

## 超音波マイクロスペクトロスコピー技術を用いた 4H-SiC 単結晶の評価

Evaluation of 4H-SiC single crystals using the ultrasonic microspectroscopy technology

櫛引淳一<sup>1</sup>, 大橋雄二<sup>1†</sup>, 荒川元孝<sup>1</sup>, 高麗友輔<sup>1</sup>, 加藤智久<sup>2</sup>, 奥村元<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> 東北大院・工, <sup>2</sup> 産総研)

Jun-ichi Kushibiki<sup>1</sup>, Yuji Ohashi<sup>1</sup>, Mototaka Arakawa<sup>1</sup>, Yuusuke Kourai<sup>1</sup>, Tomohisa Kato<sup>2</sup>, and Hajime Okumura<sup>2</sup> (<sup>1</sup> Grad. Sch. Eng., Tohoku Univ., <sup>2</sup> AIST<sup>2</sup>)

The ultrasonic microspectroscopy (UMS) technology was applied to evaluation of 4H-SiC single crystals. We prepared six specimens with two (001)-plane substrates, two (1 $\bar{1}$ 0)-plane substrates, a (114) 7° off plane substrate, and a polyhedron block cut from crystal ingot grown by sublimation method. Significant differences between measured and published velocities of bulk waves and leaky surface acoustic waves were observed for all propagation directions and modes. Using measured bulk wave velocities, we determined elastic constants and density of this crystal exhibiting a few percent differences from the published constants. We suggested that this UMS technology had an ability to detect and evaluate the effects of the typical defects in SiC single crystals such as poly-type inclusions and micropipes.

### 1. まえがき

近年、SiC は 4 インチを超える大型のバルク単結晶が育成されるようになってきたが、その均質性やマイクロパイプ等の欠陥については必ずしも十分ではなく、その評価法が重要となる。著者らは、直線集束ビーム超音波材料解析 (LFB-UMC) システム[1, 2] を中心とする超音波マイクロスペクトロスコピー技術[3] による SiC 単結晶の評価法に関する研究を進めている。本システムによる評価は、水を負荷した試料表面を伝搬する漏洩弾性表面波 (LSAW) 速度やバルク波音速の高精度な測定により定量的に行うことができる。また、これらの音速値から音響関連物理定数の決定を行うこともでき、材料評価のための辞書作りを行う上で重要な役割を担うことができる。

本報告では、4H-SiC 単結晶 (窒素ドープ) 試料を準備し、本システムによる評価を行い、弾性定数の決定を行う。

### 2. 試料

昇華法により <001> 8° off 方向成長した 4 インチ 4H-SiC 単結晶インゴット (窒素ドープ) から、ポリタイプインクルージョンの発生した部分も含めて試料[(001)面(Z-cut)基板を 2 枚(#1, 2)、(1 $\bar{1}$ 0)面(Y-cut)基板を 2 枚(#3, 4)、(114) 7° off 面基板(38.47°回転 X-cut)基板を 1 枚(#5)]を切出した。いずれの試料も両面光学研磨を行っている。また、密度測定用に比較的大きいサイズ(44 × 19 × 22 mm<sup>3</sup>)の多面体試料も準備した。

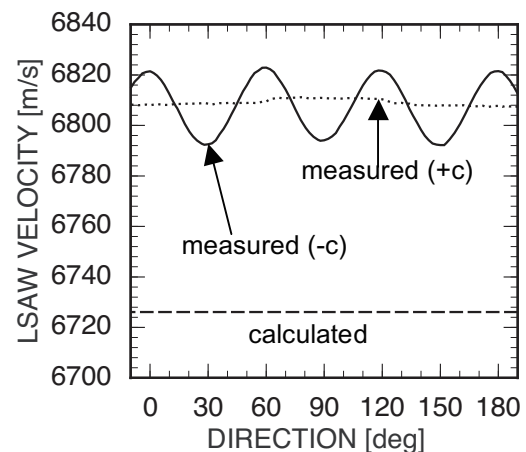


Fig. 1. Angular dependences of LSAW velocity for (001) 4H-SiC single crystal specimen (#2) at 225 MHz.

### 3. 実験

各試料の表裏両面に対して超音波周波数を 225 MHz として LSAW 速度の伝搬方向依存性測定および 2 次元分布測定を行った。伝搬方向依存性の結果は、全ての基板面・伝搬方向で文献値[1]の定数を用いた計算値より 67~126 m/s 大きい値を示した。ほとんどの試料で結晶の対称性を反映した速度変化が見られたが、Z-cut 試料#2 に対しては表面と裏面で異なる傾向を示した。結果を Fig. 1 に示す。通常は Z-cut の面内は等方的だが、その傾向が現れたのは片面 (+c 面) だけで、-c 面側においては 60° 対称の特性として捉えられた。これは、4H とは異なるポリタイプ (15R) を捉えた結果である。

2 次元分布測定の結果は、各試料の中心付近 4 × 4 mm<sup>2</sup> の範囲の LSAW 速度分布は、1.0~5.6 m/s であり、測定再現性 ±0.4 m/s に比べて有意

Table I. Measured and published bulk wave velocities for 4H-SiC single crystal.

Mode	Specimen	Prop.	Pol.	Measured [m/s]	Published [4] [m/s]	Diff. [m/s]
Longitudinal	Z-cut (#1)	Z	-	13242	13128	114
	Y-cut (#4)	Y	-	12657	12491	166
	38.47°X(#5)	38.47°X	-	11989	11847	142
Shear	Z-cut (#1)	Z	-	7220	7125	95
	Y-cut (#4)	Y	X	7937	7793	144
	Y-cut (#4)	Y	Z	7221	7127	94
	38.47°X(#5)	38.47°X	Y	7667	7542	125
	38.47°X(#5)	38.47°X	90°Y	8628	8531	97

な分布が観測された。また各試料の LSAW 速度平均値の表面と裏面の差を比較すると、明確なポリタイプインクルージョンの認められた試料#2 を除くと、3 m/s 以下であった。各試料中央付近以外では、マイクロパイプ等の影響により最大約 10 m/s の速度変動が捉えられた。

LSAW 速度分布の結果をもとに、比較的均一な結晶を選択し、50～300 MHz の範囲においてバルク波音速の測定を行った。結果を **Table I** に示す。いずれの測定値も測定周波数の範囲内で分散は観測されなかった。文献[4]の定数を用いた計算値と比較すると、すべての伝搬方向、伝搬モードで測定値の方が高く、その差は 94～166 m/s と非常に大きかった。

試料#6 に対してアルキメデスの原理に基づいて密度測定を行った。その結果、3213.1 kg/m<sup>3</sup> を得た。

#### 4. 検討

今回用意した 4H-SiC 単結晶は、窒素がドーピングされているため、抵抗率が低く、圧電性は無いものと考えられる。そのため、各伝搬モードに関与する定数は、弾性定数と密度のみである[5]。Table I のバルク波音速を用いて、弾性定数を決定した。結果を **Table II** に示す。この結果、文献値と-0.95～2.77%の差が検出された。この差は、文献値において用いられた試料の品質、特にマイクロパイプ等の欠陥の量の違いやわずかなポリタイプインクルージョン影響を反映していると考えられる。

試料#1 と試料#4 に対して X 線回折法により格子定数の測定を行った所、 $a=0.308046$  nm、 $c=1.008483$  nm であった。これより密度を見積もってみると 3213.5 kg/m<sup>3</sup> であった。Table II に示した値よりもさらに 0.01%程度大きい。これ

Table II. Comparison of measured and published constants of 4H-SiC single crystal.

Constant		Meas.	Pub. [4]	Diff. [%]
Elastic constant [×10 <sup>11</sup> N/m <sup>2</sup> ]	$c_{11}^E$	5.1475	5.01	2.74
	$c_{12}^E$	1.0995	1.11	-0.95
	$c_{13}^E$	0.5262	0.52	1.19
	$c_{33}^E$	5.6346	5.53	1.89
	$c_{44}^E$	1.6751	1.63	2.77
Density [kg/m <sup>3</sup> ]	$\rho$	3213.1	3211	0.07

は、今回密度測定に用いた試料にマイクロパイプが存在していたことを反映していると考えられる。

#### 5. まとめ

超音波マイクロスペクトロスコープ技術を用いて 4H-SiC 単結晶（窒素ドーピング）の評価を試みた。LSAW 速度やバルク波音速の測定、弾性定数の決定を通して、ポリタイプインクルージョンの検出や、マイクロパイプの影響の検出を行える可能性を示した。今後、ここで決定した定数（標準試料）を用いて更なる評価法確立のための検討を進める予定である。

#### 引用文献

1. J. Kushibiki and N. Chubachi: IEEE Trans Sonics Ultrason. SU-32 (1985) 189.
2. J. Kushibiki, Y. Ono, Y. Ohashi, and M. Arakawa: IEEE Trans. UFFC **49** (2002) 99.
3. J. Kushibiki and M. Arakawa: J. Acoust. Soc. Am. **108**, 564 (2000).
4. K. Kamitani et al.: J. Appl. Phys. **82** (1997) 3152.
5. J. Kushibiki, Y. Ohashi, M. Arakawa, and T. Tomoya: J. Appl. Phys. **105** (2009) 114913.