4H-SiC ホモエピタキシャル成長における 表面モフォロジーのオフ角依存性

児島一聡^{1,2}・升本恵子^{1,2}・伊藤佐千子²・長田晃代²・奥村 元^{1,2}

¹次世代パワーエレクトロニクス研究開発機構 ☎ 105-0001 東京都港区虎ノ門 2-9-14

²(独)産業技術総合研究所 ☎ 305-8568 茨城県つくば市梅園 1-1-1 つくば中央第2

(2013 年 11 月 19 日受付；2013 年 11 月 30 日掲載決定)

Influence of Vicinal Off Angle on Surface Morphology of 4H-SiC Homoepitaxial Layer

Kazutoshi KOJIMA^{1,2}, Keiko MASUMOTO^{1,2}, Sachiko ITO², Akiyo NAGATA² and Hajime OKUMURA^{1,2}

¹R & D partnership for Future Power Electronics Technology, 2-9-14 Toranomom, Minato-ku, Tokyo 105-0001

²National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Central 2 1-1-1 Umezono, Tsukuba, Ibaraki 305-8568

(Received November 19, 2013 ; Accepted November 30, 2013)

We investigated homoepitaxial growth on 4H-SiC substrates with a vicinal off-angle lower than 1°. The small off angle difference of a tenth part of a degree has an influence on surface morphology of epitaxial layers. This tendency also depends on the face polarity and a C-face can be obtained that has a specular surface with a lower vicinal off angle than a Si-face. Low C/Si ratio conditions are also important to control the surface morphology of these substrates. Especially, controlling C/Si ratio with SiH₄ flow rate is effective to suppress the generation of step bunching on Si-face epitaxial layers. These results indicate the control of surface free energy is also important to controlling the surface morphology of homoepitaxial growth on these substrates.

KEYWORDS : 4H-SiC, off angle, surface morphology, face polarity, surface free energy

1. は じ め に

炭化珪素 (SiC) は Si や GaAs に比較して大きなバンドギャップ、高い絶縁破壊電界等の優れた物性を有する半導体材料であり、パワーエレクトロニクスデバイスの高温動作、高周波化、高パワー密度化、低損失化が可能な次世代半導体材料として注目されている。SiC は大気圧下で液相を持たないため Si や GaAs のように液相からの引き上げによるバルク単結晶作製方法を用いることができず、昇華法によるバルク単結晶作製が行われる。この昇華法では、デバイス作製に求められる広範囲かつ高精度の不純物濃度の制御が困難であり、高い制御性を有するエピタキシャル成長層が SiC を用いたパワーデバイスには必須となる。

SiC はその材料特性上、3C (立方晶)、6H (六方晶)、

4H (六方晶) 等、多形を有する材料であり、この多形は C 軸の積層周期構造によってのみ決まるため、単結晶化にはその多形の制御が重要となる。特に六方晶の SiC のエピタキシャル成長では特に 4H や 6H の結晶多形を安定化させるために SiC 基板表面を {0001} 面から数度傾けて切り出したオフウエハを使用するステップ制御エピタキシー技術が使用される^{1,2)}。オフウエハを使用することにより、ステップ端には C 軸の積層周期が現れるためステップフロー成長により C 軸の積層周期がエピタキシャル成長層に引き継がれ多形が安定する。デバイス応用の中心となっている 4H-SiC ではウエハ開発の初期には 8° という大きなオフ角が付けられていたが、現在主に使用されている 4 インチウエハでは 4° のオフ角が付けられている。このオフ角は多形の安定化のほかにエピタキシャルウエハの表面平坦性向上や成長条件の拡大をもたらし、今日の高品質エピタキシャルウエハの安定供給に繋がっている。

一方で、このオフ角の存在は酸化膜/半導体 (MOS) 界面の平坦性の劣化による MOS 界面特性への影響やトレンチゲート構造における界面特性の面方位依存性によるゲート特性のバラつき^{3,4)}、PiN ダイオードにおける順方向劣化の原因となる基底面転位の基板からエピタキシャル層への伝搬といったデバイス特性への悪影響が指摘されている^{5,6)}。加えて近年の SiC ウエハの口径拡大では結晶のオフカットによる切り代の増加がウエハコスト上の課題とも指摘されており、ウエハのオフ角の低減が求められている。

しかしながら、SiC のエピタキシャル成長ではオフ角を小さくすることにより多形の混入やステップバンチングによる表面平坦性の劣化が著しくなることが知られており、実用上の大きな課題となっている^{7,8)}。

本研究では 4H-SiC のエピタキシャル成長技術におけるウエハオフ角の低減を目的に、特にオフ角が 1° 以下の微傾斜域でそのオフ角度と表面モフォロジーの影響を面極性と併せて調べた。また、成長条件との関係についても調べたので併せて紹介する。

2. 4H-SiC エピタキシャル成長

2.1 CVD 法による 4H-SiC エピタキシャル成長

4H-SiC のホモエピタキシャル成長には横型ホットウォールタイプの気相化学成長装置 (CVD 装置) を使用した⁹⁾。原料ガスとして SiH_4 ガスおよび C_3H_8 ガスを使用し、キャリアガスとして純化器により精製した H_2 ガスを使用した。また n 型ドーパントとして N_2 ガスを使用した。

Fig. 1 に成長のブロックダイアグラムを示す。SiC 基板を CVD 炉内のサセプター上に設置したのち、水素 40 slm、炉内圧力 250 mbar で高周波誘導加熱により成長温度までウエハを加熱する。この状態を所定の時間維持することにより高温水素と SiC の反応によるエッチングが生じる。この反応を利用して基板表面の研磨ダメージを除去する水素エッチングを行う。この後、原料ガスである SiH_4 、 C_3H_8 を投入してエピタキシャル成長を行っ

Fig. 1. Diagram of Epitaxial Growth.

た。典型的な成長条件は成長温度 1600°C 、成長圧力 250 mbar、 SiH_4 流量 6.67 sccm、である。本研究では基板温度並びに SiH_4 と C_3H_8 の流量比 (C/Si 比) を実験パラメーターとしている。

2.2 4H-SiC 基板

基板には市販の 4H-SiC の微傾斜基板を使用した。SiC は面極性を持ち (0001) 面の内 Si 原子で終端された面を Si 面、C 原子で終端された面を C 面と呼ぶ。本研究では Si 面と C 面の両極性面を使用した。また、本研究で使用した微傾斜基板の微傾斜角は X 線回折により測定した。

2.3 評価手法

エピタキシャル成長表面のモフォロジーは微分干渉顕微鏡並びに原子間力顕微鏡 (AFM) で評価した。

3. 結 果

3.1 水素エッチング後の基板表面モフォロジー

Fig. 2 に水素エッチング後の 4H-SiC 微傾斜基板の表面モフォロジーを示す。水素エッチングの条件は基板温度 1600°C 、成長圧力 250 mbar、水素流量 40 slm、水素エッチング時間は 3 分間である。このときのエッチング量は nm オーダーである¹⁰⁾。

図からわかるように微傾斜角が 0.1° のとき、Si 面では微分干渉顕微鏡で確認することのできる巨大なステップバンチングが発生している (Fig. 2 (a))。AFM 測定から、そのステップ高さは 5 nm 前後であることがわかる。一方 C 面の場合、微傾斜角 0.1° の基板表面には微分干渉顕微鏡で観察できるステップバンチングは発生しておらず、AFM 測定の結果、1C (ユニットセル) に相当する高さ 1 nm のステップが規則正しく発生していることがわかる (Fig. 2 (c))。一方、Si 面の場合、微傾斜角を 0.79° と大きくすることで Fig. 2 (b) に示すようにステップバンチングの発生を抑制できることがわかる。

この結果から 4H-SiC 微傾斜基板上におけるエピタキシャル成長の表面平坦性の劣化は成長直前の水素エッチング過程においてすでに始まっており、この時点での表面平坦性の維持がこの後のエピタキシャル成長に重要であることがわかる。また、この水素エッチング直後の基板表面モフォロジーに対しては、面極性並びにオフ角の影響が非常に大きいということがこの結果よりわかった。この理由については次節の結果と併せて述べる。

3.2 エピタキシャル成長表面のモフォロジーと微傾斜角

Fig. 3 にエピタキシャル成長表面のモフォロジーにおける微傾斜角並びに面極性依存性を示す。すべてのエピタキシャル膜の成長条件は同一で成長温度 1600°C 、成

Fig. 2. Surface morphology of substrates just after *in-situ* H₂ etching. AFM images are 5 μm square.
(a) : Si-face, 0.1° off. (b) : Si-face, 0.79° off. (c) : C-face, 0.1° off.

Fig. 3. Surface morphology of epitaxial layers grown on various vicinal off angle substrates and face polarity. AFM images are also shown in this figure.

長圧力 250 mbar, SiH₄ 流量 6.67 sccm, C/Si 比 0.5 である。エピタキシャル膜の厚さはいずれも 10 μm である。Si 面の場合、図からわかるようにオフ角が 0.3° では二次元核形成による螺旋成長で生じた島状の荒れた表面になっている。これは Fig. 2 で示したように、水素エッチング後に生じたステップバンチングで形成された巨大なテラスにおいて二次元核による成長が生じたものと考えられる。ウエハの微傾斜角を 0.42° とわずかに 0.12° 大きくすることで、エピタキシャル成長表面はステップバンチングが支配的な表面へと変化した。微傾斜角が 0.69°

のときはステップバンチングによる規則的なステップテラス構造が観察されている。この表面モフォロジーは微傾斜角を 0.7° まで大きくすることで鏡面に変化し、AFM 測定においてもステップ高さが 1 nm 以下の周期的なステップテラス構造が確認された。

一方、C 面では 0.24° より小さい微傾斜角において Si 面でみられたような二次元核形成による島状の成長は観察されず、ステップバンチングによる表面荒れのみが発生している。このステップバンチングは Fig. 2 の結果から、水素エッチングではなくその後のエピタキシャル成

長そのもので生じたと考えられる。そしてウエハの微傾斜角をわずかに 0.06° 増加させて 0.3° とすることでエピタキシャル成長表面は平坦化し、AFM 測定において図に示すように周期的なステップテラス構造が観察されている。

この結果から、微傾斜基板上でのエピタキシャル成長では 0.1° のオフ角の違いが表面モフォロジーに大きな影響を与えることがわかり、その影響の大きさは面極性によって異なることがわかる。また、平坦な鏡面を得るための微傾斜角の閾値は Si 面が 0.7° 、C 面は 0.3° と見積もられ、Si 面は C 面に比べて閾値のオフ角が 2 倍になることがわかる。

SiC では Table 1 に示すように面極性によって表面自由エネルギーが大きく異なることがわかっており、Si 面に比べて C 面の方が小さい¹¹⁾。一般的に結晶はステップバンチングすることにより系のエネルギーを小さくしようとする。C 面はもともと Si 面に比べて表面自由エネルギーが小さいため、Si 面に比べてより低オフ角でもステップバンチングが発生しにくく、鏡面を得るための閾値角が Si 面に比べて小さくなるものと考えられる。

Table 1. Surface free energy of SiC.

4H Si-face	1800(erg/cm ²)
4H C-face	750(erg/cm ²)
6H Si-face	1767(erg/cm ²)
6H C-face	718(erg/cm ²)

る。

Fig. 2 で示した水素エッチング後の基板表面モフォロジーの面極性による違いも同様に表面自由エネルギーの違いに起因するものと考えられる。

次に成長条件により微傾斜基板上エピタキシャル成長表面がどのように変化するかを示す。

3.3 エピタキシャル成長表面のモフォロジーと成長条件

Fig. 4 に Si 面上に成長させたエピタキシャル成長表面のモフォロジーが成長温度と C/Si 比によりどのように変化するかを示す。Si 面の場合、図に示すように C/Si 比が 1.0 の場合、基板温度によらずステップバンチングにより激しく荒れた面になっている。SiH₄ の流量を 4.66 sccm に固定して C₃H₈ の流量を低下させることにより C/Si 比を 0.5 に変化させると Fig. 4 に示すように基板温度が 1550℃ 以下では平坦な表面が得られている。一方、基板温度を 1600℃ に高温化させると依然としてエピタキシャル成長表面にはステップバンチングが発生している。

この結果は低温・低 C/Si 比の成長条件が Si 面の微傾斜エピタキシャル成長に適しているように見える。しかしながら、1550℃ の基板温度ではエピタキシャル成長中に 6H や 3C といった 4H とは異なる結晶構造が混入してしまい、単一多形のエピタキシャル膜を作製することが困難であることがわかっており¹²⁾。一方、基板温度が 1600℃ 以上では多形が安定し、4H 単一のエピタキシャル

Fig. 4. Block diagram of surface morphology of 4H-SiC Si-face epitaxial layers grown with various growth temperatures and C/Si ratios.

ル膜を得ることができる¹²⁾。本エピタキシャル膜をデバイス応用に適応させるためには表面モフォロジーと多形制御を両立させる必要がある。

これまで述べてきた C/Si 比の制御では SiH₄ 流量を一定にして C₃H₈ 流量を減少させていたが、C/Si 比の低減による影響をより強く発現させるために、C₃H₈ 流量を一定にして SiH₄ 流量を増加させることで C/Si 比を低減させた。その結果、C₃H₈ 流量を 1.11 sccm に固定して Fig. 4 に示すように SiH₄ 流量を増加させて C/Si 比 0.4, 0.33 と小さくすることにより 1600°C においてもエピタキシャル成長表面のステップバンチングが抑制されており、エピタキシャル成長表面の平坦化と多形制御の両立を図ることが可能になった。

しかしながらさらに SiH₄ 流量を増加させ C/Si を 0.25 にすると再びステップバンチングが発生している。この理由については現在考察中である。

C/Si 比を下げることの効果についてはステップフロー成長を助長させることが実験的に明らかになっている¹³⁾。また、C/Si 比を下げることにより表面エネルギーも低下すると考えられる¹⁴⁾。一般に固相と液相の界面では固相と気相の界面に比べて自由エネルギーが低くなる。すなわち、C/Si 比を下げることにより相対的に Si 原料が増加すると基板表面は Si の液相と SiC 結晶、すなわち固相と液相の界面状態に近づき、自由エネルギーが小さくなったと考えられる。実際、C/Si 比を小さくしていくと Si の液滴が発生することが実験的にわかっており、基板表面が固相と液相の界面状態に近づくと考えられる。

一方、C/Si 比を大きくしていくと C 原料が増加するが、C すなわちグラファイトは液相を持たないので高 C/Si 比の条件は自由エネルギーを低下させないと考えられる。

SiH₄ 流量を増加させて C/Si 比を低下させた場合は、実際に Si の量が増加しており、C₃H₈ を減少させる場合に比較して基板表面がより固相と液相の界面状態に近づいたためと考えられ、高温の条件においてもステップバンチングの発生が抑えられていると考えられる。

C 面においては Si 面に比べて Table 1 に示すように表面エネルギーが小さいために、Fig. 5 に示すように 1600°C と多形が安定化する成長温度において C/Si 比が 1.5 と大きい場合、ステップバンチングによる表面荒れは起こしているが、Si 面に比べると平坦である。C₃H₈ 流量を減らすことにより C/Si 比を 0.5 に低減させると Fig. 5 に示すように Si 面ではステップバンチングが依然として残っているにもかかわらず、C 面ではステップバンチングを効果的に抑えることができ、表面平坦化と多

Fig. 5. Surface morphology of 4H-SiC epitaxial layers grown with various C/Si ratios and face polarity. The growth temperature is 1600°C.

形制御の両立を図ることができる。

以上の結果から、微傾斜角の適切な選択と低 C/Si 比の成長条件を組み合わせることにより微傾斜エピタキシャル成長表面の平坦化が可能であることがわかった。

これらの結果はすでに 3 インチウエハの微傾斜エピタキシャル成長へと適用され、4° オフウエハと同等の表面モフォロジーをウエハ全面で実現することが可能になってきている¹⁵⁾。

4. ま と め

本研究では 4H-SiC のエピタキシャル成長技術におけるウエハオフ角の低減を目的に、特にオフ角が 1° 以下の微傾斜域でそのオフ角度と表面モフォロジーの影響を面極性と併せて調べた。また、成長条件との関係についても調べた。

その結果、1° 以下の微傾斜角では 0.1° 程度のオフ角の違いが表面モフォロジーに大きく影響することがわかり、その影響は面極性にも依存することが明らかになった。

また、成長条件の影響においては低 C/Si 比での成長がステップバンチングを抑制するのに効果的であることがわかった。特に、Si 面においては高温成長において SiH₄ 流量増加による低 C/Si 比化がステップバンチングの抑制に効果的であることがわかった。これらの結果は、表面自由エネルギーの制御が 4H-SiC 微傾斜エピタキシャル成長に重要であることを意味していると考えら

れる。

謝 辞

本研究は NEDO 委託事業「低炭素社会を実現する新材料パワー半導体プロジェクト」の成果である。

文 献

- 1) K. Shibahara, N. Kuroda, S. Nishino and H. Matsunami : Jpn. J. Appl. Phys. **26**, L1815 (1987).
- 2) H.S. Kong, J.T. Glass and R.F. Davis : J. Appl. Phys. **64**, 2672 (1988).
- 3) S. Harada, S. Ito, M. Kato, A. Takatsuka, K. Kojima, K. Fukuda and H. Okumura : Mater. Sci. Forum **645-648**, 999 (2010).
- 4) Y. Ueoka, K. Shingu, H. Yano, T. Hatayama and T. Fuyuki : Jpn. J. Appl. Phys. **51**, 110201 (2012).
- 5) H. Lendenmann, F. Dahlquist, N. Johansson, R. Soderholm, P.A. Nilsson, J.P. Bergman and P. Skytt : Mater. Sci. Forum **353-356**, 727 (2000).
- 6) H. Jacobson, J. Birch, R. Yakimova, M. Syväjärvi, J.P. Bergman, A. Ellison, T. Tuomi and E. Janzén : J. Appl. Phys. **91**, 6354 (2002).
- 7) K. Kosciwicz, W. Strupinski, D. Teklinska, K. Mazur, M. Tokarczky, G. Kowalski and A. Olszyna : Mater. Sci. Forum **679-680**, 95 (2011).
- 8) S. Leone, A. Henry, E. Janzén and S. Nishizawa : J. Cryst. Growth **362**, 170 (2013).
- 9) K. Kojima, H. Okumura, S. Kuroda and K. Arai : J. Cryst. Growth **269**, 367 (2004).
- 10) K. Kojima, S. Kuroda, H. Okumura and K. Arai : Mater. Sci. Forum **556-557**, 85 (2007).
- 11) M. Syväjärvi, R. Yakimova and E. Janzén : Diamond Relat. Mater. **6**, 1266 (1997).
- 12) K. Kojima, S. Ito, A. Nagata and H. Okumura : Mater. Sci. Forum **717-720**, 141 (2012).
- 13) S. Nakamura, T. Kimoto and H. Matsunami : Jpn. J. Appl. Phys. **42**, L846 (2003).
- 14) K. Kojima, S. Nishizawa, S. Kuroda, H. Okumura and K. Arai : J. Cryst. Growth **275**, e549 (2005).
- 15) K. Masumoto, K. Kojima and H. Okumura : Mater. Sci. Forum **740-742**, 193 (2013).