4H-SiC エピタキシャル成長における拡張欠陥の挙動

土田 秀一^{*1}・鎌田 功穂^{*1}・長野 正裕^{*1}

Formation of Extended Defects in 4H-SiC Epitaxial Growth

Hidekazu TSUCHIDA^{*1}, Isaho KAMATA^{*1} and Masahiro NAGANO^{*1}

^{*1}Materials Science Research Laboratory, Central Research Institute of Electric Power Industry,
2-6-1 Nagasaka, Yokosuka, Kanagawa 240-0196, Japan

(Received August 18, 2010, Accepted October 15, 2010)

The formation of extended defects in 4H-SiC epilayers has been surveyed. Generation, conversion and propagation of the extended defects, which are basal plane dislocations, threading dislocations, basal plane Frank-type defects, carrot defects and polytype inclusions, in 4H-SiC epitaxial growth are tracked by performing topography before and after the growth procedure. We also have made collation between the detailed feature of topography contrast and the microscopic structure for the extended defects in a combination of X-ray topography, transmission electron microscopy and KOH defect selective etching analysis, and the formation mechanism of each type of defects is discussed.

1. はじめに

近年、4H-SiC パワー半導体素子の本格産業化、実用化拡大に向けた動きが活発化している。その中で、特に耐電圧 10 kV 以上の用途に対してはバイポーラ型素子が有望であり、高電圧かつ低オン電圧の 4H-SiC pn ダイオードやサイリスタ型素子、絶縁ゲートバイポーラトランジスタの研究開発が進められている。しかしながら、これら高電圧 4H-SiC バイポーラ素子の開発、実用化に関する課題として、順方向特性劣化の抑制が挙げられている^{1,2)}。この順方向特性劣化は、伝導度変調層となるエピタキシャル（エピ）膜内に存在するショックレー型の基底面転位（BPD: basal plane dislocation）に起因することが判明している。一方、4H-SiC MOS 型電界効果トランジスタにおいては、エピ膜内の転位の存在によるゲート酸化膜の信頼性低下が報告されている³⁾。また、素子面積の拡大に伴い、エピ膜内の積層欠陥の低減もより重要になるものと考えられる。これらを背景として、4H-SiC 単結晶のバルク成長ならびにエピ成長において、転位、積層欠陥の制御、低減技術の開発が注目されている。

バルク成長で得られた現状の市販 4H-SiC 基板には、 10^2 – 10^4 cm⁻² の *c* 軸方向に伝播する貫通らせん転位（TSD: threading screw dislocation, バーガーズベクトル $b=1c$ ）、 10^3 – 10^5 cm⁻² の *c* 軸方向に伝播する貫通刃状転位（TED: threading edge dislocation, $b=a/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ）、 10^3 – 10^5 cm⁻² の基底面内を伝播する BPD ($b=a/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$) が内包されている^{4,5)}。これらの基板内の転位は、エピ成長時に、エピ膜内に伝播して引き継がれる。

基板からエピ膜への転位の伝播の過程では、各種の転位の転換がなされることが知られている。基板内の BPD の多くは、エピ成長時に TED に転換される⁶⁾。また、エピ成長過程において、基板内のマイクロパイプが複数の TSD に分解

されることが⁷⁾、基板内の TSD が転換されることで、キャロット型欠陥^{8,9)}や基底面フランク型欠陥^{10–12)}と呼ばれるような基底面やプリズム面に積層欠陥を有する拡張欠陥が生成されることも知られている。

一方、基板より引き継ぐ転位の他に、エピ成長時に転位や積層欠陥が新たに導入されることもある。エピ成長時に新たに生成する拡張欠陥としては、3C インクルージョン、8H 型積層欠陥^{13,14)}、(3,5) 型積層欠陥¹⁵⁾、キャロット型欠陥¹²⁾、基底面フランク型欠陥^{10–12)}、基底面転位ハーフループ^{10,16)}、転位ハーフループ列 (HLA: half loop array)¹⁷⁾ が報告されている。

今後の拡張欠陥の密度低減に向けては、それぞれの拡張欠陥の伝播あるいは転換の性質、生成機構を解明し、これらを制御することが重要と考えられる。本論文では、4H-SiC エピ成長における拡張欠陥の伝播、転換、生成に関する研究結果を取り纏めて報告する。

2. 実験方法

エピ成長は 2 種の縦型ホットウォール式 CVD 炉において、キャリアガスに H₂、反応ガスに SiH₄、C₃H₈ を用いて行った^{18,19)}。典型的な成膜条件は 1540–1650°C、2–11 kPa である。エピ成長のための基板には、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向に 8° もしくは 4° のオフ角を有する市販 4H-SiC (0001)Si 面あるいは (000–1)C 面ウェハを使用した。

拡張欠陥の評価は、KOH エッチング、反射 X 線トポグラフィ、透過 X 線トポグラフィ、断面透過顕微鏡 (TEM: transmission electron microscopy)、フォトルミネッセンス (PL: photoluminescence) イメージングにより行った。KOH エッチングは 480°C において 2–3 分間行った。反射 X 線トポグラフィは、SPring-8 放射光を単色化した X 線 ($\lambda=1.54$ Å) を用い、 $g=11\bar{2}8$ の条件により原子核乾板に結像させた^{5,10)}。透過 X 線トポグラフィには、ローター式の X 線源による Mo K α 線 ($\lambda=0.71$ Å) を用い、X 線フィルムに結像させた。断面 TEM は、ステップフロー方向（エピ成長時におけるオフステップの進行方向： $[11\bar{2}0]$ ）に沿

^{*1} 電力中央研究所材料科学研究所（〒240-0196 神奈川県横浜市長坂 2-6-1）

Fig. 1 Transmission X-ray topography images (Mo K α) of a free-standing 160 μm -thick 8° off 4H-SiC epilayer taken with (a) $g = 11\bar{2}0$, (b) $g = 1\bar{2}10$, (c) $g = \bar{2}110$, (d) $g = 1\bar{1}00$, (e) $g = \bar{1}010$ and (f) $g = 01\bar{1}0$.

って電子線を透過させることで行った。エピ成長直後、KOH エッチング後の試料表面のモフォロジーについては、ノマルスキー光学顕微鏡により観察を行った。PL イメージングは、励起光として HeCd レーザー ($\lambda = 325 \text{ nm}$) を用いて行った。

3. 4H-SiC エピ成長時の拡張欠陥の挙動

3.1 BPD

Ha らは、4H-SiC エピ成長において基板内の BPD がエピ膜に引継がれる際に、それらの大部分は TED に転換し、残りの少数はそのまま BPD としてエピ膜を伝播することを報告した⁶⁾。Fig. 1 は、膜厚 160 μm の 4H-SiC エピ膜の同一箇所に対する透過トポグラフィ像を示す。測定における g ベクトルは、それぞれ $11\bar{2}0$, $1\bar{2}10$, $\bar{2}110$, $1\bar{1}00$, $\bar{1}010$, $01\bar{1}0$ である。ウェハの基板部分は研磨除去しており、エピ膜単体の試料を使用している。Fig. 1(a)–(c), (e), (f) において、線状の暗いコントラストはエピ膜内の BPD に対応している。このトポグラフィ像より、BPD はエピ膜内をおおよそステップフロー方向に向いて伝播していることがわかる。

完全転位としての BPD ($b = 1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$) は、バーガーズベクトルが $1/3\langle 1\bar{1}00 \rangle$ タイプの 2 本のショックレー部分転位に分解して基底面に存在していると考えられる。4H-SiC において、この 2 本のショックレー部分転位の間隔は 30–70 nm 程度であると報告されている²⁰⁾。この間隔は、今回の透過トポグラフィ観察における空間分解能よりも十分に小さいため、Fig. 1 での BPD は完全転位として観察されている。これらの BPD は、 $g = 11\bar{2}0$, $1\bar{2}10$, $\bar{2}110$, $\bar{1}010$, $01\bar{1}0$ の観察条件においては明瞭な欠陥コントラストを生じるものの、Fig. 1(d) に示すように $g = 1\bar{1}00$ の観察条件では全ての欠陥コントラストが消失している。欠陥コント

ラストが $g \cdot b = 0$ の際に消失する関係があることから、Fig. 1 の結果より、図中の全ての BPD はステップフロー方向 $[11\bar{2}0]$ と平行なバーガーズベクトル ($b = 1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$) を有していると判断される。このことは、基板内の BPD のなかで、ステップフロー方向 $[11\bar{2}0]$ と平行でないバーガーズベクトルを有しているものは全てエピ成長時に TED に変換され、ステップフロー方向 $[11\bar{2}0]$ と平行なバーガーズベクトルを持つものの一部のみが転換されずにエピ膜に引き継がれて、主にらせん成分を有する BPD としてエピ膜内をステップフロー方向に向かって伝播することを示す。このことは、Jacobson らの以前の実験結果²¹⁾と一致しており、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向にオフ角を有する 4H-SiC 基板上へのエピ成長において一般的なことと考えられる。なお、オフ方向が $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ である場合においても、BPD はステップフロー方向に向かってエピ膜内を伝播することを確認している²²⁾。この場合、エピ膜内の BPD のバーガーズベクトルは、刃状もしくは混合の成分を有すると考えられる。

BPD が 2 本の部分転位に分解する場合、2 本の部分転位の間にはショックレー型積層欠陥が存在する²⁾。SiC バイポーラデバイスでは、オン動作によるキャリア注入時に、伝導度変調層内のショックレー型積層欠陥が拡大して、順方向通電劣化（オン電圧ドリフト）が引き起こされることが知られている^{1,2)}。一方、BPD と同一のバーガーズベクトルを有する TED は、このような順方向通電劣化の要因とはならない。このため、エピ膜内の BPD 密度を低減するために、エピ成長時に基板内の BPD を TED とする転換率を向上させる試みが盛んになされている^{23–28)}。これまでに、KOH エッチング処理^{23,24)}、 $(000\bar{1})\text{C}$ 面²⁵⁾、低オフ角度（3.5° もしくは 4° オフ）基板に対するエピ成長^{12,26)} によって、基板から伝播したエピ膜内の BPD の密度を、数個 cm^{-2} もしくは実質的にゼロにまで低減できたと報告されている。また、エピ

Fig. 2 Synchrotron reflection X-ray topography images ($g = 11\text{--}28$) of (a) 8° off 4H-SiC epilayer grown at $79\ \mu\text{m/h}$ and (b) 4° off epilayer grown at $20\ \mu\text{m/h}$. The rectangles in Fig. 1(a) and (b) indicate the position of a BPD and a 3C-polytype inclusion, respectively.

成長速度の増大²⁷⁾や、エピ成長中における中断処理²⁸⁾によっても、エピ膜内のBPD密度が低減されることが報告されている。

Fig. 2は、 $79\ \mu\text{m/h}$ で成長した 8° オフ基板上的のエピ膜と、 $20\ \mu\text{m/h}$ で成長した 4° オフ基板上的のエピ膜に対する反射X線トポグラフィ像を示す。これらのトポグラフィ像は、それぞれ $17.5\ \text{mm}^2$ の領域に対応している。**Fig. 2(a)**においては、図中の拡大部に示すように1個のBPDが観察されている。このエピ膜での平均のBPD密度は $24\ \text{cm}^{-2}$ （直径3インチウェハの中心部 $16\ \text{cm}^{-2}$ における平均値）であった。一方、**Fig. 2(b)**においては、BPDは観察されていない。同エピ膜に対して、放射光トポグラフィ像を取得した $6\ \text{cm}^2$ 以上の領域に対して詳細に調べたところ、同領域内にはBPDが存在していないことが判明した。このことは、 4° オフ基板上的のエピ成長において、同領域内における基板内のBPDの全てがTEDに変換されたことを示している。エピ成長速度の増大に伴うBPD密度の低減が報告されているが²⁷⁾、今回の実験結果では、 4° オフ基板を使用時には成長速度が比較的遅くても、 8° オフ基板を使用時よりも小さいBPD密度が得られている。したがって、オフ角度を 8° から 4° に低減することが、エピ膜内のBPD密度の低減、あるい

はBPDを実質的に有しないエピ膜を得ることに対して、より大きい効果を有していると考えられる。ただし、**Fig. 2(b)**中の拡大図に示すように、 4° オフ基板上的のエピ成長においては、3C-SiCインクルージョンによる三角形欠陥が 8° オフの場合に比べて混入しやすい傾向が認められており、特に高い成長速度において低欠陥化に課題が残されている。

基板からのBPDの引継の他に、エピ成長プロセス中（昇降温工程や、高温水素エッチング工程、成長工程を含む）に新たなBPDが生成される場合もあり得る。これまでに、(1)マイクロパイプ周辺におけるBPDループの生成¹⁶⁾、(2)エピ膜/基板界面付近にBPD（界面転位）を伴う転位ハーフループの生成¹⁶⁾、(3)短いBPDを伴う転位ハーフループ列の生成¹⁷⁾、(4)エピ成長開始前の昇温工程もしくは高温水素エッチング工程における基板表面付近へのBPDの生成とこれに伴うBPDのエピ膜内への伝播¹⁰⁾が報告されている。これらの内、(1)–(3)についてはエピ膜もしくはエピ膜/基板界面付近に働くストレス、(4)については基板表面に残存する研磨ダメージに関連しているものと考えている¹⁰⁾。

3.2 基底面フランク型欠陥

Fig. 3は、4H-SiCウェハ内の同一箇所に対するエピ成長前後での反射X線トポグラフィ像、エピ膜のエピ成長直後ならびにKOHエッチング後の光学顕微鏡像を示す。エピ膜の膜厚は約 $20\ \mu\text{m}$ で、X線の侵入深さとはほぼ同等である。**Fig. 3(a)**において、白い円状の欠陥コントラストはTSD、比較的小さいドット状の欠陥コントラストはTED、細い線状の欠陥コントラストはBPDに相当している^{5,10)}。**Fig. 3(a)**と**(b)**を比較すると、エピ成長後には、**Fig. 3(a)**中の矢印Aで示すTSDの欠陥コントラストは消失し、代わりにステップフロー方向に伸びるナイフ状の欠陥コントラスト（矢印B）が現れていることが分かる。このナイフ状の欠陥コントラストのステップフロー方向の長さは、エピ膜の膜厚に相当している。**Fig. 3(c)**のようにエピ成長直後の表面にはステップフロー方向に伸びる欠陥に対応するモフォロジーは観察されない。一方、**Fig. 3(d)**に示すように、KOHエッチング後のエピ膜表面からは、**Fig. 3(b)**で見られたナイフ状の欠陥コントラストのステップフロー下流端に対応する位置（矢印C）に、基底面内の転位の存在を示す楕円状のエッチピットがペアになって確認されている。以上の観察結果より、基板内に存在していたTSDが、エピ成長初期に基底面内の拡張欠陥に転換したと判断できる。

Fig. 4は、4H-SiCウェハ内における同一箇所に対するエピ成長前後での反射X線トポグラフィ像、KOHエッチング後のエピ膜表面の光学顕微鏡像を示す。**Fig. 4(a)**中の矢印Aで示す円状の欠陥コントラストは基板内のTSDに対応している。**Fig. 4(b)**に示すように、エピ成長後には、矢印Bで示す位置にTSDに対応する円状の欠陥コントラストと、矢印Cで示すステップフロー方向に伸びるナイフ状の欠陥コントラストがペアとなって新たに現れている。このナイフ状のコントラストは、**Fig. 3(b)**で見られたものと同じ形状を有している。KOHエッチング後には、**Fig. 4(c)**に示すように、矢印B'で示す位置にTSDに対応する六角形状のエッチピット、ナイフ状の欠陥コントラストのステップフ

Fig. 3 Synchrotron reflection X-ray topography images ($g = 11\text{--}28$) of (a) 4H-SiC substrate before epitaxial growth and (b) as-grown epilayer, and NOM images of (c) as-grown and (d) KOH etched epilayer surface. All the images show the same position where the “conversion of a TSD into a basal plane Frank-type defect” is found.

ロー先端部に相当する位置（矢印 D）に基底面内の転位に対応する楕円状のエッチピットがペアになって確認されている。以上のことから、反射 X 線トポグラフィーでナイフ状の欠陥コントラストとして観察される基底面内の拡張欠陥は、基板内の TSD が転換して形成されるだけでなく、エピ成長時に新たな TSD とペアとなって結合形成されることが分かる。

Fig. 3(b)と同じ反射 X 線トポグラフィー像を示す基底面内の拡張欠陥に対する断面 TEM 像を **Fig. 5** に示す。この基底面内の拡張欠陥については、反射 X 線トポグラフィーによって、基板内の TSD がエピ成長時に転換して形成されたことを確認している。Fig. 5(a)の低倍率断面 TEM 像より、基底面に積層欠陥が存在していることが確認できる。[1-100]方向の積層欠陥の幅は、約 $1.4\text{ }\mu\text{m}$ である。この積層欠陥の幅は、エピ膜の膜厚増加につれて拡大することを確認している。一方、表面に達するようなプリズム面の積層欠陥は確認されない。

Fig. 4 Synchrotron reflection X-ray topography images ($g = 11\text{--}28$) of (a) 4H-SiC substrate before epitaxial growth and (b) as-grown epilayer, and (c) NOM image of KOH etched epilayer surface. All the images show the same position where the “simultaneous generation of a TSD and a basal plane Frank-type defect” is found.

Fig. 5(b)は、Fig. 5(a)で確認された基底面積層欠陥の右端（position-1）に対する高分解能断面 TEM 像を示す。ここでは、1 個のフランク部分転位（FP1）が確認される。FP1 の図中右側は完全な 4H-SiC 積層になっており、図中左側は 4H-SiC 積層から 1 バイレイヤー（基底面における最近接する Si 層と C 層の 1 組分）が欠損した積層になっている。Fig. 5(c)は、Fig. 5(a)の基底面積層欠陥の左端（position-2）に対する高分解能断面 TEM 像を示す。ここでは、3 個のフランク部分転位（FP2, FP3, FP4）が確認される。FP1 から FP4 の 4 個のフランク部分転位の全ては、図中右側に追加された 1 バイレイヤーを終端する形になっている。これらの追加されたバイレイヤーのもう一方の端部は終端されておらず、Fig. 5(c)の左端の完全な 4H-SiC 積層から合計で 4 個のバイレイヤーが追加されることで、Fig. 5(b)の右端の 4H-SiC 積層に戻っている。このことは、図中左側に向かって、合計で 4 個のバイレイヤーが欠損して、4H-SiC 積層に戻っていることと等価である。この断面 TEM 像と、基板内の TSD が基底面内拡張欠陥に転換したことを示すエピ成長前後の反射 X 線トポグラフィーの結果を合わせることで、1c のバーガーズベクトルを有する TSD が、 $1/4[0001]$ のバーガーズベクトルを有する基底面内の 4 個のフランク部分転位に分解したと判断できる。なお、TSD が分解することでできた 4 個のフランク部分転位の配置、ならびに各フランク部分転位間の積層欠陥構造は様々で

Fig. 5 (a) Low-magnification bright-field cross-sectional TEM image of a basal plane Frank-type defect and high-resolution cross-sectional TEM images taken for (b) position-1 (the right edge) and (c) position-2 (the left edge) of the basal plane fault. The FP1, FP2, FP3 and FP4 in (b) and (c) indicate each position of the Frank partials. The triangles indicate each evaluated stacking sequence.

Fig. 6 Schematic model for the formation of a basal plane Frank-type defect with four frank partials each having a $1/4$ $[0001]$ Burgers vector which involves the conversion of a TSD in the substrate.

あることを確認している^{11,12)}。

オフ角度を有する4H-SiC $\{0001\}$ 基板上へのエピ成長中には、ステップフロー成長とTSDの存在によるらせん成長が同時に起きていると考えられる。上記の $1c$ TSD $\rightarrow 4 \times 1/4$ $[0001]$ フランク部分転位の転換は、**Fig. 6**の模式図に示すように、TSDによる4バイレイヤー分のらせんステップ(spiral-step)が、オフ成長による進行ステップ(off-step)によって全て覆われた結果として起きたものと考察できる。このようなステップフロー成長との相互作用によって生じるらせん成長の一種のエラーが、基板内のTSDよりも離れた位置で発生した場合には、**Fig. 4**の結果のように、4個のフランク部分転位と新たなTSDとが結合して同時生成すると考えられる。調査した試料において、これらの基板内の

TSDの転換、ならびに新たなTSDとの同時結合生成による基底面フランク型欠陥のエピ膜内の密度は、典型的には数個 cm^{-2} 程度であったが、基板内のTSD密度とともに増加する傾向を確認している¹¹⁾。

3.3 キャロット型欠陥

基板内の貫通転位が転換することでキャロット型欠陥が生成され、そのキャロット型欠陥は基底面積層欠陥とプリズム面積層欠陥によって構成されることが報告されている^{8,9)}。

Fig. 7は、キャロット型欠陥が確認された4H-SiCウェハ内の同一箇所に対するエピ成長前後での反射X線トポグラフィー像、エピ膜の成長直後ならびにKOHエッチング後の表面に対する光学顕微鏡像を示す。**Fig. 7(a)**において確認される基板内に存在するTSD(矢印A)は、**Fig. 7(b)**に示されるようにエピ成長後には消失し、代わりにステップフロー方向に伸びる欠陥コントラスト(矢印B)が現れている。この新たな欠陥コントラストのステップフロー方向の長さは、エピ膜の膜厚に相当している。**Fig. 7(c)**のように成長直後のエピ膜表面には、キャロット型欠陥に相当する欠陥モフォロジー(矢印C)が確認される。**Fig. 7(d)**に示すように、KOHエッチング後のエピ膜表面からは、**Fig. 7(c)**で見られたキャロット型欠陥のモフォロジーに対応して、ステップフロー方向に直線状に伸びるエッチ溝(矢印D)が確認される。このエッチ溝は、キャロット型欠陥を構成するプリズム面積層欠陥が表面に現れている部位に対応する⁹⁾。以上のように、基板内に存在していたTSDが、キャロット型欠陥に転換したことが反射X線トポグラフィー像によって確認できる。

別のキャロット型欠陥が観察された位置に対するエピ成長前後での反射X線トポグラフィー像、エピ膜の成長直後ならびにKOHエッチング後の表面に対する光学顕微鏡像を**Fig. 8**に示す。エピ成長前後の反射X線トポグラフィー像を比較することにより、矢印Aで示す基板内のTSDに対応する円状の欠陥コントラストが、エピ成長後には矢印A'で示すように大きくなっていることが分かる。同時に、キャロット型欠陥に対応するステップ方向に伸びる欠陥コントラスト

Fig. 7 Synchrotron reflection X-ray topography images ($g = 11\text{--}28$) of (a) 4H-SiC substrate before epitaxial growth and (b) as-grown epilayer, and NOM image of (c) as-grown epilayer and (d) KOH etched epilayer surface. All the images show the same position where the “conversion of a TSD into a carrot defect” is found.

Fig. 8 Synchrotron reflection X-ray topography images ($g = 11\text{--}28$) of (a) 4H-SiC substrate before epitaxial growth and (b) as-grown epilayer, and NOM images of (c) as-grown epilayer and (d) KOH etched epilayer surface. All the images show the same position where the “simultaneous generation of a TSD and a carrot defect” is found.

ト（矢印 B）がエピ成長後に現れている．成長直後の表面には，キャロット型欠陥に対応する欠陥モフォロジー（矢印 C）が確認される．KOH エッチング後には，矢印 A'' で示すように TSD に対応する 2 個の六角形状のエッチピットが 2 個近接して確認されるとともに，キャロット型欠陥のプリズム面積層欠陥に対応するエッチ溝（矢印 D）が確認される．以上の結果より，基板内の TSD の近傍に，新たな TSD とキャロット型欠陥がペアで同時生成されたことが示唆される．

反射 X 線トポグラフィ像によってキャロット型欠陥を確認し，断面 TEM により詳細構造を調べた結果を **Fig. 9** に示す．Fig. 9(a) 中の破線四角は断面 TEM 試料の取得位置，矢印は断面 TEM 観察における電子線の透過方向 $[11\text{--}20]$ を示す．Fig. 9(b) に示すように，低倍の断面 TEM 像において，基底面積層欠陥とプリズム面積層欠陥が確認される．基底面積層欠陥の $[1\text{--}100]$ 方向の幅は測定箇所において $0.85\text{ }\mu\text{m}$ であり，その一端は，プリズム面積層欠陥の一端に接続されている．この基底面積層欠陥の幅は，エピ膜厚の増

大につれて拡大する傾向を有することを確認している．プリズム面積層欠陥のもう一端は，エピ膜表面に達している．この欠陥構造は，Banamara によって報告されたキャロット型欠陥の構造⁹⁾に一致している．Fig. 9(c) は，基底面積層欠陥のプリズム面が接続されていない方の端部（position-1）に対する高分解断面 TEM 像を示す．この基底面転位の端部には，基底面積層欠陥を終端するフランク部分転位（図中 FP）が 1 個観察される．このフランク部分転位の図中右側には， $A'C'/ABC/B'A'/BC(2322)$ の積層を有する積層欠陥が形成されている．フランク部分転位は，Fig. 9(c) 中の黒い三角形で示すように， c 軸方向に $1/4[0001]$ の高さを有する 1 バイレイヤーを挿入すると同時に， $1/3\langle 1\text{--}100 \rangle$ のシフトを引き起こすことで， (2322) の積層を形成している．このため，このフランク部分転位のバーガーズベクトルとして， $1/4[0001] + 1/3\langle 1\text{--}100 \rangle = 1/12[4\text{--}403]$ が想定される．このバーガーズベクトルは，Banamara らの $g\cdot b$ 解析結果⁹⁾と一致している．

Fig. 9 (a) Synchrotron reflection X-ray topography image ($g = 11\bar{2}0$) and (b) low-magnification bright-field cross-sectional TEM image for a carrot defect with a right-side prismatic fault towards the step flow direction. High-resolution cross-sectional TEM images taken at (c) position-1 and (d) position-2 of the carrot defect shown in (b). The triangles indicate each evaluated stacking sequence. The black arrows in (d) indicate the layers showing a distorted lattice image.

Fig. 9(d)は、基底面積層欠陥とプリズム面積層欠陥の接続部 (position-2) に対する高分解能断面 TEM 像を示す。これら 2 つの積層欠陥の接続部よりも図中右側では完全な 4H-SiC 積層となっている。ここで、2 つの積層欠陥の接続部においてフランク部分転位は存在せず、同接続部側では基底面積層欠陥を構成しているバイレイヤーは終端されていないまま 4H-SiC 積層に戻っている。プリズム面積層欠陥は、Fig. 9(d)中の黒い矢印で示すように、2 バイレイヤー高さの間隔で、2 バイレイヤー高さを有する規則的な格子像の乱れとして確認される。基底面積層欠陥よりもエピ膜表面側では、図中黒線で示すように、プリズム面積層欠陥を境として、1 バイレイヤー高さ分だけ 4H 積層周期がずれている。

上記の結果をもとに考察した TSD からキャロット型欠陥への転換の模式図を Fig. 10 に示す。キャロット型欠陥を構成する基底面積層欠陥は c 軸方向に 1 バイレイヤーの高さを有しており、その片端は 1 個のフランク部分転位によって終端され、もう片端は終端されない。1 バイレイヤーの高さ

Fig. 10 Schematic formation model of a carrot defect with the basic structure which involves the conversion of a TSD in the substrate.

を有する基底面積層欠陥の存在により、その基底面積層欠陥の上層部と、基底面積層欠陥を有しない領域との境目に、プリズム面積層欠陥が形成される。この際、模式図中のプリズム面積層欠陥部に濃淡で示すように、プリズム面積層欠陥を挟んで、2 バイレイヤー毎に積層のずれが形成される¹²⁾。このことは、高分解能断面 TEM 像におけるプリズム面積層欠陥に沿った規則的な格子像の乱れと一致する。プリズム面積層欠陥の片端は、貫通転位 (Fig. 10中の TD) によって終端される。このように、1c TSD→キャロット型欠陥の転換は、Fig. 10に示す通りに TSD による 4 バイレイヤー分のらせんステップ (spiral-step) の内の 1 バイレイヤー分のみが、オフ成長による進行ステップ (off-step) によって覆われた結果として起きたものと理解できる。同様な積層エラーが基板内の TSD よりも離れた位置で発生した場合には、Fig. 8 のように、同じ構造を有するキャロット型欠陥が新たな TSD と同時に結合生成すると考えられる。これらの基板内の TSD の転換、ならびに新たな TSD との同時結合生成によるキャロット型欠陥は、Si 面では基板内の TSD 密度とともにエピ膜内での密度が増加するものの、C 面ではほとんど観察されない傾向を確認している²⁹⁾。今後は、キャロット型欠陥生成を引き起こすような積層エラーのきっかけを究明することが重要である。

Fig. 11は、別なキャロット型欠陥が確認された 4H-SiC ウェハ内の同一箇所に対するエピ成長前後での反射 X 線トポグラフィー像、成長直後のエピ膜表面の光学顕微鏡像、ならびに同キャロット型欠陥の断面 TEM 像を示す。Fig. 11 (a), (b)のエピ成長前後での反射 X 線トポグラフィー像を比較することにより、ステップフロー方向に伸びる欠陥コント

Fig. 11 Synchrotron reflection X-ray topography images ($g = 11\text{--}28$) of (a) 4H-SiC substrate before epitaxial growth and (b) as-grown epilayer, and (c) NOM image of an as-grown epilayer surface for the same position where the “combined generation of 3C-SiC inclusions and a carrot defect” is found. (d) Low-magnification cross-sectional TEM image of the same carrot defect.

ラスト（矢印 A）が、基板内の転位の無い領域に現れていることがわかる。この欠陥コントラストは、Fig. 7(b)や Fig. 8(b)の標準的なキャロット型欠陥とは明確に異なり歪んだ像になっているが、Fig. 11(c)に示す成長直後のエピ膜表面での欠陥モフォロジー（矢印 B）は標準的なキャロット型欠陥と類似している。Fig. 11(d)は、Fig. 11(c)中の破線で示す位置に対する低倍率断面 TEM 像である。ここで、矢印 C, D で示す部位は 3C の積層を有しており、矢印 C の 3C-SiC インクルージョンに結合して、プリズム面積層欠陥（矢印 E）が形成されている。このプリズム面積層欠陥は、Fig. 9(d)で示すような標準的なキャロット型欠陥が有するものと同一構造を有していることを確認した¹²⁾。このように、キャロット型欠陥は類似の欠陥モフォロジーを有するものの総称として従来分類されてきたが、その微細構造は異なる場合もある。キャロット型欠陥の構造の多様性については、Liu ら³⁰⁾や Hassan ら³¹⁾によっても報告されている。

3.4 ポリタイプインクルージョン

4H-SiC エピ成長中に生成される代表的な積層欠陥として、8H 型（4SSF）積層欠陥^{13,14)}や 3C-SiC インクルージョンが挙げられる^{12,32-35)}。Fig. 12 は、典型的な 8H 型積層欠陥に対する高分解能断面 TEM 像、ならびに低温 PL イメージング像（励起波長 325 nm, 検出波長 467 nm, 温度 100 K）を示す。Fig. 12(a)の高分解能断面 TEM 像に示すように、8H 型積層欠陥は 4H-SiC 積層に 8H 積層が 1c 分（8 バイレイヤー）のみ混入する構造となっている。8H 型積層欠陥は、9 K において 463.1 nm, 468.3 nm, 471.8 nm, 473.1 nm, 100 K

Fig. 12 (a) High-resolution cross-sectional TEM image of an 8H stacking fault. The black dots indicate a circuit round the 8H/4H interface. (b) Low temperature PL imaging result (100 K, 467 nm) for an 8H stacking fault.

において 467 nm 付近に極大値をもつ特徴的な発光を示す¹³⁾。Fig. 12(b)の PL イメージング像に示すように、8H 型積層欠陥は典型的に直角三角形の形状を有する。2 つの 8H 型積層欠陥が隣り合って、正三角形になるように配置される場合もある。原田らは、8H 型積層欠陥の近傍に、3C の積層をもった別の積層欠陥が生成される場合があることを報告している³⁶⁾。

一方、3C-SiC インクルージョンは、典型的には三角形形状（三角形欠陥）であるものの、様々な形状を取り得ることが知られている³²⁻³⁵⁾。3C-SiC 層の c 軸方向の厚みについても、欠陥毎に様々であり、かつ複数に分裂した 3C-SiC 層を有する場合もあることを確認している¹²⁾。

8H 型積層欠陥や、3C-SiC インクルージョンは、エピ成長時に導入される。8H 型積層欠陥の密度はエピ成長速度とともに増加する傾向を確認している¹³⁾。これに対し、化学機械研磨（CMP）による基板表面研磨の適用や、成長温度の高温化によって 8H 型積層欠陥の密度を低減できることを見だし、12 $\mu\text{m}/\text{h}$ 程度の成長速度で密度をほぼゼロにすることができた¹³⁾。一方、3C-SiC インクルージョンの生成要因は様々と考えられるが、エピ成長プロセス時において意図せずに成長炉内で生成された SiC 粉末が、基板上へ落下（ダウンフォールパーティクル）することが主要因である場合も見受けられる。他の報告例が少なく比較が困難である

が、最近における我々の高速成長の実験結果として、126 $\mu\text{m/h}$ にて成長した 8° オフ 4H-SiC エピ膜に対して 10 cm^{-2} , 25 $\mu\text{m/h}$ にて成長した 4° オフ 4H-SiC エピ膜に対して 2.5 cm^{-2} のエピ成長起因の積層欠陥密度が得られている³⁷⁾。

4. ま と め

X 線トポグラフィー、断面 TEM, KOH エッチング、ノマルスキー光学顕微鏡を用いて、4H-SiC エピ成長における BPD, TSD の伝播、転換、基底面フランク型欠陥、キャロット型欠陥、ポリタイプインクルージョンの生成の様相を明らかにした。また、基底面フランク型欠陥、キャロット型欠陥、8H 型積層欠陥の微細構造を明らかにした。今後の拡張欠陥の密度低減に向けては、それぞれの拡張欠陥の伝播あるいは転換の性質、生成機構を詳細に理解し、これらを制御、低減するための技術開発を確立することが重要と考える。

〔文 献〕

- H. Lendenmann, F. Dahlquist, N. Johansson, R. Söderholm, P. A. Nilsson, J. P. Bergman and P. Skytt: *Mater. Sci. Forum*, **353-356** (2001) 727.
- M. Skowronski and S. Ha: *J. Appl. Phys.*, **99** (2006) 011101.
- J. Senzaki, K. Kojima, T. Kato, A. Shimozato and K. Fukuda: *Mater. Sci. Forum*, **483-485** (2005) 661.
- P. G. Neudeck: *Mater. Sci. Forum*, **338-342** (2000) 1161.
- T. Ohno, H. Yamaguchi, S. Kuroda, K. Kojima, T. Suzuki and K. Arai: *J. Cryst. Growth*, **260** (2004) 209.
- S. Ha, P. Mieszkowski, M. Skowronski and L. B. Rowland: *J. Cryst. Growth*, **244** (2002) 257.
- I. Kamata, H. Tsuchida, T. Jikimoto and K. Izumi: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **39** (2000) 6496.
- X. Zhang, S. Ha, M. Benamara, M. Skowronski, M. J. O'Loughlin and J. J. Sumakeris: *Appl. Phys. Lett.*, **85** (2004) 5209.
- M. Benamara, X. Zhang, M. Skowronski, P. Ruterana, G. Nouet, J. J. Sumakeris, M. J. Paisley and M. J. O'Loughlin: *Appl. Phys. Lett.*, **86** (2005) 021905.
- H. Tsuchida, I. Kamata and M. Nagano: *J. Cryst. Growth*, **306** (2007) 254.
- H. Tsuchida, I. Kamata and M. Nagano: *J. Cryst. Growth*, **310** (2008) 757.
- H. Tsuchida, M. Ito, I. Kamata and M. Nagano: *Phys. Status Solidi B*, **246** (2009) 1553.
- S. Izumi, H. Tsuchida, I. Kamata and T. Tawara: *Appl. Phys. Lett.*, **86** (2005) 202108.
- H. Fujiwara, T. Kimoto, T. Tojo and H. Matsunami: *Appl. Phys. Lett.*, **87** (2005) 051912.
- G. Feng, J. Suda and T. Kimoto: *Appl. Phys. Lett.*, **94** (2009) 091910.
- X. Zhang, S. Ha, Y. Hanlumnyang, C. H. Chou, V. Rodriguez, M. Skowronski, J. J. Sumakeris, M. J. Paisley and M. J. O'Loughlin: *J. Appl. Phys.*, **101** (2007) 053517.
- X. Zhang, M. Skowronski, K. X. Liu, R. E. Stahlbush, J. J. Sumakeris, M. J. Paisley and M. J. O'Loughlin: *J. Appl. Phys.*, **102** (2007) 093520.
- H. Tsuchida, I. Kamata, T. Jikimoto and K. Izumi: *J. Cryst. Growth*, **237-239** (2002) 1206.
- M. Ito, L. Storasta and H. Tsuchida: *Appl. Phys. Express*, **1** (2008) 015001.
- P. Pirouz, J. L. Demenet and M. H. Hong: *Phil. Mag.*, **81** (2001) 1207.
- H. Jacobson, J. Birch, R. Yakimova, M. Syväjärvi, J. P. Bergman, A. Ellison, T. Tuomi and E. Janzén: *J. Appl. Phys.*, **91** (2002) 6354.
- H. Tsuchida, I. Kamata, S. Izumi, T. Tawara and K. Izumi: *Mater. Sci. Forum*, **457-460** (2004) 229.
- J. J. Sumakeris, J. P. Bergman, M. K. Das, C. Hallin, B. A. Hull, E. Janzén, H. Lendenmann, M. J. O'Loughlin, M. J. Paisley, S. Ha, M. Skowronski, J. W. Palmour and C. H. Carter, Jr.: *Mater. Sci. Forum*, **527-529** (2006) 141.
- Z. Zhang and T. S. Sudarshan: *Appl. Phys. Lett.*, **87** (2005) 151913.
- H. Tsuchida, T. Miyanagi, I. Kamata, T. Nakamura, K. Izumi, K. Nakayama, R. Ishii, K. Asano and Y. Sugawara: *Mater. Sci. Forum*, **483-485** (2005) 97.
- R. L. Myers-Ward, B. L. VanMil, R. E. Stahlbush, S. L. Katz, J. M. McCrate, S. A. Kitt, C. R. Eddy, Jr. and D. K. Gaskill: *Mater. Sci. Forum*, **615-617** (2009) 105.
- T. Hori, K. Danno and T. Kimoto: *J. Cryst. Growth*, **306** (2007) 297.
- R. E. Stahlbush, B. L. VanMil, R. L. Myers-Ward, K-K. Lew, D. K. Gaskill and C. R. Eddy, Jr.: *Appl. Phys. Lett.*, **94** (2009) 041916.
- H. Tsuchida, M. Ito, I. Kamata and M. Nagano: *Mater. Sci. Forum*, **615-617** (2009) 67.
- J. Q. Liu, H. J. Chung, T. Kuhr, Q. Li and M. Skowronski: *Appl. Phys. Lett.*, **80** (2002) 2111.
- J. Hassan, A. Henry, P. J. McNally and J. P. Bergman: *J. Cryst. Growth*, **312** (2010) 1828.
- W. Si, M. Dudley, H. S. Kong, J. Sumakeris and C. Carter, Jr.: *J. Electron. Mater.*, **26** (1997) 151.
- A. O. Konstantinov, C. Hallin, B. Pécz, O. Kordina and E. Janzén: *J. Cryst. Growth*, **178** (1997) 495.
- W. L. Zhou, P. Pirouz and J. A. Powell: *Mater. Sci. Forum*, **264-268** (1998) 417.
- T. Okada, T. Kimoto, K. Yamai, H. Matsunami and F. Inoko: *Mater. Sci. Engineer.*, **A361** (2003) 67.
- S. Harada, Y. Namikawa and R. Sugie: *Mater. Sci. Forum*, **600-603** (2009) 963.
- H. Tsuchida, M. Ito, I. Kamata, M. Nagano, T. Miyazawa and N. Hoshino: *Mater. Sci. Forum*, **645-648** (2010) 77.