豊 Yutaka KISHIDA
先端技術研究所 数理科学研究部
主幹研究員 博士(工学)



亀井一人 Kazuhito KAMEI
日鉄住金テクノロジー(株)
尼崎事業所 上席主幹 博士(工学)
(前 早稲田大学 理工学術院
情報生産システム研究センター
上級研究員・研究院教授)



森口晃治 Koji MORIGUCHI
先端技術研究所 数理科学研究部
上席主幹研究員 博士(工学)