

X線トポグラフィーによる SiC 単結晶基板中の結晶欠陥の非破壊観測

—研究開発から生産工程まで—

Christian Reimann*, Christian Kranert*

1. はじめに

1.1. SiC 市場の概要と応用分野

エネルギーを高効率で利用する技術の開発は人工知能、5G、IoTと並んで現代の科学技術に課せられた直近の重要な課題の一つである。環境負荷を抑えつつ、エネルギー利用効率を高めることを通して持続可能な経済活動を実現するにあたっては、炭化ケイ素 (SiC) を用いた最先端の技術と要素部品が今後重要な役割を果たしていくことになる。また、SiCは、再生可能エネルギーの生成・変換、エッジコンピューティング、クラウドコンピューティング、データセンター等といった大規模な成長市場に適用が広がっているだけでなく、電気自動車産業においてはその成長の鍵を握る重要な材料と期待されている。これらの背景から、SiCは次の十年で最重要な半導体材料となるといえる。

特にパワーデバイス応用に使用される SiC 基板には高品質と経済性が同時に求められる。現在、電力用デバイス市場全体を牽引している主な業界の一つは電気自動車であり、この先数年もそうあり続けることが予想される。SiCは既に車載充電器に使われており、今後更に幅広い部品に使用されると期待される。SiC搭載の電気自動車 (EV)・ハイブリッド電気自動車 (HEV) 市場全体を牽引しているのはメインインバーター市場である。2018年、Teslaが電気自動車のトラクションインバーターに SiC 技術を採用したことは SiC のパワーエレクトロニクス分野への適用における試金石となった。その後二年で、約 100 万台もの SiC 技術を搭載した自動車が路上を駆け巡るようになり、SiC が低損失で高電圧大電流を扱うことができ、かつ、熱伝導度、電気伝導度ともに高く、信頼性も高いことを示したのである。今日ではほとんどの主要な OEM-

EV が SiC を既に使っている、もしくは次世代車に使う方針である。また、電圧 800 V 駆動のバッテリーを搭載した EV については、Si IGBT との比較において優れた性能と費用対効果を示したことで、SiC が EV 分野で非常に重要な市場機会を有していると期待される。EV が大きな将来性をもった市場であることは誰しもが認めるであろうところだが、市場の成長予測や SiC がどの程度電気自動車市場に食い込むかについての見通しにはばらつきがある。この業界の関係者に聞いても EV・HEV における SiC の市場価値予測は非常に幅広い。様々な市場調査をみると、SiC 半導体市場はここ数年爆発的に伸び、2025 年にはデバイスによる収益全体で年間 50 億ドル以上に達するとの論調が大勢を占めている。この収益規模を言い換えると 2025 年には約 18 億個のデバイスが製造されることに相当し、直径 150 mm サイズ換算で 300 万枚以上の SiC ウェーハが用いられることを意味している。Yole Développement 社によれば^{(1),(2)}、EV・HEV 分野における SiC の市場規模 (図 1) は基板からデバイス・モジュールをあわせて 2019 年の 2 億 2,500 万ドルから

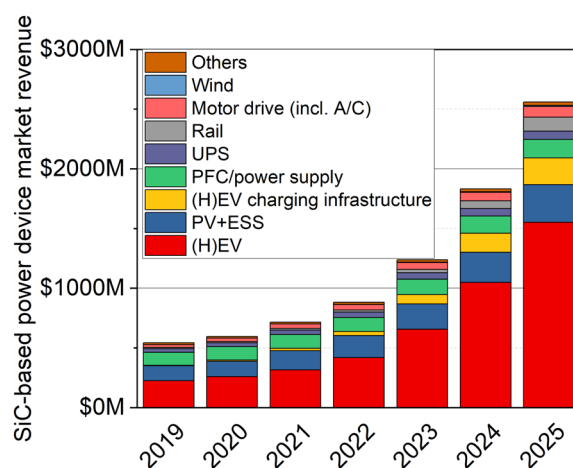


図 1. SiC パワーデバイス市場の成長予測⁽¹⁾.

*フラウンホーファー研究機構・集積回路研究所 (ドイツ)

2025年には15億ドルへと成長すると予想される。この傾向は自動車の電動システム化の程度にも明らかに現れている⁽³⁾。さらにSiCパワーデバイス市場全体の規模は2019年の5億ドルから2025年には25億ドルへ伸びると予想されている⁽¹⁾。

自動車分野以外で次にSiCパワーデバイス市場の成長を担っているのは太陽光発電 (PV) 用インバーターとEV・HEV向け充電インフラである。太陽光発電市場の成長が特に速く、導入のコストを下げるための主要要請の一つにPV用インバーターの効率の上昇が挙げられている。ハイブリッドSiCモジュールは30 kWを超えるシステムに用いられ始め、フルSiCモジュールは100 kWを超えるストリング・インバーターに実際に用いられている。また、EV・HEV向け充電インフラ、特に高電力 (<200 kW) の充電用のものとしてSiCベースの集積デバイスが注目されている。これらのモジュールはSiベースのデバイスと比べ、明確な優位性が示されている。これらの主な3つの応用分野 (EV/HEV, PV, 充電インフラ) で、2019年時点においてすでにSiCパワーデバイス市場全体の65%を占めており、2025年には80%以上を占める可能性を秘めている。

SiC ウェーハという視点でみると、SiC ウェーハ市場全体では図1に示されているものと同様の指数関数的な伸びを示し、次の5年間で10倍以上になると期待されている。この動向、そしてSiC ウェーハ主要メーカーの予測を基にすると世界中のSiC単結晶基板の生産能力と需要の差は今後伸び続け、2023年には50万枚、そして2027年には200万枚以上の150 mm ウェーハが不足することになると予想されている。この需要と供給の不均衡予測はSiCの普及にとって最初の障壁であり、どのようにしてそのSiCの供給不足を補うかが目下の世界の関心事である。このSiC基板の供給不足が原因で、典型的な150 mm 径n型SiC基板の価格は、品質と購入数量次第でばらつきはあるものの、一枚800~1,200ドルと非常に高い価格帯で推移している。ウェーハの価格はもちろんだが、ウェーハ品質も適切な供給元を選択するうえで非常に重要な要素である。少量の最高品質ウェーハを選別して提供するのではなく、高品質のSiC基板を安定供給できる品質レベルを維持してゆくことが、信頼性の高いSiCパワーデバイスを製造するために求められており、特に自動車産業応用ではその傾向が強い。そのためSiC基板を非破壊で評価する信頼性の高い手法が強く望まれている。このような評価法は、欠陥の最適化や基板直径200 mmへのスケールアップといった研究開発現場での業務に貢献するだけでなく、製造現場における品質保証を目的としたインラインへの適用可能性も期待される。

1.2. Fraunhofer IISB, Center of Expertise for X-ray Topography における取り組み

以上の背景を基に、株式会社リガク、リガクヨーロッパ SE と Fraunhofer IISB in Erlangen は Center of Expertise for X-ray Topography をドイツのErlangenに立ち上げた。本連携の目的はSiC業界などの世界中の半導体業界に対して、リガクの先進的なX線トポグラフィー装置であるXRTmicronを用いた評価を通じ、ウェーハ品質や生産の歩留まりに対する理解の深化やその向上を支援することにある。具体例としては、顧客それぞれの特有の要望 (評価ニーズ) に合わせた使用方法を提供することが挙げられる。更に我々は産業界の要求、特に製造現場における高いスループットの達成という要請に適した測定手法や定量化アルゴリズムの開発も行っている。

1985年に設立されたFraunhofer Institute for Integrated Systems and Device Technology IISB (フラウンホーファー研究機構・集積回路研究所) ではパワーエレクトロニクス、エネルギーエレクトロニクス、そして半導体分野における応用研究と開発を“Fraunhofer モデル”と呼ばれる運営方針に則して行っている。その結果、Fraunhofer IISBの活動は、原材料からエレクトロニクスやエネルギーシステムの完成系まで、エレクトロニクスの複合された体系における付加価値連鎖の全体を網羅している。研究は電気自動車分野とエネルギー供給分野に注力している。この分野の顧客に対してFraunhofer IISBは非常に多岐に渡る課題解決法を開発しており、その領域は物質開発、半導体技術と製造、電子部品、デバイス、モジュール、電子部品パッケージと接続技術、シミュレーション、信頼性評価技法、といったものから自動車エレクトロニクスにおけるシステム開発、エネルギーエレクトロニクスそしてエネルギーインフラまでに及ぶ。とりわけFraunhofer IISBは半導体の原材料とその評価に関して様々なノウハウを有している。SiCに関してもFraunhofer IISBは独自の活動を展開しており、SiCホモエピタキシー成長からパワーデバイス、モジュール、そしてシステム統合までの総合的なSiCの価値連鎖への貢献を行っている。

2. SiC 基板、品質への挑戦とデバイス収率の限度

SiC単結晶は物理的気相輸送 (PVT) 法で育成される。坩堝下部の高温の昇華領域で粉末SiCが昇華し、Si₂CやSi₃C₂として上部の低温領域へ輸送され、そこに設置されたSiC種結晶の上に結晶成長が起こる⁽⁵⁾。こうして育成されたSiC結晶はブール (boule) と呼ばれ、成長後に上部と下部が切り捨てられ、残った厚さ20~50 mm程度の領域が利用される。なお、この厚さは、成長プロセスや基板メーカーによって異なる。その後、切り出されたブールは円筒状に研磨さ

れ、最終的な基板の大きさ（直径100, 150, もしくは200 mm）に整形される。このように作られた、いわゆる“パック”（訳注。アイスホッケーのパックを思い浮かべてほしい）はマルチワイヤーソーを用いて、もしくは特別な切断プロセスを経て大抵は厚さ350 μm のウェーハに加工される⁽⁶⁾。そして後にホモエピタキシャル成長が行われる面（通常はウェーハのSi面）にエピレディ処理が行われる。

SiC単結晶基板の質は結晶構造欠陥（以降、単に「結晶欠陥」と呼ぶ）の存在とその密度によって決定される。欠陥の例として、マイクロパイプ（MP）、貫通刃状転位（TED）、貫通らせん転位（TSD）、貫通複合転位（TMD）、基底面転位（BPD）、積層欠陥（SF：Shockley型（SSF）とFrank型（FSF）が存在する）、そして局所的に集中して形成されることが多いSiCポリタイプ（結晶多形）相などがある。これらの結晶欠陥のほとんどは、SiC基板中の欠陥密度を決定することが非常に難しい。その理由として、SiCへの不純物ドーパ量が多く、一般的に用いられる結晶欠陥評価手法であるKOHエッチングやフォトルミネッセンスイメージングといった評価手法が非常に限定された条件の場合のみ適用可能であることが挙げられる。ここに挙げた基板内に存在する結晶欠陥はしばしばエピタキシャル膜に引き継がれることがある。結晶欠陥の伝播の様式を、SiC基板によく生じる結晶欠陥の種類別に図2に示した。TED, TSD, TMD, そしてFSFは基板からSiCホモエピタキシャル膜に貫通する一方で、BPDに関してはエピ膜の成長条件をうまく選択することで、その90%以上をTEDに変換することができる。変換されずに残るBPDはエピ膜中にSSFを生成したり、TSDと組み合わせさっていわゆるキャロット型欠陥を形成したりする要因となる。

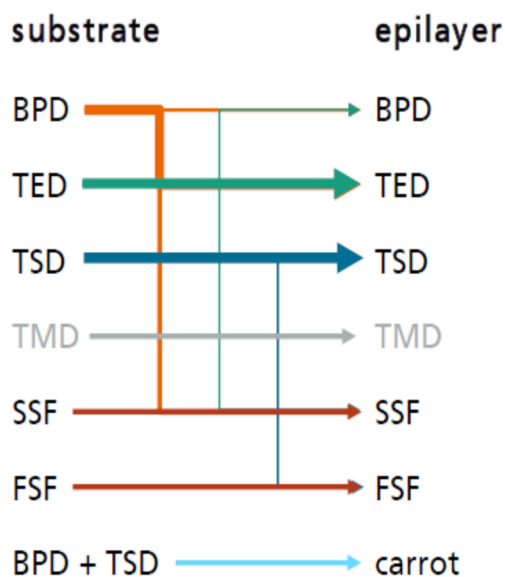


図2. SiC基板内に存在している欠陥がエピ膜へ伝播の様式⁽⁴⁾。

結晶成長過程で生成されるSSFやFSF, キャロット型欠陥や三角形欠陥などの積層欠陥はパワーデバイス製造の収率に大きく影響する主要因となっていることがよく知られている⁽⁷⁾。そのような結晶欠陥の例を図3に示す。例えば三角形SSFや棒状の積層欠陥は、最終的なデバイス品であるSiC MOSFETのボディダイオードのバイポーラ動作によって成長してしまう。また欠陥の量によっては、例えばドレインソース間のオン抵抗値 $R_{DS(on)}$ の上昇といった形で時間の経過と共に無視できない程度にデバイスの静的電力損失が上昇してしまうこともある。そのためこのような結晶欠陥を発生させる根本要因となる転位、例えば基板に元々存在しているBPDの数は可能な限り少なくする必要がある。

3. X線トポグラフィーを用いたR&Dと製造現場における品質保証

今後数年にわたってSiCウェーハの製造能力が凄まじい伸びを示すと予想されることを鑑みると、ウェーハの検査及び評価手法はSiC業界においてその重要性を更に増すこととなるであろう。特に基板、およびパワーデバイスのメーカーは、基板の結晶欠陥の種類やウェーハ全体の欠陥分布、そしてその密度分布といった項目によって評価される品質への理解を深く持つ必要がある。そのような状況を見越してリガクは新しいX線トポグラフィー装置（XRTmicron）を2013年に販売開始し^{(8),(9)}、SiC基板に内在する様々な結晶欠陥を、高分解能で全ウェーハ領域にわたって評価する手段を提供している。Fraunhofer IISBはCenter of Expertise for X-ray Topographyの枠組みの中で、測定のスループット、信頼性、そして正確性の観点で産業界の要請に適った新しい測定方法と欠陥定量アルゴリズムを開発した。

3.1. TSDの検出

リガクのラボスケールX線トポグラフィー装置

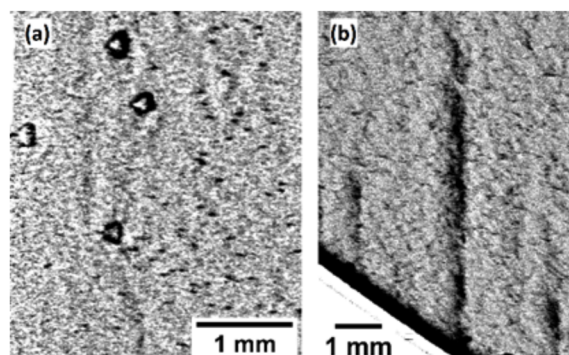


図3. SiCエピ膜内に発生する積層欠陥の例。a) 0008反射トポグラフ像に観測された三角状積層欠陥。b) 1128反射トポグラフ像に出現した棒型積層欠陥（主オリフラは画面下方向に存在）。

XRTmicronを用いて、全ウェーハ領域のTSD密度を定量評価した。TSDはデバイス性能に大きな影響を与えている⁽¹⁰⁾にもかかわらず、KOHエッチングによるTSD検出とその判定が単純ではない⁽¹¹⁾が故にTSD密度はウェーハ仕様の項目に通常含まれていない。そのためTSD検出は産業界に於いて最も早急に解決すべき問題のひとつとなっている。TSDはCu K α 線を用いた0008反射の反射配置トポグラフ像に、強いコントラストを持つ、約50 μ m $\times$ 30 μ mの楕円型斑点として現れるため（図4）、そのX線トポグラフ像を用いるとTSDは容易に検知できるとともに、他の欠陥と区別して認識することが簡単である。我々はTSDの検出・計数アルゴリズムを開発し、150 mmウェーハ全面の欠陥密度を一般的なデスクトップPC

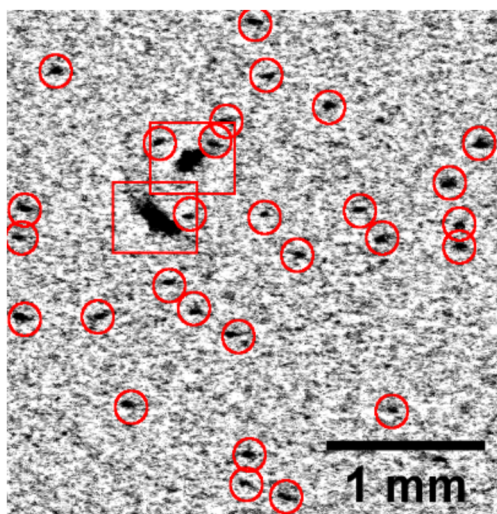


図4. X線トポグラフ像に現れたTSD（円）及びマイクロパイプ（長方形）。

を用いて5分以内で自動算出することができるようにした。このアルゴリズムの正確性は図5の黒い斑点と赤い長方形の印との対応を見るとわかるように、人間が数える場合とほぼ遜色ないものとなっている。我々は更に、トポグラフ像に現れている斑点が実際にTSD由来のものであることを、基板上にエピタキシャル成長した膜のTSDが存在する各箇所表面に現れているピットを調査することで確認した。微分干渉コントラスト（Differential Interference Contrast: DIC）顕微鏡を用いて検出した表面のピットの位置を図5上に黄色の円で示した。また本稿には示していないが、エピタキシャル膜をKOHエッチングして評価した際も同様の結果を示し、互いにほぼ完全に一致していた。以上より、X線トポグラフィーによりウェーハ全領域のTSD密度分布を2時間以内で取得することができる。この所要時間を放射光施設で達成するのは想像し難く、ラボスケール装置のXRTmicronならではの速さである。TSD密度分布図の代表例を二つ、図6に示す。

産業への応用に於いてはスループットを向上させるため、情報の完全性や正確さを妥協することが時折行われる。XRTmicronではウェーハの一部領域を選択して評価することができ、測定時間を短縮することもできる。全ウェーハ領域マッピング（A）の次点策として、部分領域観察方法の案を二つ（B,C）、図7に示した。正方形の関心領域をグリッド状に並べて評価するアプローチ（B, 以下「グリッド測定」と呼ぶ）は半導体業界で確立され、エッチピット計数等で日常的に用いられている方法である。XRTmicronで使用するCCDカメラによって観測される画像高さはウェーハ上で最大16.5 mmであるため（訳注。厳密な最大の画

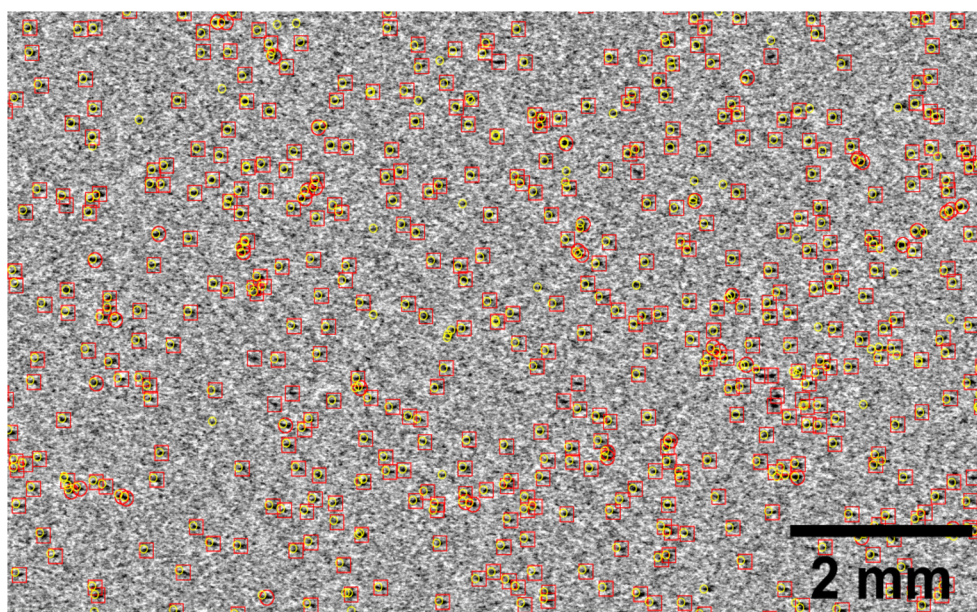


図5. 欠陥の検出位置を重ね書きした、エピ膜付きSiCウェーハのX線トポグラフ像。赤色長方形：X線トポグラフ像解析で検出されたTSD位置。黄色円：微分干渉コントラスト（DIC）顕微鏡によって検出されたピット位置。

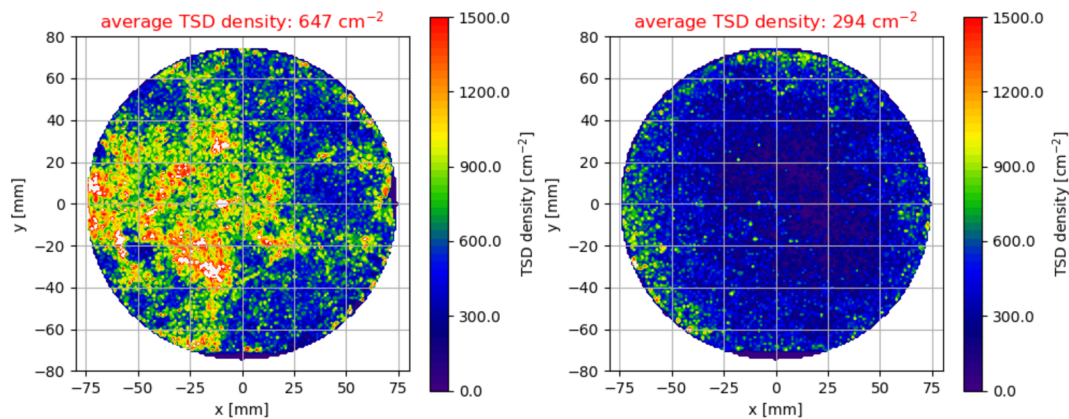


図6. ウェーハ全面のTSD密度分布. TSD密度の高いウェーハ（左）と低いウェーハ（右）の例.

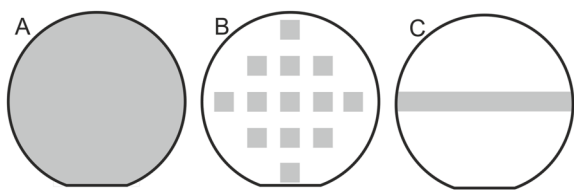


図7. X線トポグラフ撮像部位の設定様式. A: 全ウェーハ領域測定, B: グリッド測定, C: 帯状領域測定. それぞれの様式に於いて, 灰色部を撮像する.

像高さは試料-カメラ間距離によって変化する), 正方形の一辺の長さをこの値を目安とすることが測定時間を第一に考えた時に有効であるといえる. そのような測定条件として現実的な選択肢は15 mm角の正方形領域を評価しつつ, 各々の領域の間隔を15 mmとすることであり, その場合150 mmウェーハ上で計13個の領域を評価することになる.

全ウェーハ領域マッピング手法の一部を流用する方法で測定時間を短縮する方法はウェーハの直径方向に帯状の領域を測定することである (C, 以下「帯状領域測定」と呼ぶ). このとき, 帯の高さに関してはグリッド測定と同様にカメラが見込む領域全体を用いて測定する. 測定時間を最適化していないウェーハ全面マッピングはアライメントと評価を含めて約2時間を要する一方, グリッド測定では毎時2ウェーハ, 帯状領域測定ではほぼ毎時3ウェーハの速さで検査することが可能である.

ウェーハ一枚の平均欠陥密度を算出するにあたって, 前記のように局所的に測定して算出した場合に生じる誤差を見積もるために, 我々はいくつかのウェーハのTSD密度を前述の三つの測定手法で評価した. 全ウェーハ領域マッピングの結果を基準として, 重みづけをせずに単純に測定領域の平均TSD密度を算出すると, グリッド測定で4.9%, 帯状領域測定で16.5%の標準偏差が生じることがわかった. 最も大きな誤差はグリッド測定, 帯状領域測定それぞれで11.7%, 36.9%となり, どちらもウェーハの質が大きく不均一

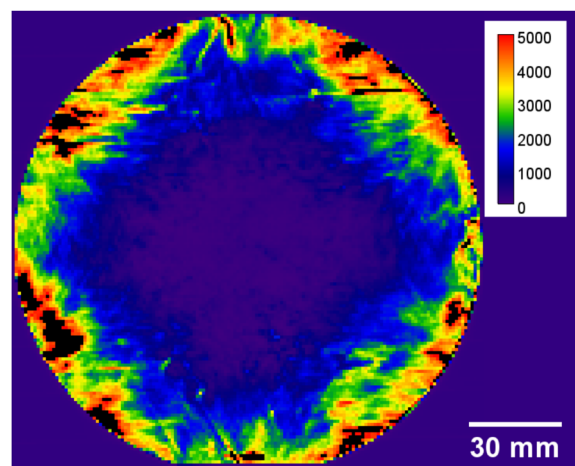


図8. X線トポグラフ像から評価したBPD密度分布像. カラースケールの単位は cm^{-2} .

である場合であった. グリッド測定で生じている誤差は通常のケースでは十分許容範囲である一方, 帯状領域測定で生じる誤差は問題がある大きさである. しかしながらこの誤差は, 評価している帯状領域の平均TSD密度がウェーハ中心の値を重点的に反映した結果になることに起因する. このことを念頭に置いて, TSD密度の結果に対して半径方向に重み付けをして帯状領域測定結果を再解析すると全ウェーハ領域マッピングの結果に対する誤差は標準偏差で6.6%, 最大でも12.9%まで改善する. このアプローチを用いれば, 測定時間の短縮を優先するか, または精度を優先するか, 測定方法の選択肢の幅が広がることとなる.

3.2. その他の欠陥

他のタイプの欠陥についても我々は解析アルゴリズムと測定手法について共同で開発を進めている. 例えばマイクロパイプの検出はともすればTSD解析の延長線上にあるといえる. 加えて我々は非常に先進的なBPD密度評価手法の開発も進行中である. この課題の難しい点は, 評価技法として確立された手法であるEPD (エッチング法) の解析結果と整合性が取れることが要求されていることもあるが, それ以上に重要な

点は、BPDのすべてではなく、薄膜の成長界面に存在するBPDのみがエピタキシャル膜の質に影響することである。我々は既に全ウェーハ領域マップの測定時間をアライメント含め1時間に抑えることができているが、更なる改善の余地があると考えている。我々が得た結果は、既に確立されたBPD測定方法である、KOHエッチング法のエッチピット計数にて校正が掛けられており、それらのデータととても良い相関を示している。結果の一例を図8に示す。

積層欠陥やTEDの検出もウェーハの品質評価にとって非常に重要であり、その評価手法も現在開発中である。

4. まとめ

本稿では産業界の需要に適うレベルでの貫通らせん転位 (TSD) と基底面転位 (BPD) の定量的評価をリガクのラボスケールX線トポグラフ技術を用いることでウェーハ全面にわたって行えることを記した。我々の結果はラボスケールのX線トポグラフィーシステムでSiC基板中に存在する転位の定量評価を高い水準で行えることを顕示しており、X線トポグラフィーによる転位の定量評価がSiCの価値連鎖に属するR&Dや製造における品質保証の分野で非常に大きな利益・価値をもたらすといえる。

(本原稿は英文リガクジャーナル vol. 37, no. 2, (2021) に掲載された論文を、リガクX線研究所の技術者が翻訳したものです。)

参考文献

- (1) Yole Développement: “Power SiC: Materials, Devices and Applications 2020—Market and Technology Report 2020”.
- (2) Yole Développement: “Compound Semiconductor Quarterly Market Monitor, Q3 2020”.
- (3) Yole Développement: “Power Electronics for e-Mobility 2021—Market and Technology Report 2021”.
- (4) T. Kimoto, and J. A. Cooper (Eds): “*Fundamentals of Silicon Carbide Technology: Growth, Characterization, Devices and Applications*”, Wiley-IEEE, (2014).
- (5) P. J. Wellmann: *Semicond. Sci. Technol.*, **33** (2018), 103001.
- (6) M. Swoboda, R. Rieske, C. Beyer, A. Ullrich, G. Gesell and J. Richter: *Mat. Sci. Forum*, **963** (2019), 10–13.
- (7) T. Kimoto, A. Iijima, H. Tsuchida, T. Miyazawa, T. Tawara, A. Otsuki, T. Kato and Y. Yonezawa: In 2017 IEEE International Reliability Physics Symposium (IRPS), (2017), 2A-1.1–2A-1.7.
- (8) 表 和彦: リガクジャーナル, **43** (2012), No. 2 12–18.
- (9) 表 和彦: 表面と真空, **64** (2021), 236–241.
- (10) T. Kimoto and J. A. Cooper (Eds): “Effects of Extended Defects on SiC Device Performance” in “*Fundamentals of Silicon Carbide Technology: Growth, Characterization, Devices and Applications*”, Wiley-IEEE, (2014), pp. 161–165.
- (11) B. Kallinger, S. Polster, P. Berwian, J. Friedrich, G. Müller, A. N. Danilewsky, A. Wehrhahn and A.-D. Weber: *J. Cryst. Growth*, **314** (2011), 21–29.