

平成28年度

戦略的基盤技術高度化・連携支援事業

戦略的基盤技術高度化支援事業

「超高温域の高速成長と低コスト化の単結晶6H SiCインゴット
成長技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成29年5月

担当局 中国経済産業局

補助事業者 一般財団法人 大阪科学技術センター

目 次

第1章	研究開発の概要	
1-1	研究開発の背景・研究目的及び研究目標	… 1
1-2	研究体制	… 3
1-3	成果概要	… 5
1-4	当該研究開発の連絡窓口	… 6
第2章	導入した技術、機器設備について	
2-1	導入した技術について	… 7
2-2	導入した機器設備について	… 7
第3章	補助事業の具体的内容	
3-1	2, 700℃下での単結晶6H SiC高速成長の為の温度コントロール技術の開発	
1)	黒鉛坩堝の素材改良	… 8
2)	誘導コイル(長さ、距離、巻き数)の開発	… 8
3)	坩堝の開発(大きさ、肉厚、コーナー処理)	… 9
4)	SiC原料の最適化(形状、量)	… 9
5)	断熱方法の開発	… 10
6)	反射板の開発	… 10
3-2	2, 700℃雰囲気下での減圧真空技術の開発	
1)	チャンバー内パージ対策	… 10
2)	リーク対処方法の検討	… 11
3)	Heガス使用の検討	… 11
4)	配管接続方法の検討	… 12
5)	パージ効果の開発	… 12
6)	坩堝等からの脱ガスの開発	… 12
3-3	SiC種の初期炭化欠陥防止技術	
1)	坩堝位置とコイル位置関係の最適化	… 12
2)	工程検討	… 13
3)	種の貼り付け開発	… 13
4)	Heガスの効果確認の研究	… 14
3-4	SiC(6H) 大型・高速成長昇華炉の研究開発	
1)	本課題の1)・2)を満足する昇華成長炉の基本設計	… 14
2)	電源とコイル部の結露対策	… 14
3)	温度と圧力と昇華のバランス確認	… 14
3-5	革新的高速成長昇華技術の最適条件の確立と評価	
1)	各パラメーターにおける実測実験	… 15
2)	1)の結果と融合させた実測実験	… 15

3)	5-2 の結果から工程設計、成長実験による補正を行う	…16
3-6	S i C (6 H) の製品評価と解析	
1)	インゴットの観察	…16
2)	インゴットをウエハにして観察する	…17
第4章 全体総括		
4-1	補助事業の成果及びその効果	
1)	2700℃下での単結晶6HSiC高速成長の為に温度コントロール技術の開発	…19
2)	2700℃雰囲気下での減圧真空技術の開発	…19
3)	SiC種の初期炭化欠陥防止技術	…19
4)	SiC(6H)大型・高速成長昇華炉の研究開発	…19
5)	革新的高速成長昇華技術の最適条件の確立と評価	…19
6)	SiC(6H)の製品評価と解析	…19
4-2	補助事業の成果に係る事業化展開について	
1)	想定している具体的なユーザー、マーケット及び市場規模等に対する効果	…20
2)	事業化見込み(目標となる時期・売上規模)	…20
3)	事業化に至るまでの遂行方法や今後のスケジュール	…21
4)	成果(試作品)の無償譲渡や無償貸与	…21

第1章研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び研究目標

1) 研究開発の背景

現在、通信機器関係（タブレット・スマートフォン等）においては通信容量の増大、高速化が著しく進み、それらの問題に対応するためにも高周波デバイスの更なる高周波化、パワー化が急務となっている。

又、情報機器の処理能力の高速化や増大に伴い、スイッチングデバイスにおいても更なる高周波化の要求は増している。

その為にGaNデバイスの需要が増大する傾向にあるが、GaNのエピを乗せる基板に問題を抱えており、コスト的な問題を抱えている。

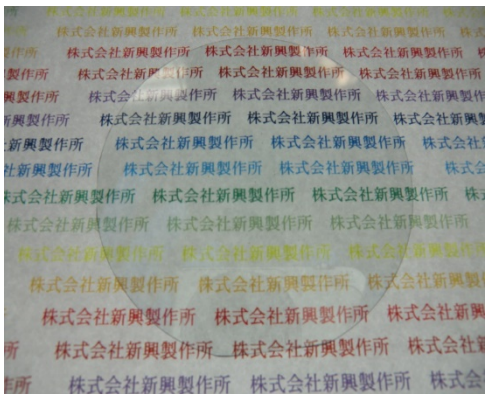
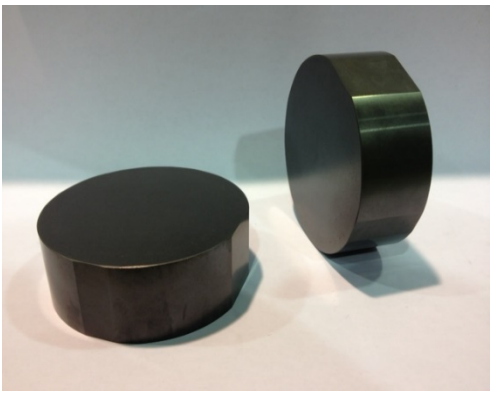
本補助事業により、安価なSiC基板を提供することができるなら、一つの解決策になると確信している。

これまで、国内のSiC研究開発は縦型の高耐圧パワー半導体開発が主流であるため、SiCウエハ基板上にSiCのホモエピを行う必要があり、SiCエピ層に支持基板の欠陥が伝播しないように、結晶欠陥を取り除いた結晶を作ることに注力してきた。

これらの結晶欠陥対策結晶は成長速度が遅く、ゆえに成長量も大きくしにくいことから、ウエハ1枚当たりのコストは必然的に高額となり、安価なものでも¥3万／インチ以上である為、GaN/SiCを必要とする民生用への転換は難しく、低コスト化問題が大きな課題となっている。

これらの理由から、低コストSiCが必要とされると考え、研究開発目標を『¥10,000／インチ』と掲げて、研究開発を推進することにした。

当社は、京都工芸繊維大学の吉本研究室と10年前からSiCに関する協同研究を続けてきており、既に30～35時間の成長時間において30mm前後のL長の3インチ結晶成長を実現しており、その技術をベースに今回の研究テーマに取り組むものである。

	
高純度3インチSiCウエハ (CMP済)	3インチSiCインゴット (研削済)
2013年度写真	2013年度写真

2) 研究目標

- 1) 従来のS i C結晶成長にないコンセプトの昇華法により、高速・長大の結晶成長のプロセスを構築する。
- 2) 結晶成長使用温度域は、高速成長をさせるために2,700度を目標とする。
- 3) 2700度での結晶成長においては、各工程プロセスにおいて従来以上の問題発生が想定される為、それぞれの問題に対して分析・対処する。
- 4) 1インゴットから有効な62枚のウェハを取れるような結晶を造る。

市場要求価格達成のため、研究目標値としては下記の項目である。

項目	4 H S i C 昇華技術	当社の2014年 昇華技術	本開発研究 昇華技術
単結晶成長速度	0.3 mm/h	0.8 mm/h	⇒ 1.2 mm/h
インゴット成長長さ	15 mm	30 mm	⇒ 60 mm
インゴット有効長さ	15 mm	15 mm	⇒ 48 mm
昇華成長温度	2000℃	2400℃	⇒ 2700℃
有効取れ枚数		20枚	⇒ 60枚以上
昇華成長時間	50 h	37.5 h	⇒ 50 h以内

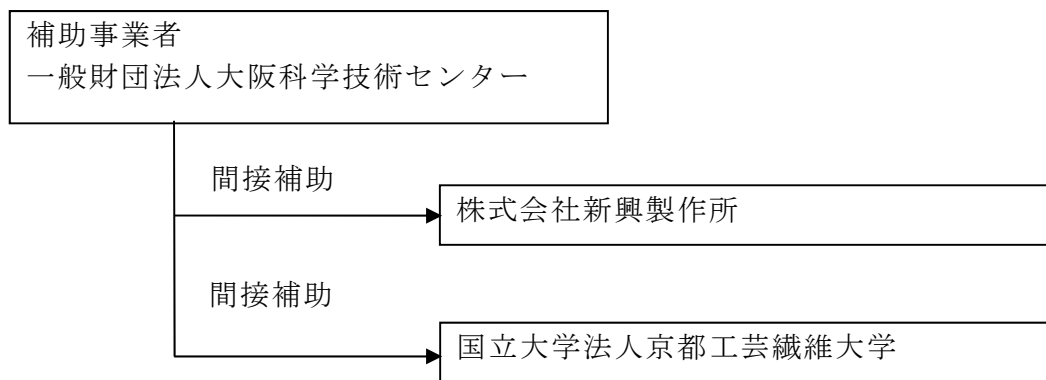
3) 研究開発の取り組み、評価

研究開発の取組として、安価なS i Cウェハ（目標¥10,000/インチ）を製作し市場へ供給する為、次のようなスケジュールを計画し、3年目で計画通り目標達成した。

スケジュール	研究開発の内容
1年目（～2015年3月）	研究開発に必用な機械設備や評価計測器の選定及び導入と立上環境を整備した。
2年目（2015年4月～2016年3月）	研究テーマ毎の基礎実験及びデータ取りと必用な改造を行い、基礎実験を実施した。
3年目（2016年4月～2017年3月）	基礎実験から、総合的に工程設計を行い、高速長尺成長を行い、目標を達成した。

1－2 研究体制 （平成29年3月）

1） 履行体制図



総括研究代表者（PL） 都筑一夫 株式会社新興製作所 材料 G 次長	副総括研究代表者（SL） 吉本昌広 国立大学法人京都工芸繊維大学 副学長・電気電子工学系 教授
--	--

2） 管理員、研究員及び補助員

【補助事業者】 一般財団法人大阪科学技術センター
管理員

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
小島 一哉	常務理事・技術振興部長	7
森山 昌己	技術振興部・副部長	7
川口 満	技術振興部・副部長	7
長谷 実	技術振興部・調査役	7
米田 祥子	技術振興部	7

【間接補助事業者】

研究員

株式会社新興製作所

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
石井 正教	株式会社新興製作所・部長	1, 2, 3, 4, 5, 6
都筑 一夫	株式会社新興製作所・次長	1, 2, 3, 4, 5, 6
丸山 宏司	株式会社新興製作所	1, 2, 3, 4, 5, 6
池田 潤也	株式会社新興製作所	1, 2, 3, 4, 5, 6
川上 直貴	株式会社新興製作所	1, 2, 3, 4, 5, 6

国立大学法人京都工芸繊維大学

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
吉本 昌広	国立大学法人京都工芸繊維大学 副学長・電気電子工学系 教授	3, 6

【実施内容】

1. 2700℃下での単結晶 6 H S i C 高速成長の為の温度コントロール技術の開発
2. 2700℃雰囲気下での減圧真空技術の開発
3. S i C 種の初期炭化欠陥防止技術
4. S i C (6 H) 大型・高速成長昇華炉の研究開発
5. 革新的高速成長昇華技術の最適条件の確立と評価
6. S i C (6 H) の製品評価と解析
7. 事業管理

3) 研究開発推進委員会委員名簿 （平成 2 9 年 3 月）

	氏 名	機 関 名	所 属 ・ 役 職
委員長	都筑 一夫	株式会社新興製作所	材料 G 次長
委員	吉本 昌広	国立大学法人京都工芸繊維大学	副学長・電気電子工学系 教授
	浅野 幸宏	株式会社新興製作所	代表取締役社長
	石井 正教	株式会社新興製作所	管理部長
アドバイザー	木下 博之	三菱電機株式会社	高周波光デバイス製作所 高周波部高周波デバイスプロダクト課専任
オブザーバー	原田 昌子	経済産業省 中国経済産業局	地域経済部産業技術連携課 地域技術係長
	巽 哲夫	経済産業省 近畿経済産業局 (独立行政法人 中小企業基盤整備機構)	ものづくり中小企業支援アドバイザー (ものづくり支援コーディネーター)
	西藤 真太郎	経済産業省 近畿経済産業局	地域経済部産業技術課ものづくり産業支援室 ものづくり支援第二係長
事業管理機関	小島 一哉	一般財団法人大阪科学技術センター	常務理事・技術振興部長
	森山 昌己	一般財団法人大阪科学技術センター	技術振興部 副部長

	川口 満	一般財団法人大阪科学技術センター	技術振興部 副部長
	長谷 実	一般財団法人大阪科学技術センター	技術振興部 調査役

1-3 成果概要

- 1) 2700℃下での単結晶6H SiC高速成長の為の温度コントロール技術の開発
初年度の導入設備を使用し、蓄積したデータとの相関を見ながら基礎実験および随時改良や改造を実施した。

2年度から高速成長実験を行い、最終年度は、長尺結晶の応用実験を実施した結果、炉内の設計改善、操作パラメータ等の改善を行い、炉内温度は2600℃以上の高温域で、目標60mmに対して58.2mmと目標の97%を達成し、その結晶の有効長48mmから62枚のウェハを得て、目標を達成できた。

- 2) 2700℃雰囲気下での減圧真空技術の開発

高温・低圧になると、思わぬところから不純物がガス化し出てくることが解かり、結晶成長や炉材の耐久性に影響する事が判った。

活性化している不純物分子は、炉材の浸食や成長中の結晶成長への影響があるので管理下に置く必要があり、2年度はリークによる大気の侵入や炉材等の持ち込み不純物の問題に順次対処し工程改善、段取り改善、設備改善に取り組み、減圧問題に対処した。

最終年度は、これ等の基礎実験を基に結晶の45hの高速長尺成長を行い、長尺化に向けた結晶育成を行い、結晶性として問題のないものができた。

- 3) SiC種の初期炭化欠陥防止技術

初期炭化の欠陥防止技術は、結晶品質向上、歩留り向上から重要なテーマである。1) 2)の進捗により関連テーマとして修正が必要になり、其々の問題点を把握し、基礎データを蓄積した。

最終年度は、京都工芸繊維大学で種の表面改質等のテストを実施、貼り合わせ種の効果を実験検証し確認し、58.2mmの結晶において目標の48mmの有効結晶部を確保できた。

- 4) SiC(6H)大型・高速成長昇華炉の研究開発

2年度は、基礎実験に依り、問題点の洗い出しや対応策を必要時に実施した。最終年度は、長尺結晶の応用実験および結晶成長の研究開発を実施し、目的の結晶を成長させることのできる高速成長炉の開発に成功した。

- 5) 革新的高速成長昇華技術の最適条件の確立と評価

4)とも同調し、4)で考えられた設備で行った基礎実験データを基に、長尺結晶の応用実験および結晶成長の工程確立と評価を行い、最終的に目標を達成する最適条件を確立した。

6) S i C(6 H)の製品評価と解析

京都工芸繊維大学の共同研究でS i Cインゴットを切断研磨して、ウエハの観察と評価を実施し、単結晶ウエハとして問題ないことを確認した。又、成長させた単結晶S i Cが6 Hであることも確認した。

1－4 当該研究開発の連絡窓口

(事業管理機関)

所属・氏名：一般財団法人大阪科学技術センター 技術振興部 川口満

E-mail：m.kawaguchi@ostec.or.jp

電話番号：06 - 6443 - 5322 FAX：06 - 6443 - 5319

(間接補助事業者)

所属・氏名：(株)新興製作所 管理部 石井正教

E-mail：m.ishii@sinko-fh.co.jp

電話番号：0868- 29 - 1200 FAX：0868- 29 - 6700

第2章 導入した技術、機器設備について

2-1 導入した技術について

基本的には、京都工芸繊維大学と新興製作所において10年来行ってきた協同研究の成果がベースである。

結晶成長の考え方としては、長尺結晶と言っても目標は60 mm程度の昇華法による高速成長であることから、考え方としては連続した薄膜成長の結果が60 mm厚になると考え、これまでの薄膜成長技術の考え方を導入した。

薄膜結晶成長のファクターはいくつかある。

- ① 原料部と種部の距離は 近>遠
- ② 坩堝内拡散速度は 大>小
- ③ 坩堝内温度勾配は 大>小
- ④ 坩堝内分圧は 高い>低い
- ⑤ 坩堝内活性元素は 多い>少ない
- ⑥ 坩堝内温度は 高い>低い

60 mm長の従来の倍近い結晶を作ろうとするのであるから、①に関しては不可能である。それならば、⑥の坩堝内温度を2700度まで上げ、原料昇華を促進することにより、④の坩堝内分圧を上げる。坩堝を含む炉組設計において、③の坩堝内温度勾配を大きくすることにより、坩堝内の熱エネルギーの流れをコントロールし、②の坩堝内拡散速度を大きくとることができれば、①の問題を抱えていても十分に60 mmの高速成長は可能であろうと考えた。

2-2 導入した機器設備について

新興製作所に設置した設備

- 2】-1 昇華成長炉 1台 (2014年度導入)
- 2】-2 真空乾燥機 3台 (2014年度導入)
- 2】-3 測定顕微鏡 1台 (2014年度導入)
- 2】-4 実体顕微鏡 1台 (2014年度導入)
- 2】-5 真空マッフル炉 1台 (2014年度導入)
- 2】-6 ヘリウムディテクター 1台 (2014年度導入)

京都工芸繊維大学に設置した設備

- 2】-7 ウェハ貼付け装置 (2014年度導入)
- 2】-8 ドラフトチャンバー (2015年度導入)
- 2】-9 蛍光顕微鏡 (2016年度導入)
- 2】-10 パーティクルカウンター (2016年度導入)
- 2】-11 純水製造装置 (2016年度導入)

第3章 補助事業の具体的内容

3-1 2700℃下での単結晶6H SiC高速成長の為に温度コントロール技術の開発

1) 黒鉛坩堝の素材改良

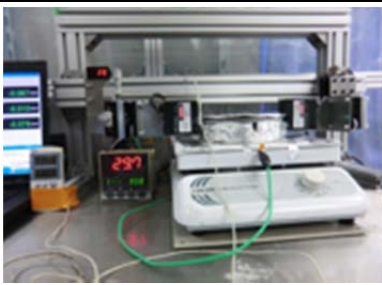
i) 補助事業の具体的内容

本補助事業においては、結晶成長に高周波誘導加熱を用いた昇華法で行う為、まず発熱体としての黒鉛坩堝の材料選定と安定性が一番重要であり、次いで断熱材として使用する黒鉛部材の選定・管理が必要になる。

ii) 重点的に実施した事項

高周波誘導加熱は【発生ジュール熱＝渦電流²×抵抗×時間】を利用するため、黒鉛坩堝の固有抵抗値の安定が絶対必要条件であり、かつ2700度の温度では熱膨張も大きな問題になるため、管理していく必要がある。

固有抵抗値の管理	
	メーカー値の弊社測定値との相関を取り Cpk 管理を行った。 これにより、安定した温度でのデータ取得が可能になり、工程設計を行うことができるようになった。
抵抗測定器	

調査方法		調査結果と要求規格
	左図の熱膨張測定器を作って、線熱膨張係数の測定を行い、メーカー測定値の検証と相関確認を行い、線熱膨張を評価・管理した。	カーボン蓋の線熱膨張係数を調査し、メーカー測定値を基準に狙い値3.27を内規とした。

2) 誘導コイル（長さ、距離、巻き数）の開発

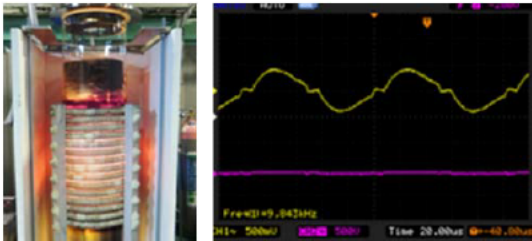
i) 補助事業の具体的内容

従来以上の大きさのインゴットを成長させるためには、その成長量に見合った原料が黒鉛坩堝内に必要となり、かつ従来以上の成長時間が必要であるため、成長時間中は2700度の高温に耐えられる坩堝が必用になる。

結果として、黒鉛坩堝肉厚が厚くなり、原料容量が増大し、結晶成長に必要な空間も大きくなるために、坩堝が従来よりも2倍位の大きさになる。

その黒鉛坩堝の外側を2700度で保温する断熱材で囲う為、チャンバー径も大きくする必要がある、当然ながらコイル径はチャンバー径よりもさらに大きくする必要がある、それなりのコイル長が必要になる。(コイル直径×3.14×巻き数)

ii) 重点的に実施した事項

研究開発の内容		結果
坩堝の容積から周波数を 9 kHz に落とし、浸透深さを 16~18mm とした。下記の仕様の誘導コイルを設計製作 仕様銅管 $\Phi 26 \times t3$ コイル内径 $\Phi 300$ コイル高さ 500 ターン数 15 冷却水回路	基礎実験による解析と測定実施  操炉 高周波波形	高周波波形で得られたデータにより、基礎実験を完了した。

3) 坩堝の開発 (大きさ、肉厚、コーナー処理)

i) 補助事業の具体的内容

コイル設計から、坩堝の容積 8L 以上を確保できたので、黒鉛坩堝設計の自由度が上がり、従来型からの延長で、順次大型結晶用黒鉛坩堝の結晶成長実験が出来るようになった。

ii) 重点的に実施した事項

年度	坩堝仕様	備考
2014 年度	坩堝仕様 Ver.3	従来坩堝改造
2014 年度~2015 年度	坩堝仕様 Ver4	1.5 倍結晶対応
2015 年度	坩堝仕様 Ver4 隠し	1.5 倍結晶対応用改造
2016 年度	坩堝仕様 SP	長尺対応坩堝

4) SiC 原料の最適化 (形状、量等)

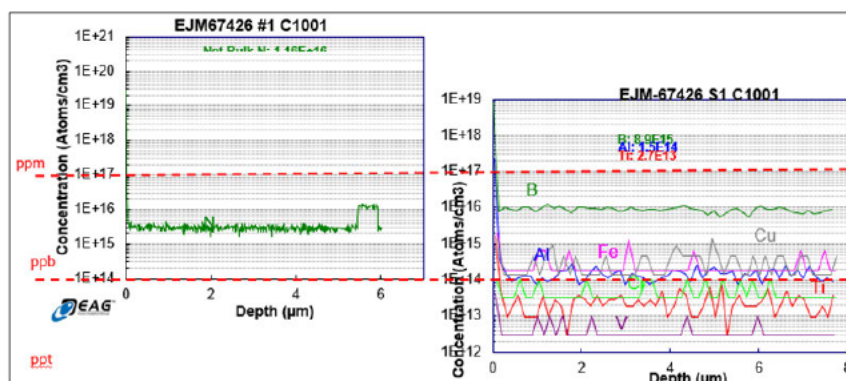
i) 補助事業の具体的内容

結晶成長初期において、原料は小さいほど単位時間当たりの昇華量が低く、大きいほど単位時間当たりの昇華量が高い傾向にあることが実験から判明した。これらの組合せが結晶成長初期には重要であることから適正な SiC 原料の最適化を実施した。

ii) 重点的に実施した事項

不純物に関しては、原料の前処理等により、結晶成長には影響のないレベルに達していると判断するが N と B は 1~2 桁多い。

不純物が多いと昇華温度も異なり坩堝内分圧を不安定にする原因となる。



5) 断熱方法の開発

i) 補助事業の具体的内容

CC コンポジットでは、2700℃の温度帯では耐久性に大きな課題があり、本補助事業では、カーボンフェルトを断熱材として採用した。

ii) 重点的に実施した事項

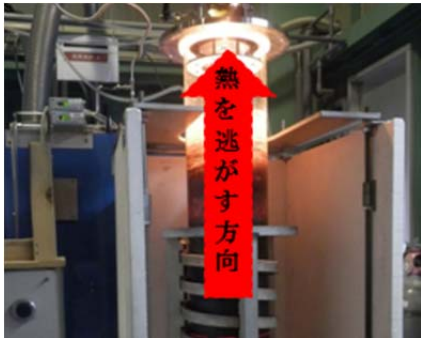
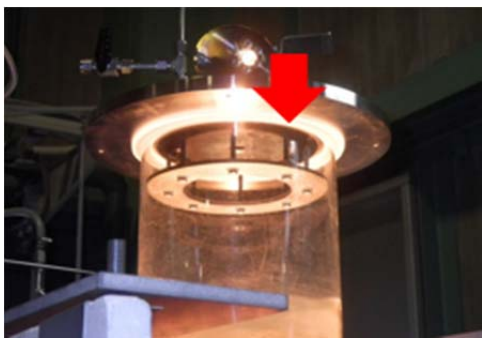
	熱の逃がし方として、基本は放射熱が主体と考え、光路の確保と投射面積等を考慮し、反射板の構造ともリンクさせて図面上断熱構造を設計し、テストを繰り返して最適と思われる条件を見つけ、実験により確認を行った。
---	---

6) 反射板の開発

i) 補助事業の具体的内容

坩堝内に熱を封じ込めて高温を維持しなければならないが、昇華炉の形状から、横方向は面積が広いが自由度は小さく、上下方向では比較的小面積ではあるが自由度は高い、この空間を利用して逃がしたいだけの熱(光)を外に放射させ、それ以外の熱(光)を元の炉に投射させてやるかを考え、成長実験を繰り返して最適条件を作り込んだ。

ii) 重点的に実施した事項

熱の逃がし方を改良 	シーリングゴムが溶けないよう改良 
--	--

3-2 2700℃雰囲気下での減圧真空技術の開発

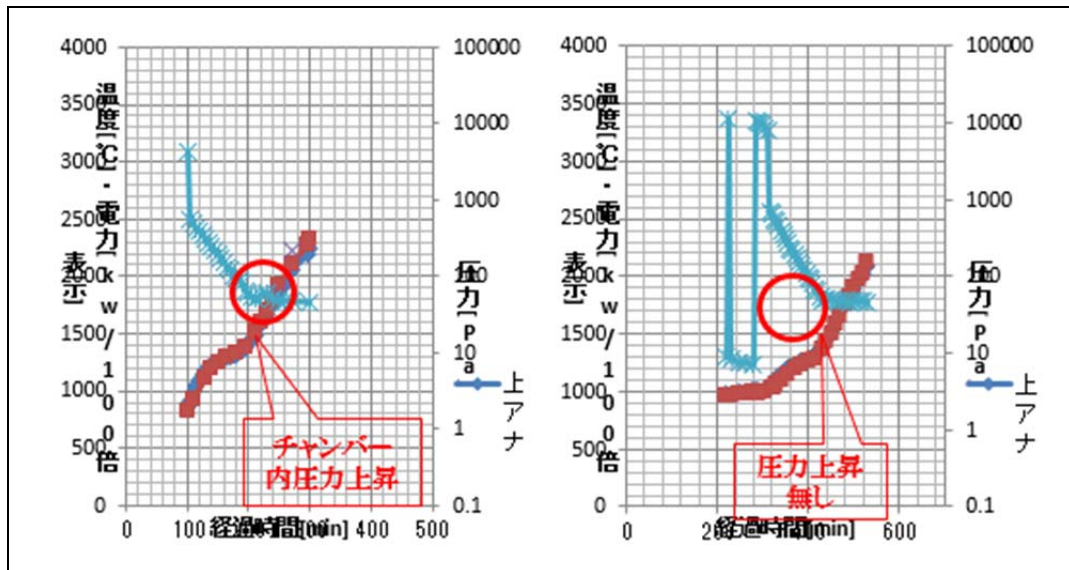
1) チャンバー内のパージ対策

i) 補助事業の具体的内容

チャンバー内不純物対策として、1000度までの昇温時に工程内パージを数回行い、炉内の初期不純物を除去、チャンバー内不純物の影響を最小限にした事で、昇温行程中の異常圧力変動を最低限にすることができた。

ii) 重点的に実施した事項

炉材等の前処理等の見直および工程改善の結果、1500～1800℃付近でのチャンバー内の圧力変動がほとんど見られなくなった。

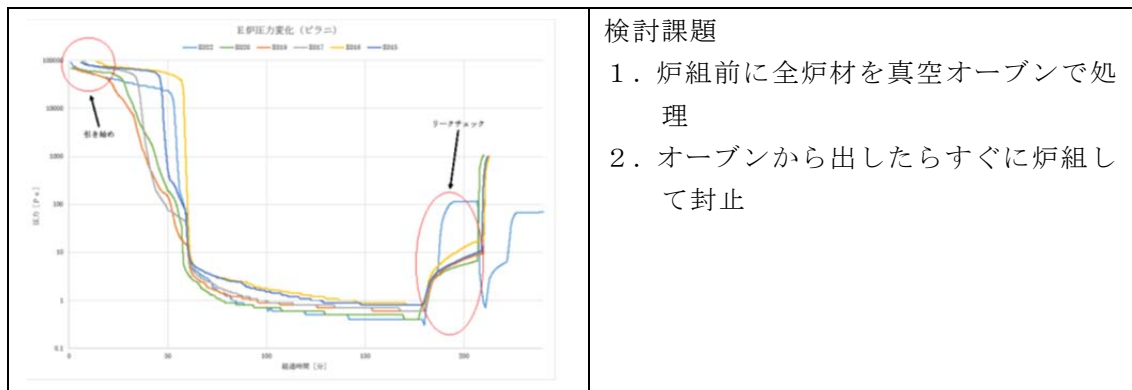


2) リーク対処方法の対策

i) 補助事業の具体的内容

坩堝昇降部の設計変更を行い改造した、真空ポンプ等のオイル交換を定期的の実施。又、フランジ部、摺動部等の装置の改善対策を行い、配管部・チャンバー部等のリークチェックにより作業員の技術向上と意識改革を図った。

ii) 重点的に実施した事項



3) He ガス使用の改善

i) 補助事業の具体的内容

配管接合部のリークチェックを行いリークがあれば、直ぐに交換等の対策を行うよう維持管理を継続実施した。

ii) 重点的に実施した事項

毎回のリークチェックの補助 (チャンバー・配管系)



リークチェック時にヘリウムディテクターを使用してリーク箇所の確認を行う。

4) 配管接続方法の開発

i) 補助事業の具体的内容

ガスケットの劣化や熱による収縮等によるリーク発生の可能性があるため確認を行い、配管接合箇所の長寿命化を図った。

ii) 重点的に実施した事項

リーク発生の可能性が高い個所や接合部に関しては、ガスケットの変更、及び接合部固定支持等の追加を実施した。

5) パージの効果の開発

i) 補助事業の具体的内容

結晶成長時に不純物等の余分な分子がチャンバー内に存在することは好ましくないが、量産性や作業効率を考慮して最低限のレベルを許容する必要がある為、パージ工程を基本工程設計の中に取り込み、実験確認を行った。

ii) 重点的に実施した事項

真空オープンでの黒鉛部材の脱気保管と工程内パージで安定した成長の再現性確保と長時間成長時の炉材の消耗低減を確立した。

これにより、黒鉛坩堝内分圧が安定し成長結晶においても好結果が出ている。

6) 坩堝等からの脱ガスの開発

i) 補助事業の具体的内容

坩堝等からの脱ガスを防ぐ為、真空オープンで200℃に加熱、及び真空引きにより炉材等からガス成分や水分等を極力抜くよう保管管理を行い、使用時には直ぐに作業に入り大気に触れる時間を減らす様にした。

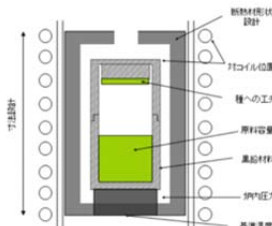
ii) 重点的に実施した事項

	坩堝等からの脱ガスを最小限に抑える為、真空オープンから短時間での装脱着を実施した。
---	--

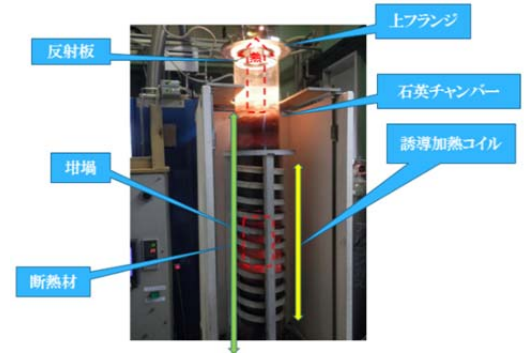
3-3 SiC種の初期炭化欠陥防止技術

1) 坩堝位置とコイル位置関係の最適化

i) 補助事業の具体的内容

昇華炉の図解	研究開発の内容
	成長初期の1～8時間の結晶状態の確認実験を行い、坩堝位置とコイルの位置関係の最適化を行い、初期の目標である基礎設計で、35時間成長テスト・解析・改善を行った。

ii) 重点的に実施した事項

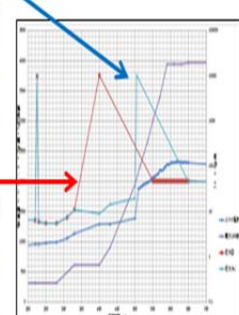
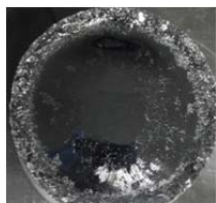
	各パラメータを設定するたびに、35時間成長テスト・解析・改善を行った。 (各研究課題の進み具合により最適と思われる位置関係は変化する)
---	--

2) 工程検討 (パワー、減圧、移動)

i) 補助事業の具体的内容

【1-1】の研究と合わせて、初期の目標である基礎設計・実験・解析・改善の基礎実験を行い、本年度で45h成長実験を実施。

ii) 重点的に実施した事項

一定パワー投入時の減圧タイミングの改善	
異方性の対策 成長開始温度、減圧開始温度を<u>高く</u>する - 加電タイミングを早くする - 減圧タイミングを遅くする 炭化の対策 成長開始温度、減圧開始温度を<u>低く</u>する - 加電タイミングを遅くする - 減圧タイミングを早くする 	 通常工程  減圧工程

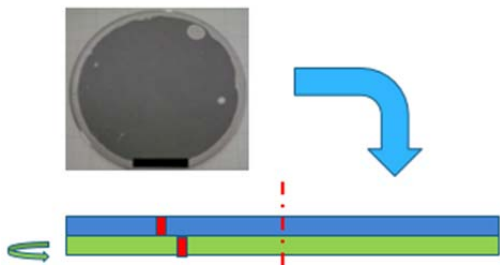
3) 種の貼付け開発

i) 補助事業の具体的内容

京都工芸繊維大学に装置導入、レーザー光による基本貼付け実験をスタートした。レーザー光の力を使って2枚のSiCウェハを貼り合わせ、改良した種を作ることを目的とする。



ii) 重点的に実施した事項

	2枚のウェハを貼り合わせることに より、微妙なずれが発生し、貫通欠陥 を遮断する。 その為には、2枚のウェハを貼り合わ せた時の気泡を極力無くす。
---	--

4) He ガスの効果確認の研究

i) 補助事業の具体的内容

ヘリウムガスを不活性ガスとして結晶成長テストを行う。

ii) 重点的に実施した事項

電子数の少ないヘリウムガスを不活性ガスとして検討、評価した。

ヘリウムは電子数が少ないので結晶成長時における黒鉛坩堝内でのプラズマ発生
の減少が考えられ、結晶成長に寄与するかと考えたが、ガスの拡散性による降
温時の時間短縮のみであり、価格に見合うメリットは見受けられなかった。

3-4 SiC(6H)大型・高速成長昇華炉の研究開発

1) 本課題の1)・2)を満足する昇華成長炉の基本設計

i) 補助事業の具体的内容

基礎実験を行った基礎データより、45h成長の工程設計を行い、長尺黒鉛坩
堝による実験・評価・分析を繰り返すことにより、最終工程設計と条件を決め、
45時間成長において最終的にL長58.2mmの結晶を成長させることができた。

ii) 重点的に実施した事項

基礎データを基に45時間の工程設計を行い、成長実験を行うことにより条件
を詰め、分析することにより工程設計変更と条件とのバランスを詰めることによ
り、58.2mmの結晶成長を実現した。

2) 電源とコイル部の結露対策

i) 補助事業の具体的内容

電源とコイル部の結露対策として盤内クーラーの効果と、チャンバーに対する
外部からの対流状態を確認した。

ii) 重点的に実施した事項

今回パワー素子部に盤内クーラーを設置、効果が出ていることを確認した。
パワー素子が発生する熱に対して盤内クーラーの効果があり、電源内部の温度を
65度以下に保つことができた。

又、チャンバーとコイル部においても強制的対流により、コイル部の結露を防
止できることを確認した。

3) 温度と圧力と昇華のバランス確認

i) 補助事業の具体的内容

2年目迄は操炉して基礎実験を行い基礎データの収集を行った。

3年目は長尺坩堝による45H成長工程の実験を繰り返し、結晶確認することにより、工程設計、設定条件の微修正を繰り返し、最終的に45hで58.2mmの6HSiC結晶を作る条件を見つけることができた。

ii) 重点的に実施した事項

45時間成長の基本の工程設計を行い、PDCAにより微修正を加えながら45hで58.2mmの長尺結晶を作ることに成功した。

3-5 革新的高速成長昇華技術の最適条件の確立と評価

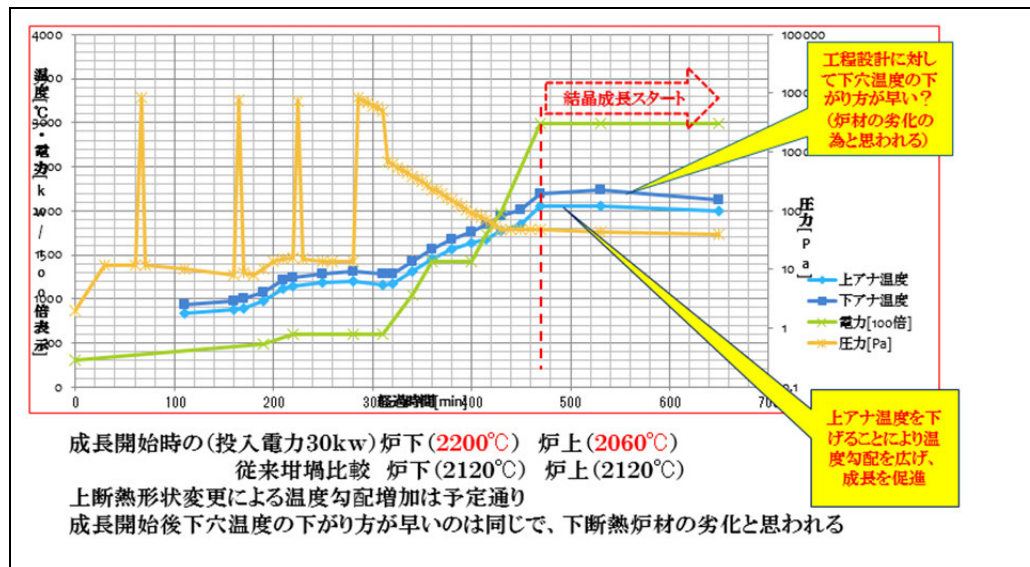
1) 各パラメータにおける実測実験

i) 補助事業の具体的内容

実際に操炉して、各パラメータにおける実測実験を実施した。

ii) 重点的に実施した事項

1) 2) 3) 4) 項目の実験のデータを基に、長尺坩堝における設定パラメータを決めて、長尺結晶成長の45h実測実験を実施した。



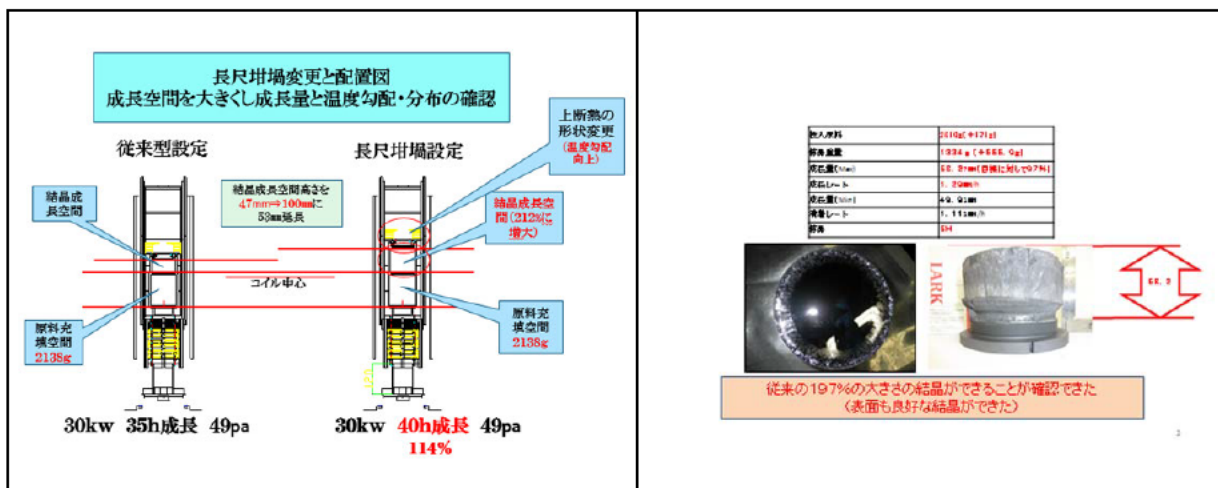
2) 1) の結果を融合させた実測実験

i) 補助事業の具体的内容

1) の結果をもとに、各パラメータの組合せで総合実験を実行した。

ii) 重点的に実施した事項

1) の結果をもとに、長尺坩堝で45h結晶成長実験を実施した。



3) 2) の結果から工程設計、成長実験による補正を行う。

i) 補助事業の具体的内容

2) の結果を踏まえ、45h成長の実験を実施した。

ii) 重点的に実施した事項

2) の結果を踏まえ、45h成長の実験を行い、問題点を洗い出し、補正を行い58.2mm成長を達成をした。

3-6 SiC(6H)の製品評価と解析

1) インゴットの観察

i) 補助事業の具体的内容

インゴット表面の観察を行い結晶成長中に、何が起きているかを考察した。



円の内側が3
インチ結晶部

ii) 重点的に実施した事項

結晶表面の観察を行い、どのように成長し、結晶成長時にどのような問題がどのタイミングで起きたであろうかを考える。

そのために測定顕微鏡、実体顕微鏡、PL観察等を行い、推測し、その対応策の実験を繰り返すことにより、確認を取っていった。

(事例)



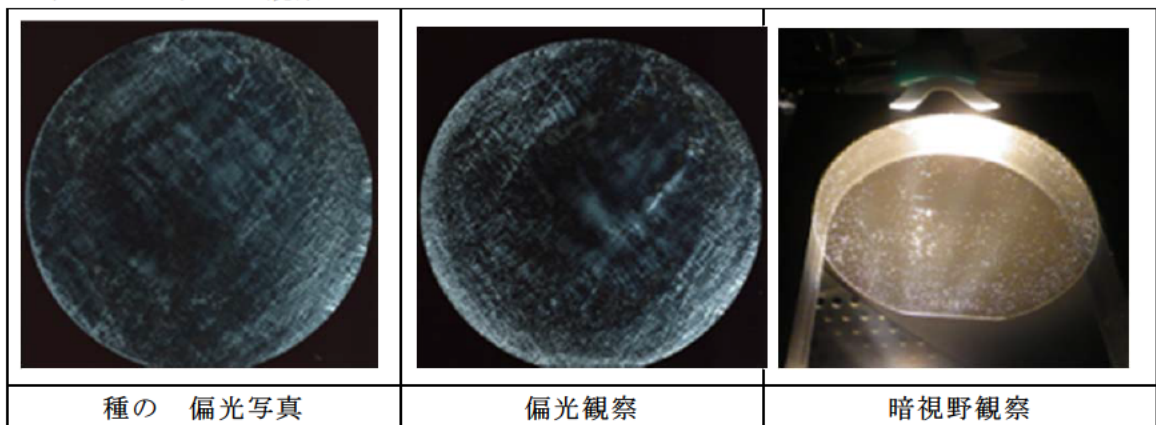
2) インゴットをウエハにして観察する

i) 補助事業の具体的内容

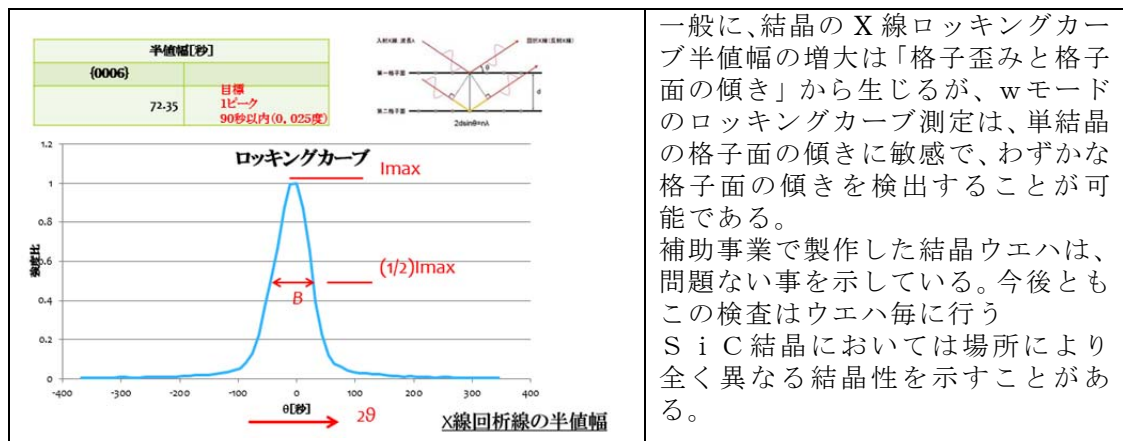
最終年度は京都工芸繊維大学の協力によりウエハ観察を実施。
実使用に耐えられる基盤であるかどうかを確認した。

ii) 重点的に実施した事項

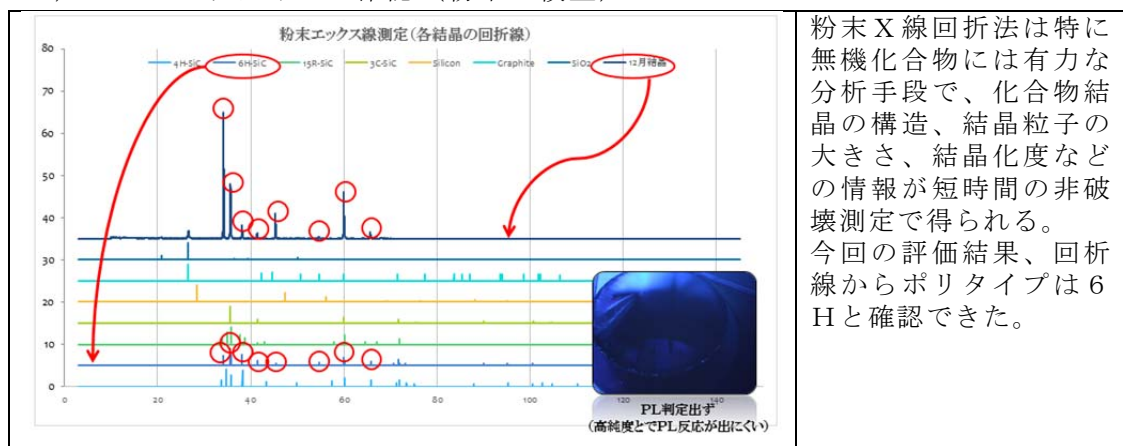
ii) - 1 ウエハ観察



ii) - 2 ウエハ観察 (XRD) 実測値



ii) - 3 ポリタイプの確認 (粉末 X 検査)



ii) - 4 エッチング検査 (KOH)



第4章 全体総括

4-1 補助事業の成果及びその効果

- 1) 2700℃下での単結晶6H SiC高速成長の為に温度コントロール技術の開発
初年度の導入設備を使用し、蓄積したデータとの相関を見ながら基礎実験および随時改良や改造を実施した。

2年度から高速成長実験を行い、最終年度は、長尺結晶の応用実験を実施した結果、炉内の設計改善、操作パラメータ等の改善を行い、炉内温度は2600℃以上の高温域で、目標60mmに対して58.2mmと目標の97%を達成し、その結晶の有効長48mmから62枚のウエハを得て、目標を達成できた。

- 2) 2700℃雰囲気下での減圧真空技術の開発

高温・低圧になると、思わぬところから不純物がガス化し出てくることが解かり、結晶成長や炉材の耐久性に影響する事が判った。

活性化している不純物分子は、炉材の浸食や成長中の結晶成長への影響があるので管理下に置く必要があり、2年度はリークによる大気の侵入や炉材等の持ち込み不純物の問題に順次対処し工程改善、段取り改善、設備改善に取り組み、減圧問題に対処した。

最終年度は、これ等の基礎実験を基に結晶の45hの高速長尺成長を行い、長尺化に向けた結晶育成を行い、結晶性として問題のないものができた。

- 3) SiC種の初期炭化欠陥防止技術

初期炭化の欠陥防止技術は、結晶品質向上、歩留り向上から重要なテーマである。1) 2)の進捗により関連テーマとして修正が必要になり、其々の問題点を把握し、基礎データを蓄積した。

最終年度は、京都工芸繊維大学で種の表面改質等のテストを実施、貼り合わせ種の効果を実験検証し確認し、58.2mmの結晶において目標の48mmの有効結晶部を確保できた。

- 4) SiC(6H)大型・高速成長昇華炉の研究開発

2年度は、基礎実験に依り、問題点の洗い出しや対応策を必要時に実施した。最終年度は、長尺結晶の応用実験および結晶成長の研究開発を実施し、目的の結晶を成長させることのできる高速成長炉の開発に成功した。

- 5) 革新的高速成長昇華技術の最適条件の確立と評価

4)とも同調し、4)で考えられた設備で行った基礎実験データを基に、長尺結晶の応用実験および結晶成長の工程確立と評価を行い、最終的に目標を達成する最適条件を確立した。

- 6) SiC(6H)の製品評価と解析

京都工芸繊維大学の共同研究でSiCインゴットを切断研磨して、ウエハの観察と評価を実施し、単結晶ウエハとして問題ないことを確認した。又、成長させた単結晶SiCが6Hであることも確認した。

4-2 補助事業の成果に係る事業化展開について

1) 想定している具体的なユーザー、マーケット及び市場規模等に対する効果

市場としては「GaNエピ用基板としての高周波素子メーカー」を想定しているが、川下ニーズ(三菱電機様、住友電工様等の高周波パワー素子メーカー)でHEMT素子のGaN/SiCの高周波デバイスで、現在、主に米国のCree社から単結晶SiC(4H)を購入している為、材料費が高くコスト削減が重要な課題である。

そこで、国内外の単結晶SiCメーカーの製品評価を行った結果、当社の製品が結晶特性レベルで承認を受けたが、コスト1/2以下の要望があり、技術開発をする必要がある。半導体業界としては小さな市場であるが、日本にとって重要な成長産業である。

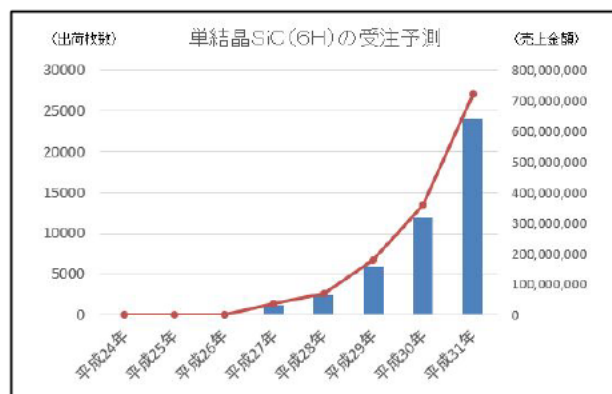
携帯電話基地局や放送基地局等の情報通信インフラでは数GHzという非常に高い周波数で動作する半導体デバイスが必要であり、近年の高速通信、大容量化に伴い、更なる高周波数化、ハイパワー化が必要となっている。しかし、次世代のパワー半導体の本命であるSiC(4H)デバイスは低コスト化が課題であり、かつ高耐圧デバイス志向で高周波化には向かない。SiベースのGaN/Siデバイス、使用上175度の温度に耐えられることが条件になってくるため、根本的に課題がある。

このため、三菱電機様、住友電工様等の川下企業では、高周波数化とハイパワー化を両立するため、Si、GaAs素子に換わり、高い熱伝導性を有しGaNと結晶整合性が高いGaN/SiCによる素子開発を進めている。弊社においてはコスト面に有利な6H SiCの開発を進めており、当社試作品SiCによる高周波数化とハイパワー化の両立を実現できるGaN/SiCのHEMT素子高周波デバイスに、弊社の安価な単結晶6H SiCを採用して頂けるように研究開発するものである。



2) 事業化見込み(目標となる時期・売上規模)

無線通信業界の展望から第一ステップとしてA社の納入を開始し、平成29年度でインゴット20個、ウェハで1200枚、売上金額で3600万円を目標とする。平成30年度からは、第二ステップとして、納入メーカー様の増産、及び国内他メーカー様へ拡販を推進して、事業完了後5年目の平成33年度は、インゴット400個、ウェハで24000枚、売上金額で7億2000万円の事業化を目指すものである。



3) 事業化に至るまでの遂行方法や今後のスケジュール

年度	インゴット個数	売上金額	国内メーカー A 社	国内メーカー B 社他	備考
平成 26 年	0	0	サンプル		
平成 27 年	0	0	〃		
平成 28 年	0	0	〃		
平成 29 年	1,200	36,000,000	○		A 社で採用
平成 30 年	2,400	72,000,000	○	○	国内メーカーの 拡販
平成 31 年	6,000	180,000,000	○	○	〃
平成 32 年	12,000	360,000,000	○	○	〃
平成 33 年	24,000	720,000,000	○	○	〃

4) 成果（試作品）の無償譲渡や無償貸与

サンプル、試作品に関しては、事業化の為に特定ユーザーとのキャッチボールが必要であり、無償譲渡し、性能及び品質を満足するか否かの確認を行いながら改良していく必要がある。

本研究開発においては、平成 28 年度から特定ユーザーへの無償サンプル供給を開始し、今後は本研究のニーズと合致する大学の研究室等に対してもサンプルの供給を行う予定である。