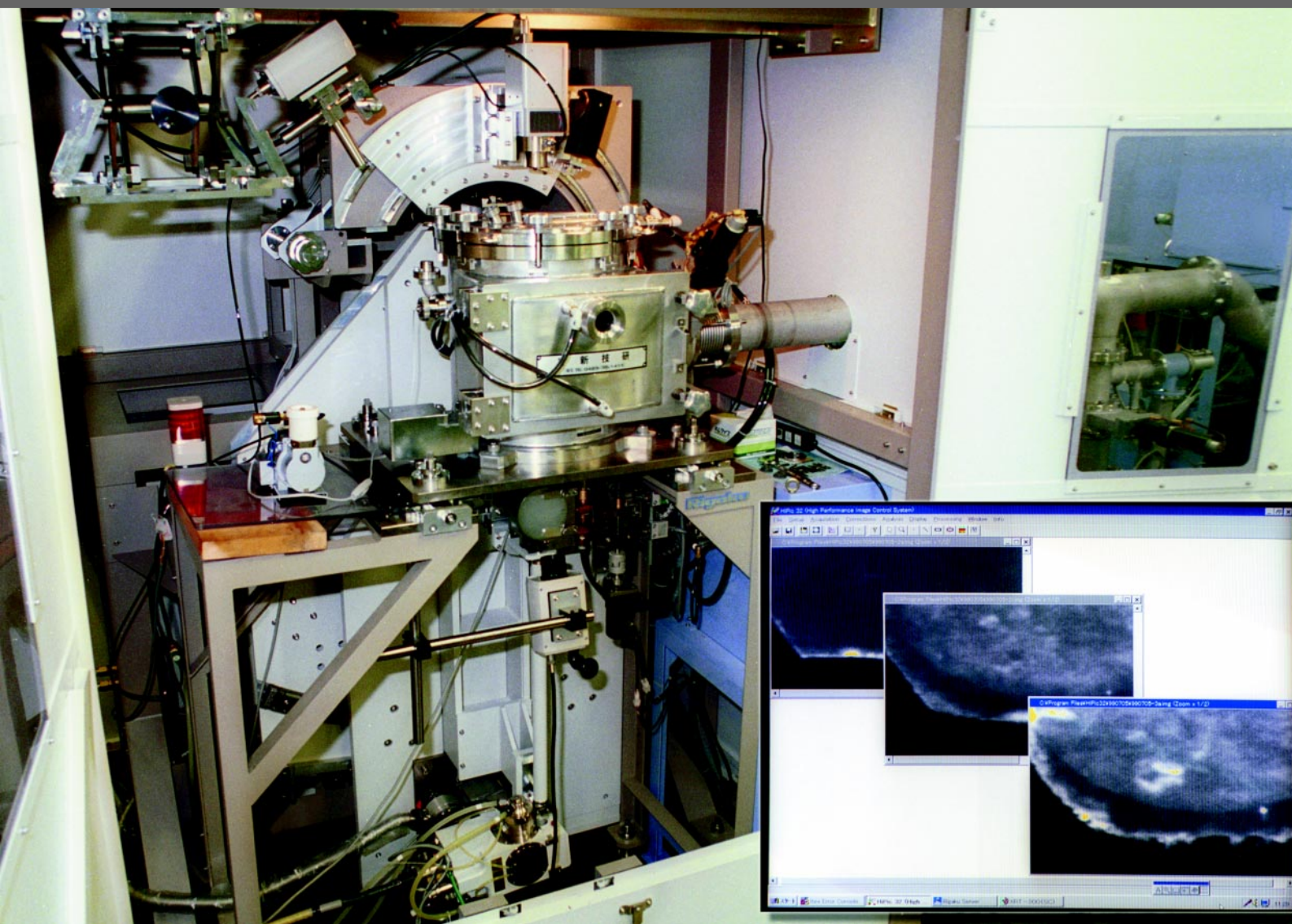


# ETL NEWS

ISSN 0011-846X



## 電総研ニュース

SiC 単結晶成長のX線トポグラフィーその場観察装置の開発  
統一公開、サイエンスキャンプ  
その他

**1999.8** vol.595

# SiC単結晶成長のX線トポグラフィーその場観察装置の開発

## Development of X-ray topography system for in-situ observation of sublimation SiC single crystal growth

ハードエレクトロニクス・ラボ

山口博隆<sup>\*1</sup> (電子基礎部), 西澤伸一<sup>\*2</sup> (極限技術部), 荒井和雄<sup>\*3</sup> (材料科学部)

Hard Electronics Lab.

Hiroataka YAMAGUCHI<sup>\*1</sup> (Physical Science Division)

Shin-ichi NISHIZAWA<sup>\*2</sup> (Frontier Technology Division)

Kazuo ARAI<sup>\*3</sup> (Material Science Division)

e-mail : hiroataka@etl.go.jp<sup>\*1</sup>, nishizawa@etl.go.jp<sup>\*2</sup>, karai@etl.go.jp<sup>\*3</sup>

X-ray topography system for in-situ observation of sublimation SiC single crystal growth has been developed. The feature of SiC single crystal growth inside a closed carbon crucible over 2200°C is captured in real time. The system will clarify the SiC growth mechanism, such as growth rate, defect generation and stress distribution in a growing crystal, depending on temperature, pressure and other parameters. These results will be useful to develop a high quality and large SiC single crystal wafer, and enhance the hard electronics technology.

### 1. はじめに

ハードエレクトロニクスラボでは、通商産業省ニューサンシャイン計画の一環として、21世紀のエネルギーエレクトロニクスを支える新しい超低損失電力素子技術の確立を目指し、「超低損失電力素子技術研究開発」プロジェクトにおいて、炭化ケイ素などのハードエレクトロニクス材料技術の研究開発を進めている。ここでは、産学官が共同してデバイスの基盤となる単結晶基板作製から、CVD、各種デバイス作製要素技術まで、一連の研究開発を行っている。これら一連のデバイスプロセスの根幹をなす炭化ケイ素単結晶基板は、一般に図1に示す昇華法により作製されている。このプロセスは、2000°Cを超える高温、かつ黒鉛るつぼに閉ざされた閉鎖環境の中で、炭化ケイ素粉末を昇華、再結晶化させることで単結晶を作製するもので、ブラックボックスと化した黒鉛るつぼの中では、実際の単結晶成長がどのような様に行われているかを観察することができず、装置毎の経験則に頼った制御により単結晶が作製されている。現在、米国ベンチャーから直径

30~50mmのウェハが商品化され、この分野に活性化をもたらしている。しかしながら、未だ成長した単結晶にはマイクロパイプ(ウェハを貫通する直径数ミクロン程度の穴欠陥)に代表される結晶欠陥が多く存在し、それらの欠陥の発生原因も不明で、現在まで、炭化ケイ素の物性が持つ特性を十分に発揮したデバイスの実用化にはいたっておらず、実用化への

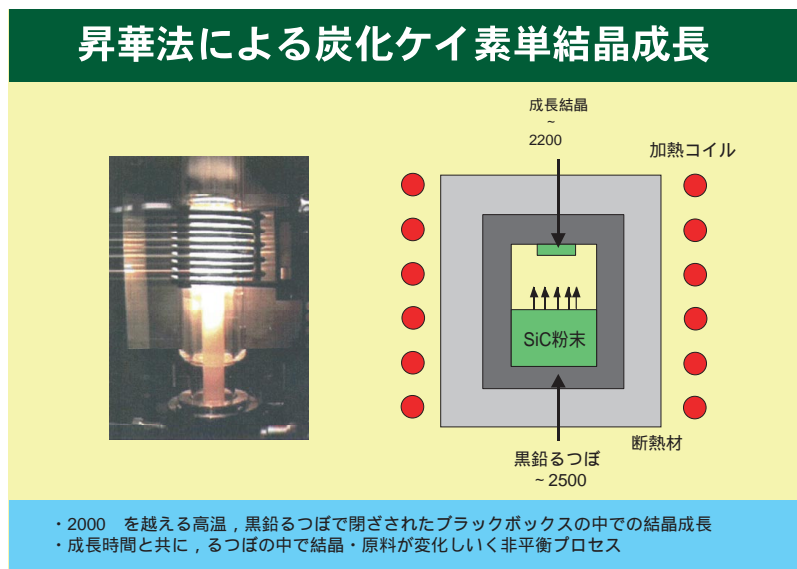


図1 昇華法による炭化ケイ素単結晶成長

## 炭化ケイ素デバイスの応用展開

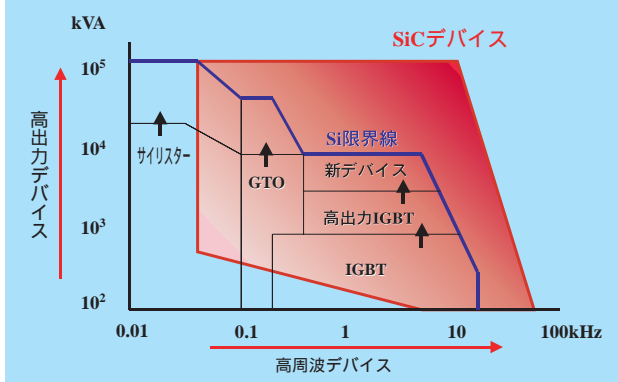


図2 炭化ケイ素デバイスの応用展開

ステップを切るためには、高品質炭化ケイ素単結晶基板作製技術の基盤技術開発が急務となっている。

ハードエレクトロニクスラボでは、この現状を打破するべく、プロジェクトに先立つNEDO新規産業創造型提案公募事業で「X線トポグラフィー結晶成長その場観察装置」を開発し、2000°Cを越える高温、かつ黒鉛るつぼで閉ざされたブラックボックスの中で、SiC単結晶成長その場観察に成功したので紹介する。

## 2. 研究の背景

我が国の電力需要は今後も長期にわたり増大し、特に電気エネルギーの利用割合が拡大していくことが予想される。現在ひろく使われているシリコン半導体を用いた電力素子は、低損失・高速動作において、シリコン物性値からくる理論限界がおとずれることがわかっており、その利用には限界がある(図2)。シリコンを越える次世代パワーデバイス材料として注目されている炭化ケイ素などのワイドバンドギャップ半導体は、絶縁破壊電圧などにおいてシリコンを越える物性値を有しており、炭化ケイ素を用いた超低損失電力素子が実用化されると、例えば変電所などの大電力変換器へ適用した場合、現在のシリコンデバイス変換システムに比べ、電力損失が約1/4になるだけでなく、冷却コストも1/2となると予想されている。さらに周辺回路の簡略化、小型化による立地面積・付帯設備の低コスト化が実現でき、総合コストとしては、さらなる低減が期待され、その省エネルギー効果は、2030年には現状のシリコンデバイスシステムと比較して、約580万KWの省エネルギー化が達成されるものと推算されている(石井格:電総研ニュースNo.581, p8, 1998年6月号)。また、電気自動車において、電力変換素子として炭化ケイ素素子を利用できれば変換損失を現状の1/3以下に、また

## X線トポグラフィー結晶成長その場観察装置

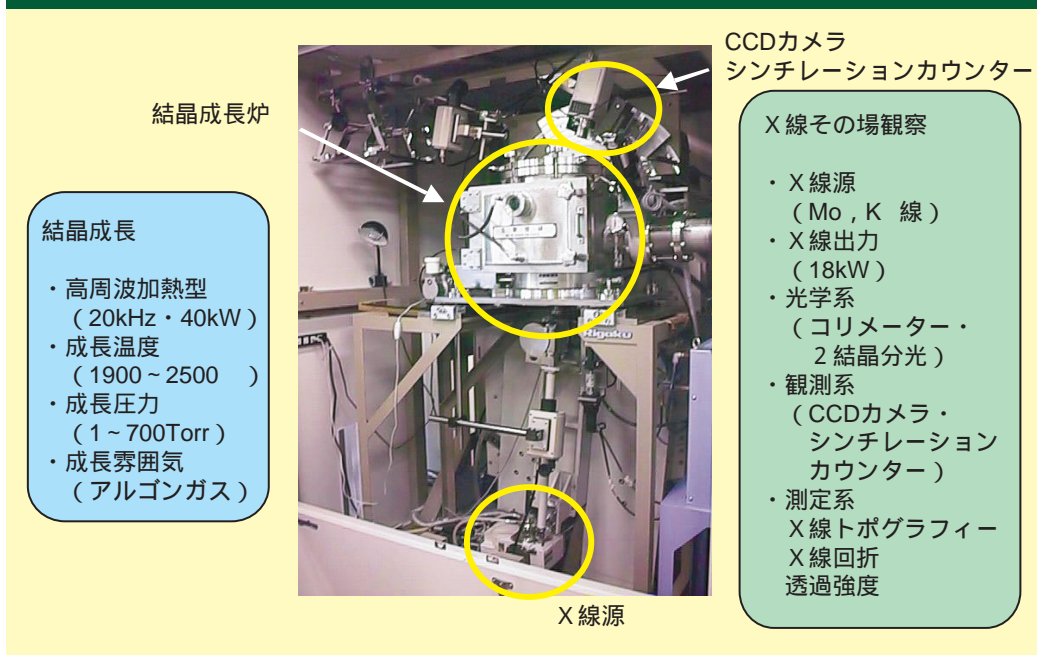


図3 X線トポグラフィー結晶成長その場観察装置

高温動作が可能であることから空冷での運用が可能であり、水冷設備除去により、車体の大幅な軽量化が達成され、電力あたりの走行距離を飛躍的に伸ばすことが可能となる。国際的見地では、今後電力需要が増すであろう発展途上国での立地において、部品・装置の搬送などにおいて有利となり、発展途上国での効率のよい電力ネットワーク構築への貢献が期待できる。

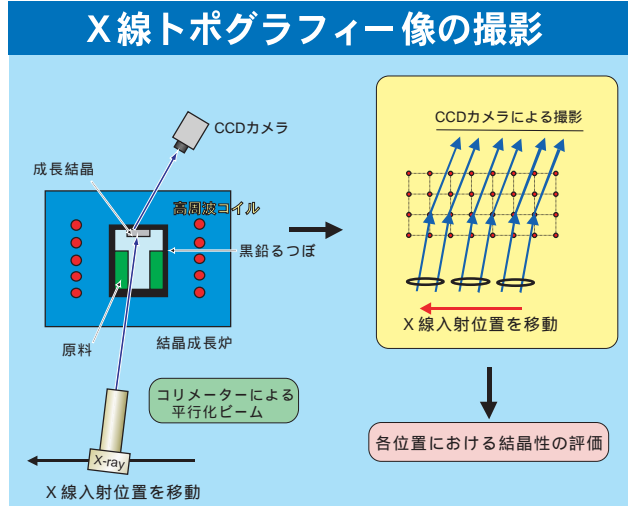
これらを実現するためには、各種デバイスの基盤となる高品質・大口径炭化ケイ素単結晶基板の開発が必須であり、急務となっている。

### 3. X線トポグラフィー結晶成長その場観察装置

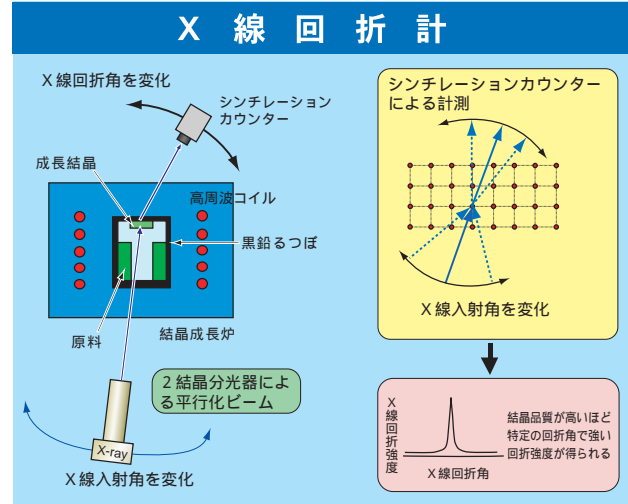
X線トポグラフィーは、試料からのX線回折像をフィルムなどに記録し、試料と像の間に1対1の幾何学的対応をつけ、回折像の強度や方向の分布を観察する方法である。この方法により単結晶中にある転位、積層欠陥、不純物の析出、あるいは、分域構造などが観測できる。本研究ではこの手法を炭化ケイ素の結晶成長に応用し、CCDカメラで受像した回折像をモニター上に実況で映し出すことによって、結晶成長の様子や結晶内部の欠陥のふるまいのその場観察することを目的としている。

本装置を開発するにあたって、昇華法による結晶成長条件(図1)を再現することに留意した。すなわち、黒鉛るつぼのふたに取り付けられた種結晶および成長面を水平に保持し、X線源と検出器をそれぞれ独立に試料を中心に回転させ、X線の入射角と散乱角を調節できるようにした。

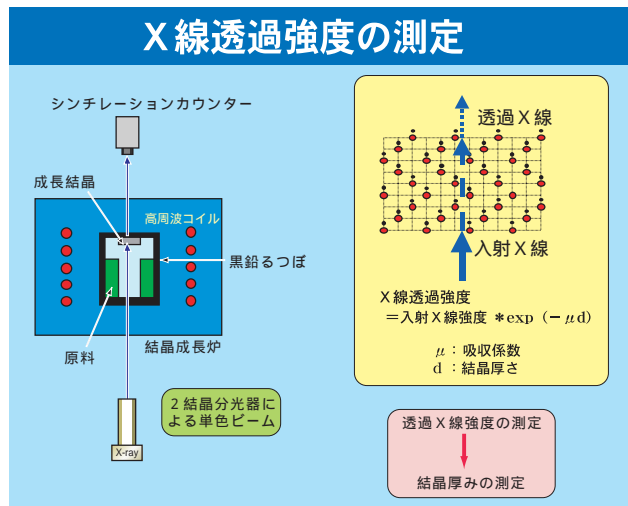
開発した装置の概要を図3に示す。昇華法による炭化ケイ素成長炉の下部からX線を入射する。使用している黒鉛るつぼ、およびるつぼ内のガスはX線の吸収が小さく、入射したX線は成長中の単結晶にて回折・吸収され、るつぼ上部へ抜け、CCDカメラあるいはシンチレーションカウンターにより計測される。開発した装置は、1)X線源を結晶に対して水平に移動させながら、成長結晶からの回折X線をCCDカメラで撮影するX線トポグラフィー(図4a)、2)X線源およびシンチレーションカウンターを、結晶を中心とした同心円上に移動させながら成長結晶からの回折X線強度を計測するX線回折計(図4b)、3)X線源を結晶直下に固定し、成長中の結晶を透過してきたX線の強度をシンチレーションカウンターで計測するX線透過強度測定(図4c)の3モードを有している。本装置を用いて、結晶成長を行いながら



(a) X線トポグラフィー



(b) X線回折計



(c) X線透過強度測定

図4 X線トポグラフィー結晶成長その場観察装置の概要

各々の観察を行うことで、黒鉛るつぼ内の単結晶の成長・エッチングの様子、成長中の単結晶の品質、欠陥の発生、消滅などを観察する。

#### 4．炭化ケイ素単結晶成長のその場観察

図5にアチソン法によって育成された結晶を種結晶として行った結晶成長において、結晶成長中にCCDカメラにて撮影したX線トポグラフィー像の一例を示す。結晶上部に大きな変化が観察される。これは、この部分で炭化ケイ素結晶が成長しており、そこから回折されてくるX線像が変化しているためである。また、成長が進むに従い、結晶中央部に白斑点状の様相があらわれてくる様子が観察された。これは、この部分にマイクロパイプに相当する欠陥が発生していく様子を示していると考えられる。これらはX線トポグラフィーにより昇華法で成長していく炭化ケイ素単結晶の様子を世界で初めて撮影した像であり、るつぼのどの部分でどの様に結晶が成長し、欠陥が発生しているかを、その場観察で調べられることを示している。これらの観察結果をX線回折散乱のダイナミカル効果を取り入れたシミュレーションと比較検討することにより、詳細な解析を行うべく、現在、準備を進めている。炭化ケイ素単結晶は種々の欠陥を内包しており、今後、X線トポグラフィー像と欠陥種類の対応を明確にし、さらに温度・圧力などの条件を変化させて観察を行うことで、結晶成長中の欠陥の発生・消滅・分散・集合などの物理現象を理解し、

制御することが可能となる。

また、シンチレーションカウンターを用いたX線透過強度の計測で、8時間におよぶ結晶成長プロセスで、初期から最後まで約600 $\mu\text{m/hr}$ の一定速度で炭化ケイ素単結晶が成長していることがわかった。結晶成長速度は、結晶成長の基本パラメータであり、成長結晶の品質を決めるとともに、ブラックボックスの中で行われているプロセスの操作時間を決定する。この技術を使うと、リアルタイムで成長中の単結晶の厚さ・長さ、結晶成長速度をモニターでき、温度・圧力・成長時間などの操作条件へフィードバックできるようになる。

#### 5．今後の展望

本開発によって、これまでブラックボックスのプロセスのために、試行錯誤的経験によって行われてきた昇華法による炭化ケイ素単結晶成長に対してX線のメスが入り、初めて黒鉛るつぼ内部の現象を詳細に観察することが可能となった。今後、本装置を活用して、結晶成長中の欠陥の動的挙動、結晶成長条件と成長結晶の品質などの相関関係をより詳細に検討し、炭化ケイ素単結晶成長にフィードバックしていくことで、素子技術の基礎である高品質単結晶基板の作製が可能となり、炭化ケイ素を用いた超低損失電力素子技術開発が促進され、その実用化が加速されることが期待される。

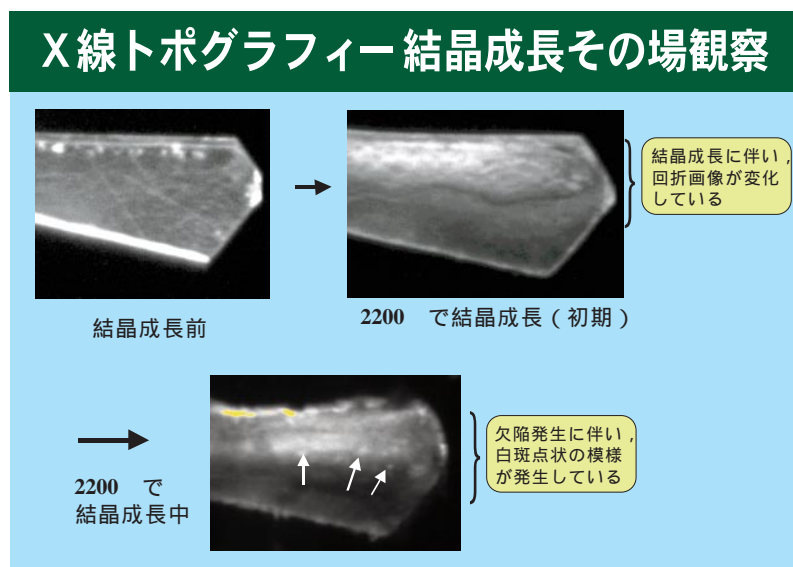


図5 X線トポグラフィーによる結晶成長その場観察

# 1999統一公開

## 1999.7.30

7月30日の統一公開に、当所は、つくば本所と大阪ライフエレクトロニクス研究センター(LERC)を同時に公開し、つくば本所では1,606名、LERCでは229名の方が来場しました。

つくばでは、「もっと愛して、この科学 - 私を未来に連れてって」を統一テーマに、

- 目で見える微小な磁石
- X線顕微鏡 - X線で細胞をみる
- レーザープラズマ
- 新型ブラウン管
- LERCとのネットを通しての紹介と対話
- 半導体中の電子の流れを見る
- 感性で測る街並みの美しさ
- 適応的な口バスト推定を用いた背景のモデリング
- プラズマの応用
- 結晶に触れてみよう
- 電圧の標準
- 未来の電気は太陽から
- レーザーと高速電子の衝突から発生する新しい光

グローバルコンピューティング環境 Ninf の公開を行いました。実際に磁石をさわっての体験や新型ブラウン管(フラットパネルディスプレイ)などに人気が集まりました。

LERCでは「のぞいてみよう。ふしぎな科学のもしろさ」をテーマに、

- 脳はどのように働いているの？
- 脳の中はどうして撮影するの？
- 色を感じるふしぎなしくみ
- どうしてニオイが区別できるの？
- みえない光とは、なに？ みえない光を見てみよう？

の5研究施設を公開しました。また、インターネット体験コーナーを設け子供たちにテレビ対話を体験してもらいました。

来場者の中から、場所が広くコースが分かりにくい、専門家向けと子供向けの説明がほしい、2日間以上公開してほしいなどの意見が出され、今後公開する上での課題も残りました。

### TSUKUBA



受付の様子



目で見える微小な磁石



新型ブラウン管



大会議室会場



レーザープラズマ



結晶に触れてみよう



感性メディア技術とその応用



太陽光発電システム



つくば=大阪ライフエレクトロニクス研究センターとインターネットでテレビ対話

LERC



テレビ会話コーナー



脳コーナー

# サイエンスキャンプ '99

1999.8.3~5

電総研でのサイエンスキャンプが8月3日~5日に行われ、科学技術に興味のある高校生(12名)が参加しました。キャンプでは、直接、研究者の話を聞いたり、指導を受けて、試作、実験し、そして交流も深めました。

## Aコース「模型スターリングエンジンを作ってみよう」- 6名

スターリングエンジンは外燃機関の一つで、高温と低温の二つの温度(温度差)を与えると動きます。そのため、いろいろな熱源を用いて動かすことができるので、環境に優しいエンジンとして注目されています。そこで、熱が機械的な仕事(動力)に変わる仕組みについて、各々自身で自分の模型を作って体験しました。(テキスト参考:電総研ニュース,1999年1月,588号参照)

指導:川田正國、村上 寛(極限技術部)、樹神謙三、佐々木正信、鈴木俊幸、清水賢二(研究設備管理課)

## Bコース「高温超伝導体を自分で作ってみよう」- 3名

- ・超伝導ってどういう現象だろう?高温超伝導体って何?
- ・超伝導体でないもの(銅)から超伝導体をつくる現代の錬金術師になってみよう。
- ・電気抵抗の測定を学ぼう。
- ・高温超伝導体と磁石で遊んでみよう。磁束のピン留めを体感しよう。
- ・自分で作った資料はちゃんと超伝導を示すだろうか、確かめてみよう。

(テキスト参考:電総研ニュース,1998年8月,583号参照)

指導:白川直樹、池田伸一(電子基礎部)



写真 エンジンが完成、パーナーを当てて  
運転開始(真剣そのもの)

写真 ・ ・ 結構、専門的な質問が ・ ・

Cコース「太陽電池を作ってみよう」 - 3名

地球環境に優しいエネルギー源としてよく名前が知られている太陽電池、電卓や時計などにも使われていてとても身近なものです。

- ・ どうして、太陽電池が発電できるの
- ・ 太陽電池を作りながらLSI工場の雰囲気を味わってみよう
- ・ 自分で作った太陽電池はちゃんと発電するか(真夏の太陽の下で)

(テキスト参考：電総研ニュース，1999年9月発行に掲載予定)

指導：坂本邦博、板谷太郎（電子デバイス部）

参加者から・・・

**難しかった点**・・・ピストン部分の接着がうまくいかない動きにくくなる。

**台の製作**・・・初めて工作機械やドリルを使用し、怖かった。

**良かった点**・・・友達ができた。最初の二日間は苦労したが、完成したことが大きかった。

すごく興味があって参加した。

**まとめ**

各コースから、まとめの説明を行い、その後、全体討論が行われた。

**修了式**

梶村所長の挨拶と修了式が行われた。



写真 各コースまとめ



写真 全員集合

写真・・・電流計の針が動いた・・・

テスターで確認、外で太陽電池の電流測定  
30～60mA（角度や傾斜で変化が大きい）

## 人事異動

氏名	(新)	(旧)
平成11年8月1日付		
平賀 隆	大阪工業技術研究所材料物理部長 大阪ライフエレクトロニクス研究センター - の併任解除	超分子部主任研究官
守谷 哲郎	大阪工業技術研究所材料物理部長の併任解除	大阪ライフエレクトロニクス研究センター - 長兼大阪工業技術研究所材料物理部長
小原 春彦	企画室企画班長の併任解除 企画室エネルギー技術研究調整官の併任解除	極限技術部主任研究官兼企画班長兼企画室 エネルギー技術研究調整官
仁木 栄	企画室国際班長の併任解除 企画室国際班国際研究係長の併任解除 国際研究協力推進室国際企画係長の併任解除 企画室企画班長に併任	光技術部主任研究官兼国際班長兼国際研究 係長兼国際研究協力推進室国際企画係長
山名 早人	企画室企画班の併任解除 企画室国際班長に併任 企画室国際班国際研究係長に併任 国際研究協力推進室国際企画係長に併任	情報アーキテクチャ部主任研究官兼企画室 企画班
岩崎 晃	企画室エネルギー技術研究調整官に併任	極限技術部主任研究官

編集 〒305-8568 茨城県つくば市梅園 1-1-4 工業技術院 電子技術総合研究所 0298(54)5059

表紙写真：X線トポグラフィー結晶成長その場観察装置と  
観察画像

URL <http://www.etl.go.jp/> e-mail: info@etl.go.jp

印刷・製本 ニッセイエプロ株式会社