

戦略的創造研究推進事業(ALCA)
「化学プロセス分科会/谷口革新領域」

「高品質 SiC 単結晶薄膜の
革新的低温・高速成長技術の創製」

終了報告書

研究開発期間 平成25年10月～平成31年3月

松本祐司
(東北大学工学研究科、教授)

○報告書要約（和文）

研究開発代表研究者：東北大学 教授 松本 祐司

研究開発課題名：高品質 SiC 単結晶薄膜の革新的低温・高速成長技術の創製

1.研究開発の目的

高品位 4H-SiC 薄膜成長の省エネプロセス技術を確立し、SiC 単結晶薄膜が既存の Si を代替したパワーデバイスの実用化・量産化を加速化し、低損失の電力変換機器の提供とスマートグリッドによるエネルギー高効率利用の実現を通じて低炭素化社会に貢献する。

2.研究開発の概要

(1)内容:

本研究では、vapor-liquid-solid(VLS)法をベースに、結晶成長に及ぼすフラックスの触媒効果を最大限に活用した革新的 SiC 薄膜合成プロセスを開発するために、そのための試験装置、フラックスの高速探索方法、固液成長界面のその場観察技術の開発を通じて、高品質な 4H-SiC 単結晶薄膜を低温液相から高速、かつ選択的に気相成長できるプロセスを確立する。

(2)成果:

VLS 成長において、気相原料の複雑な熱分解過程を排除し、固液界面での結晶成長に及ぼすフラックス効果を中心に調査するため、パルスレーザー堆積(PLD)法をベースにした PLD-VLS 装置を試作するとともに、フラックスの高速探索のためのガルバノミラーを用いた高速ビーム偏向 PLD 装置を開発した。また、固液成長界面のその場観察には、独自の高温真空レーザー顕微鏡を開発し、1800°の高温下での SiC 薄膜の溶液成長界面のリアルタイム観測とナノスケールのステップダイナミクス解析に世界で初めて成功した。本プロジェクトで見いだした新規 Si-Pt 系フラックスは、1250°Cの低温でも、4H 単相、電気特性にも遜色ない高品質な SiC 薄膜を、最大～40μm/h で成長させることを可能とし、溶液成長で課題となっていた成長表面でのステップバンチング化を。“触媒的”に顕著に抑制することが明らかとなった。また、Si-Al 系のフラックスでは、Al が p 型ドーパントとして高効率に働き、現行の昇華法や CVD 法では困難な、特に C 面成長における高濃度の p 型 SiC 薄膜を得ることに成功した。

(3)今後の展開:

VLS 法で、C 面 P++成長が可能となったことは特筆に値し、IGBT コレクタ層としての利用が期待される。また、今後は、使用する原料の純度に注意して残留キャリア濃度の低減化、および大面積化、さらなる高速成長化を検討し、VLS 成長による 4H-SiC 薄膜の、バルク単結晶基板、あるいはエピ成長膜としての実用化を目指す。

○Report summary (English)

Principal investigator: Tohoku University Professor Yuji Matsumoto
R & D title: Innovative Low-Temperature and High-Speed Growth Process
for High-Quality SiC Single Crystal Films

1. Purpose of R & D

The purpose of this project is to establish a new energy-saving growth process for high-quality 4H-SiC films, which allows to replace the existing Si with single crystal SiC in high-power devices, accelerating its commercial applications and mass-production. As a result, our new process for high-quality 4H-SiC films will contribute to realizing a low carbon society, through providing low-energy loss converters for more efficient energy use in a smart grid system in the near future.

2. Outline of R & D

(1) Contents:

In this study, we aimed at developing a new, innovative thin film fabrication process for SiC, based on the vapor-liquid-solid (VLS) mechanism, taking the most advantage of potential catalytic effects of flux on the crystal growth. For this purpose, we designed a test apparatus for VLS thin film fabrication, applied a high-throughput screening methodology for best flux compositions and developed an *in situ* visualization technique of solution growth interfaces. With these all combined, we pursued a process in which high-quality 4H-SiC films can be selectively vapor-grown from a low temperature liquid flux, even at a high-speed growth rate.

(2) Achievements:

In order to investigate and focus on the effects of flux on the crystal growth at a solid-liquid interface by eliminating as much as possible complex thermal decomposition processes of gas sources in VLS, we first tested a pulsed laser deposition (PLD)-based VLS system. In addition, a PLD system with rapid beam deflection by a galvanometer mirror scanner was newly developed for high-throughput screening of best flux compositions. High-temperature vacuum laser microscope system, which was also originally developed in this project, was very powerful for *in situ* observation of SiC solution growth interfaces at high temperatures such as 1800°C with quantitative analysis of nanoscale step dynamics for the first time.

A Si-Pt flux, which was one of the fluxes discovered in this project, has made it possible to fabricate high crystalline, pure 4H-SiC films at the maximum growth rate of ~40 $\mu\text{m/h}$ at 1250°C, with acceptable electric properties. Furthermore, the Si-Pt flux was found to have a significant “catalytic” effect on the suppression of surface step-bunching during the growth. On the other hand, highly- p-type doped carbon-face 4H-SiC films could be successfully obtained by VLS growth with Si-Al flux, where Al is a typical p-type dopant, but they had been difficult to obtain by conventional vapor deposition processes including sublimation growth and chemical vapor deposition (CVD).

(3) Future developments:

It should be noted that highly- p-type doped carbon-face 4H-SiC films could be successfully obtained by VLS growth, and their application as a contact layer in IGBT is expected. The future plans toward commercial applications of VLS-grown 4H-SiC films as epi-layers and/or thick bulk wafers are as follows: (1) further reduction of residual carrier concentration originated from impurities; (2) scaling-up the growth process and increasing the growth rate.