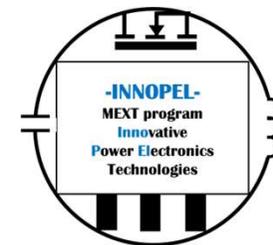


革新的パワーエレクトロニクス創出基盤技術研究開発事業

Innovative Power Electronics Technologies (INNOPEL)



文部科学省



高品質 β -Ga₂O₃ 単結晶育成のための 新規貴金属ルツボフリー結晶成長法の開発

2026 – 1 – 27

吉川彰、富田健稔、姚永昭、赤岩和明

東北大学、株式会社C&A、三重大学、鳥取大学



東北大学



C&A Corporation

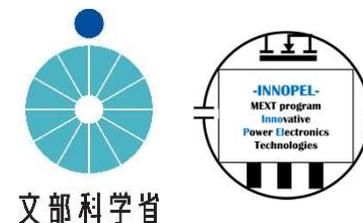


鳥取大学
Tottori University



三重大学
MIE UNIVERSITY

目次



1. Introduction

- i. 量産技術としてのバルク結晶成長方法
- ii. β -Ga₂O₃の結晶製造手法と課題

2. The Oxide Crystal growth from Cold Crucible method

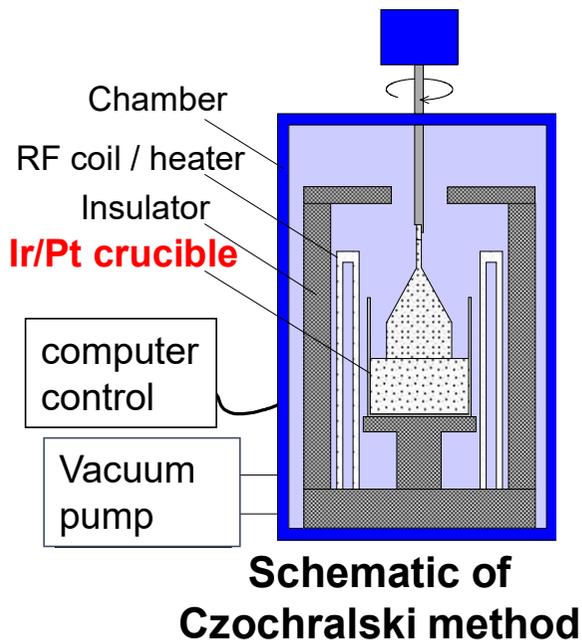
- i. 結晶成長シミュレーションを用いた温度分布解析
- ii. 転位密度の面方位依存性
- iii. AI計算を用いた結晶育成条件の検討
- iv. 育成中の酸素濃度と欠陥密度の関係

3. Summary

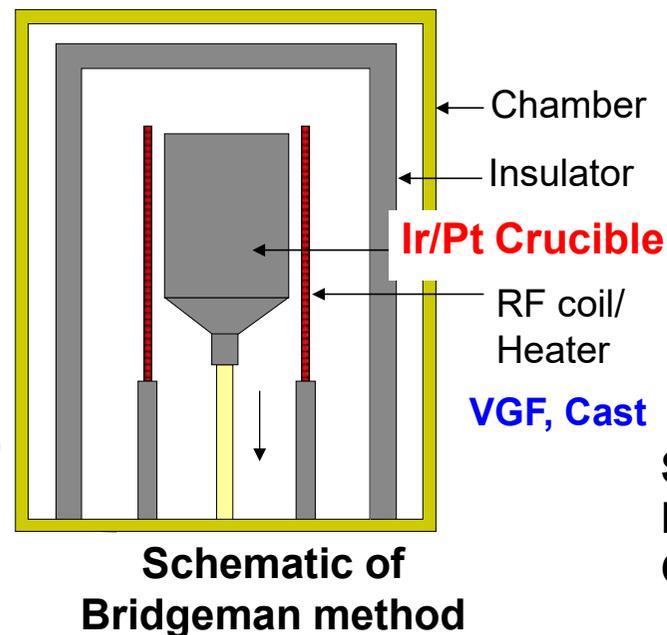
量産技術としてのバルク結晶成長法



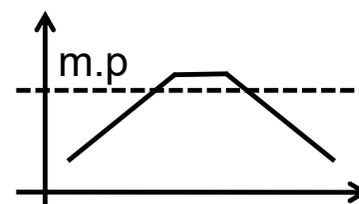
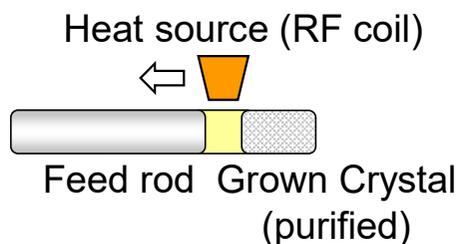
文部科学省



Si, Ge, GaAs, LN, LT, LYSO, GSO, GAGG, LuAG, PWO, CWO, NaI, CsI, ...



Si, BGO, Ferrite, LaBr₃, Srl₂, BaF₂, CaF₂, PbF₂, ...

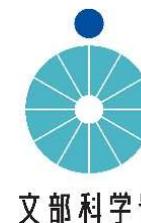


Schematic of Zone melting method



BGO, PWO, CWO, Ge, ...

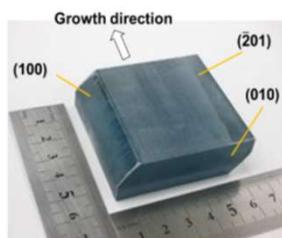
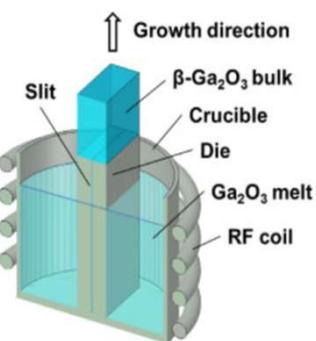
$\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ の結晶製造法と課題



次世代の半導体デバイス材料としての酸化ガリウム($\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$)

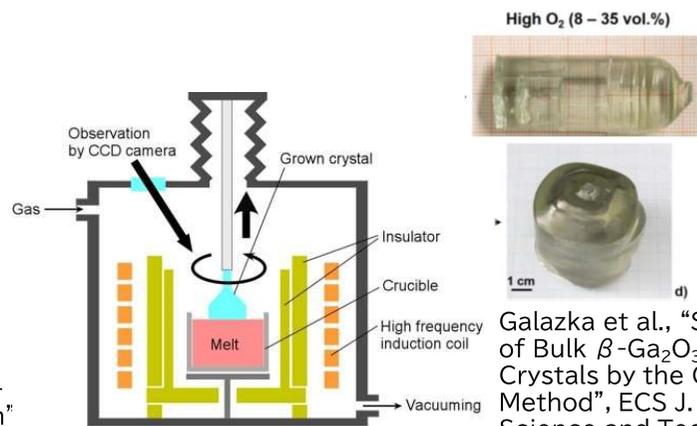
- 次世代ワイドギャップ半導体の中で唯一融液成長可能
- EFG法やCz法、VB法などの製造法で単結晶育成が可能、4インチまで成長
- × IrやPt-Rhなどの貴金属ルツボを使用
 - 結晶製造コストが高い
- × ルツボの酸化を抑えるために高酸素分圧下での成長が難しい
 - 基板内の欠陥密度が $10^3\sim 10^4\text{cm}^{-2}$ 、キラークラスの要因にも

Edge-defined Film-fed Growth method



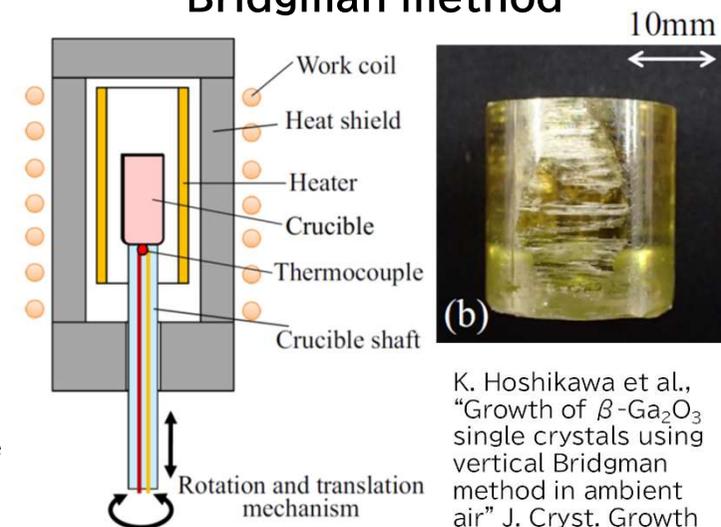
Kuramata et al., "High-quality $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ single crystals grown by edge-defined film-fed growth" Jpn. J. Appl. Phys. 55, 1202A2 (2016)

Czochralski (CZ) method



Galazka et al., "Scaling-Up of Bulk $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ Single Crystals by the Czochralski Method", ECS J. Solid State Science and Technology, 6 (2) Q3007 (2017)

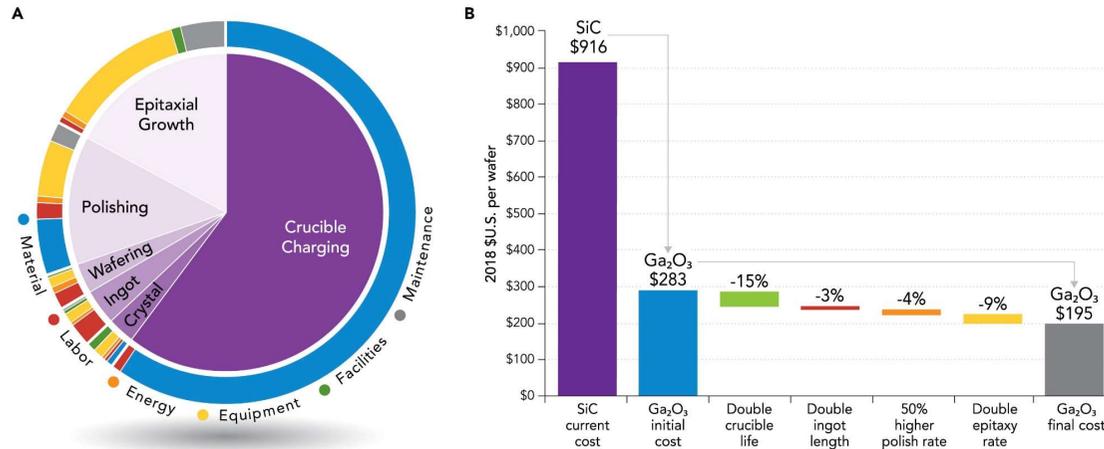
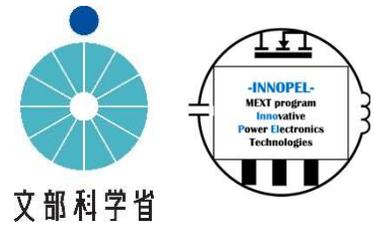
Bridgman method



K. Hoshikawa et al., "Growth of $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ single crystals using vertical Bridgman method in ambient air" J. Cryst. Growth 447 (2016) 36

How Much Will Gallium Oxide Power Electronics Cost?

Samantha B. Reese et al., Joule Journal 3 (4) 2019, 903-907



(A) Modeled Ga₂O₃ wafer manufacturing cost as a function of the fabrication process step (inner circle) and cost type (outer ring). The total cost is dominated by Ir material used in Ga₂O₃ crystal growth crucible.

(B) Modeled 6 in wafer costs comparison for Ga₂O₃ and SiC wafers, and the Ga₂O₃ cost reduction potential. The Ga₂O₃ cost is >3 × less compared to SiC and can be further reduced by better Ir crucible utilization and faster polishing and epitaxy processes.

It is clear that the biggest opportunity for Ga₂O₃ wafer cost reduction would be using crystal growth crucible material other than Iridium. Potential candidates known from sapphire (Al₂O₃) crystal growth would include Mo and W, which not only would be less expensive but may also enable larger diameter crystal fabrication. If this is not technically feasible, increasing the lifetime of the Ir crucible would also reduce the cost. As shown in Figure 3B, doubling the crucible life and increasing the ingot length from 1 m to 2 m would reduce the cost by 18%. Also, if the polish time/consumables could be halved and epitaxial layer could be deposited twice as fast, an additional 13% in savings could be realized. The cumulative savings would result in a \$195 cost of a 6-in device-ready Ga₂O₃ wafer (5 × less expensive than SiC).⁵

$\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 結晶育成中の酸素分圧



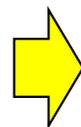
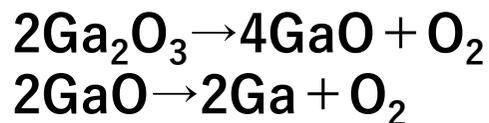
文部科学省



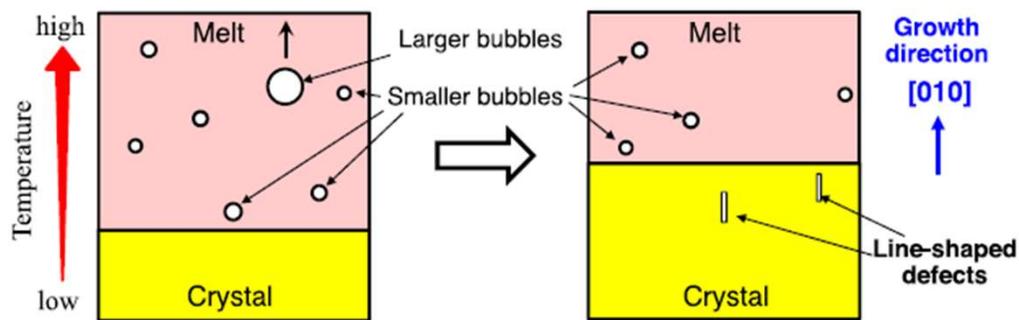
Cz法やEFG法：

ルツボ保護のため、低酸素分圧下での結晶育成が必要

原料の分解、蒸発によって融液内に気泡発生、
育成結晶中へ取り込まれることで欠陥が発生する

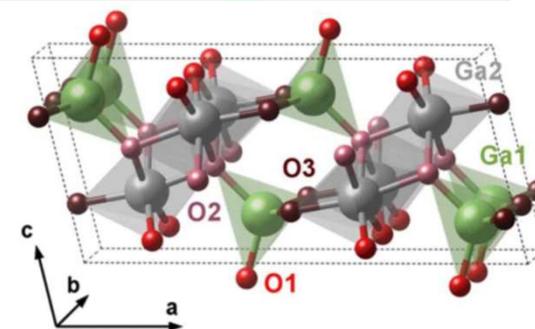


高酸素分圧：
反応が右に進みにくい
(ルシャトリエの原理)



An illustration of the growth interface between the crystal and the melt in VB crystal growth. When smaller-sized bubbles are formed in the melt, they remain within it and finally incorporate into the crystal as line-shaped defects showing elongation in the $\langle 010 \rangle$ direction due to strong growth rate anisotropy during the crystal growth.

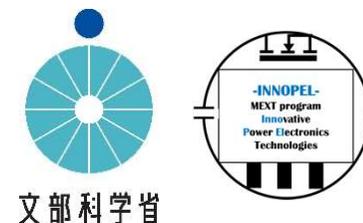
原料の蒸発



American Physical Society (2016)

T. Taishi et al., "Line-shaped defects in bulk $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ single crystals grown by the vertical Bridgman method", Jpn. J. Appl. Phys. **62**, SF1025 (2023)

目次



1. Introduction

- i. 量産技術としてのバルク結晶成長方法
- ii. β -Ga₂O₃の結晶製造手法と課題

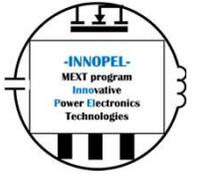


2. The Oxide Crystal growth from Cold Crucible method

- i. 結晶成長シミュレーションを用いた温度分布解析
- ii. 転位密度の面方位依存性
- iii. AI計算を用いた結晶育成条件の検討
- iv. 育成中の酸素濃度と欠陥密度の関係

3. Summary

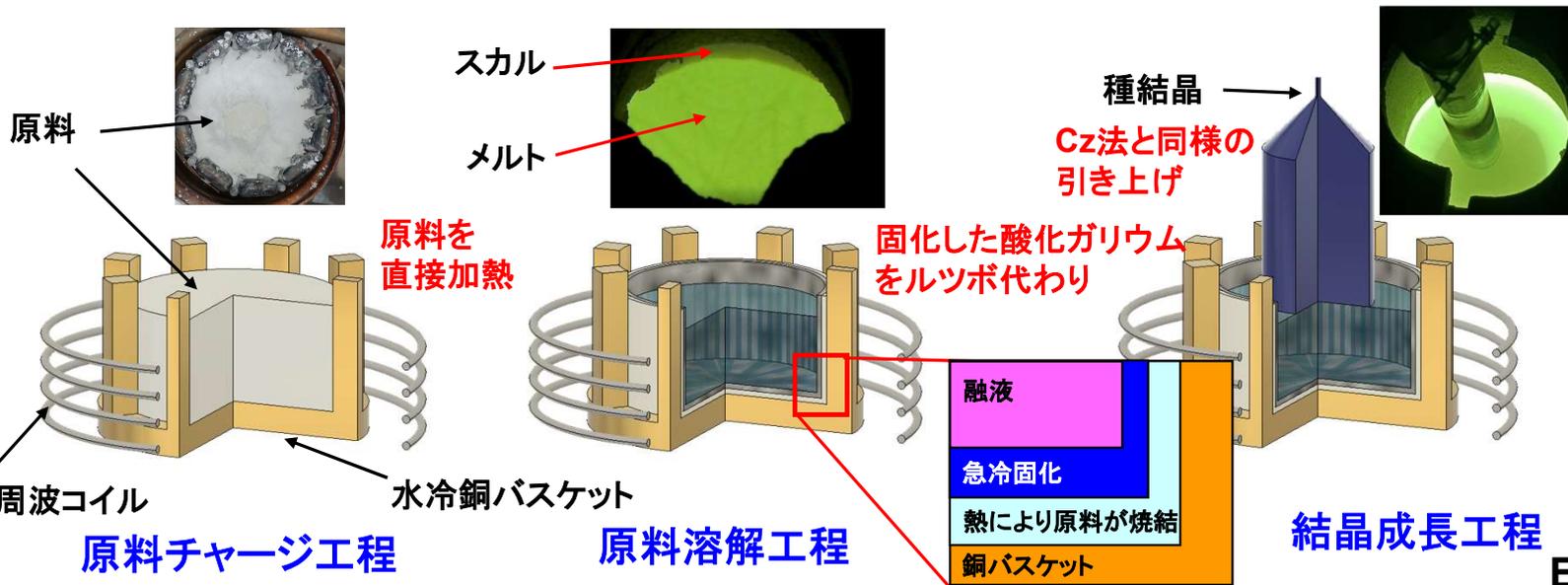
新規貴金属ルツボフリー結晶育成手法



スカルメルト法 + 種結晶を用いた結晶成長法

Oxide Crystal growth from Cold Crucible (OCCC) method

- ・ 貴金属ルツボを使用せず、大口径結晶の育成が可能
- ・ 100%酸素雰囲気での結晶成長が可能
- ・ 融液の温度分布や対流の制御が難しい



Equipment for growing crystals by the OCCC method.

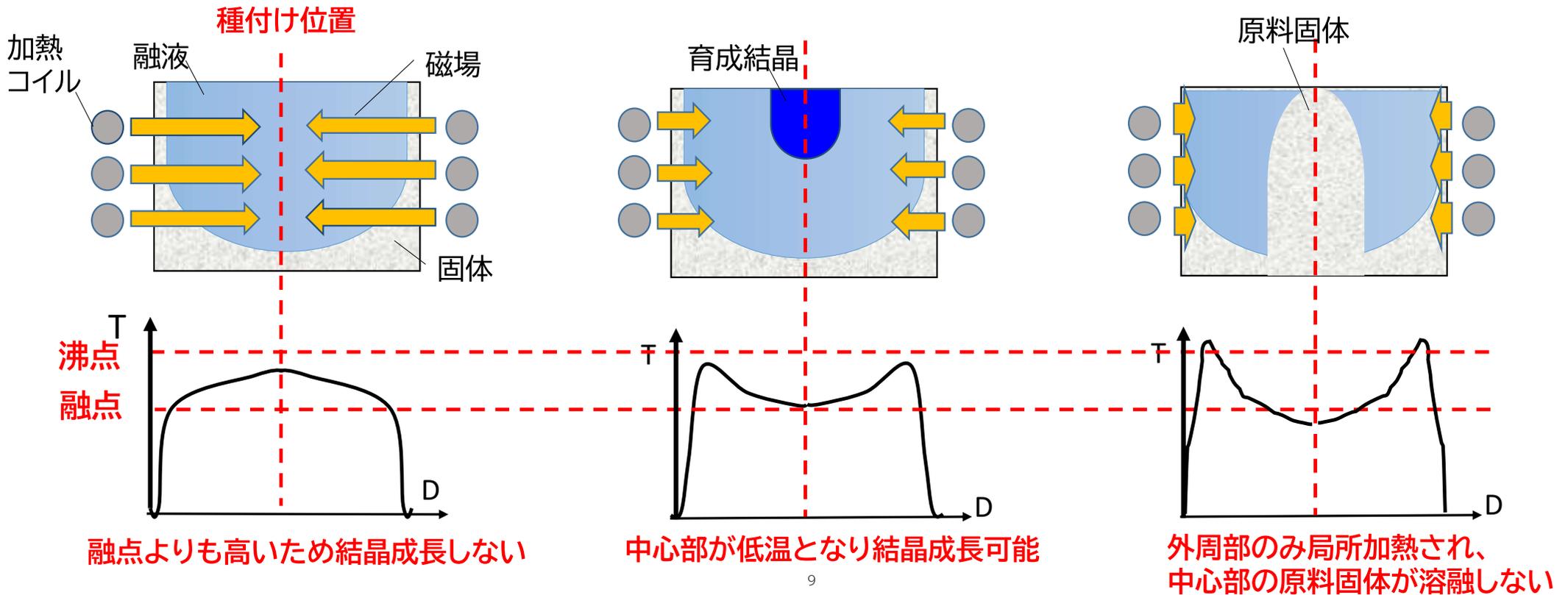
Schematic of Oxide Crystal growth from Cold Crucible(OCCC) method

OCCC法における温度場制御（面内温度分布）



$$\text{Penetration depth } \delta = 5.03\sqrt{\rho/\mu F}$$

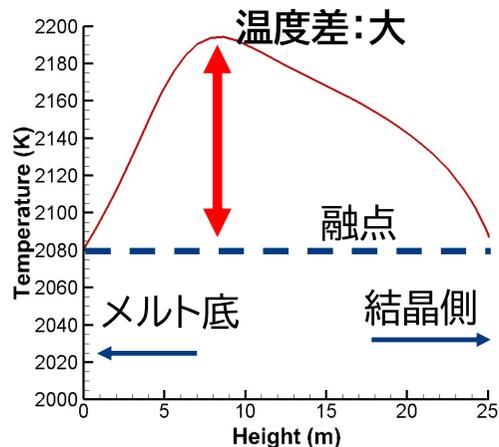
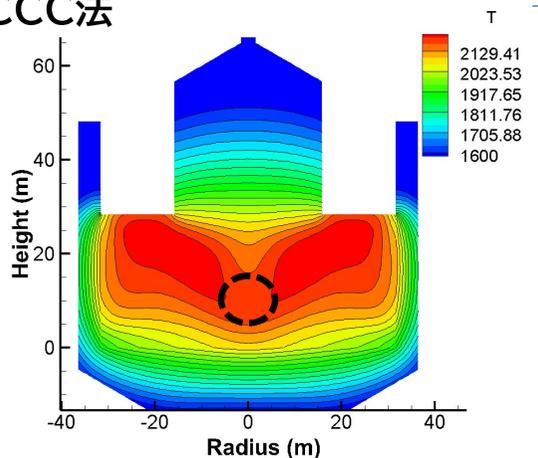
F : Frequency、 ρ : Resistivity、 μ : Specific Magnetization



OCCC法における温度場制御 (軸方向温度分布)



OCCC法

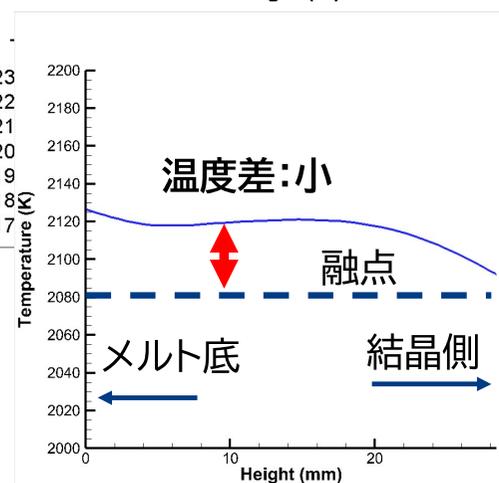
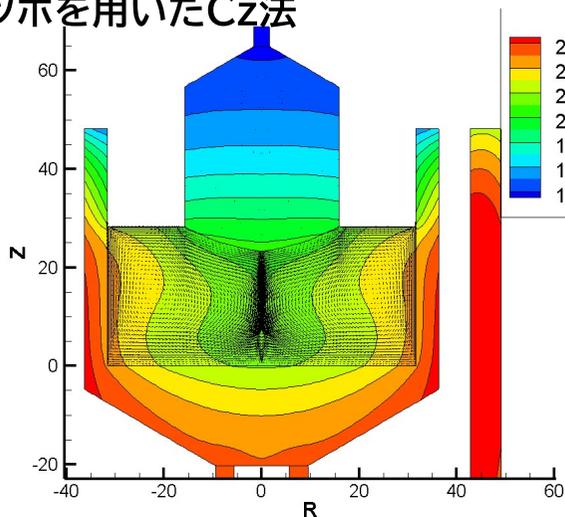


$d/\delta = 2.7$

融液直径 $d=65\text{mm}$ 、
加熱周波数 $f=835\text{kHz}$

メルト内部軸方向:
温度差が大きい
 $\Delta T=140^\circ\text{C}$

ルツボを用いたCz法



メルトフロー $d=85\text{ mm}$ ($d/\delta = 2.6$)



融液内部の温度分布
 $\Delta T=30^\circ\text{C}$

Cz法と比べOCCC法は融液内部の温度が高い
→自然対流が生まれず、長尺結晶育成が困難
⇒融液内部Z軸温度分布あの最適化が必要

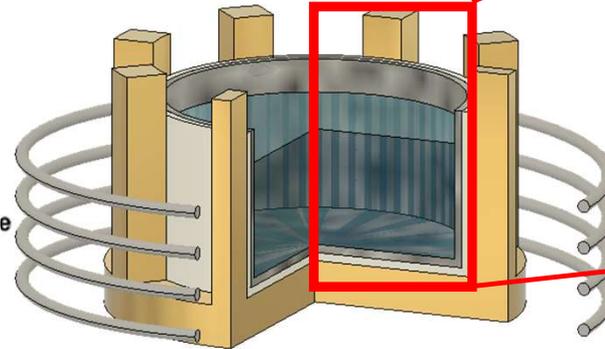
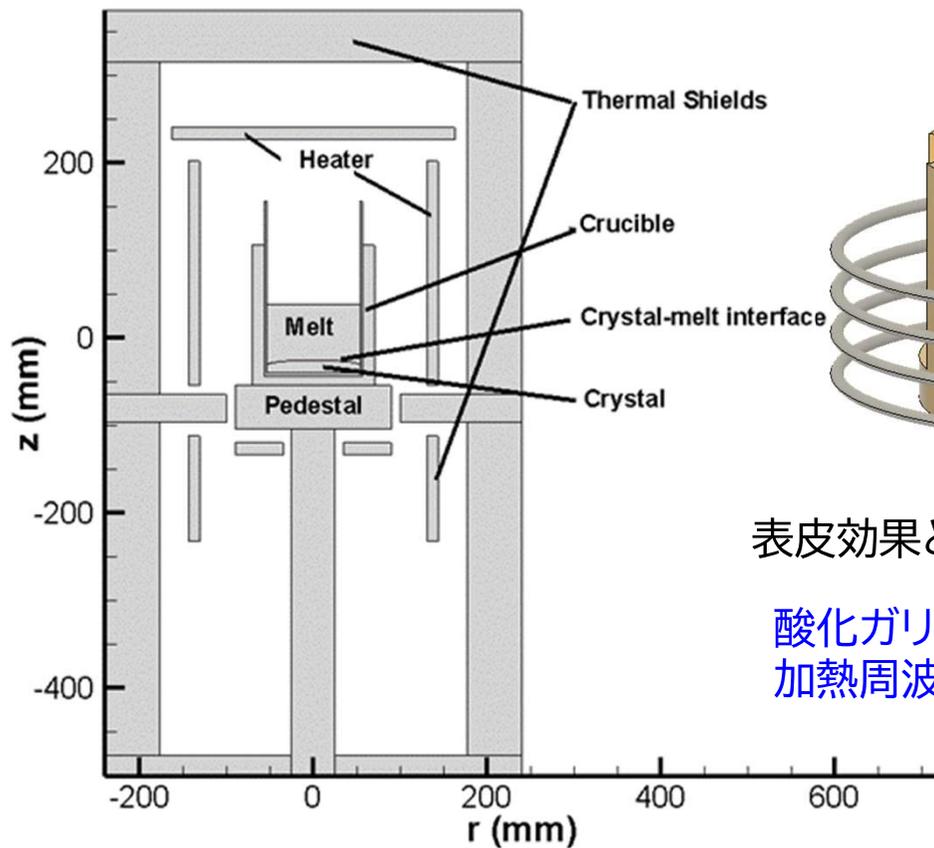
ルツボを用いたCz法の
フローパターン

シミュレーションと結晶育成を
同時に実施、最適化

結晶成長シミュレーションを用いた温度場解析



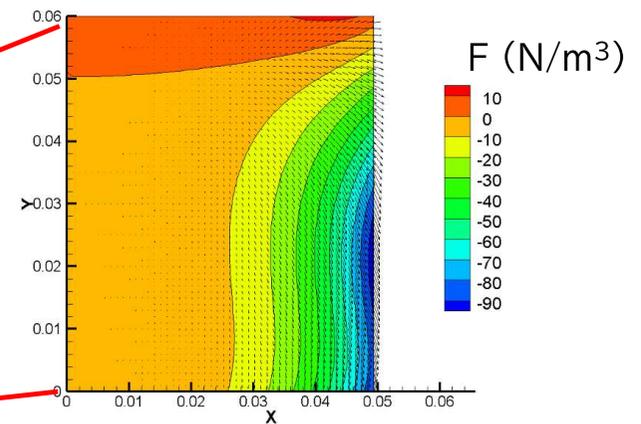
成長炉全体をモデル



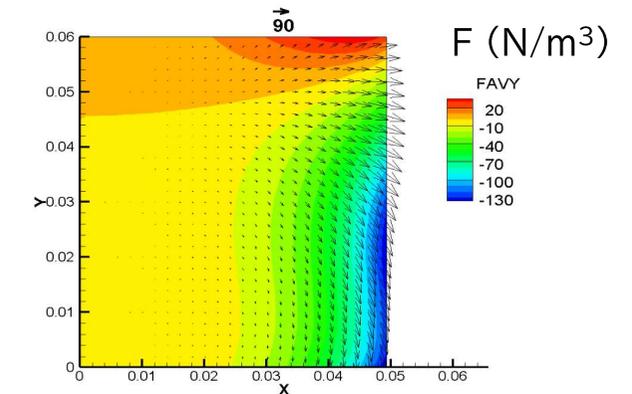
表皮効果と対流を考慮したモデルを構築

酸化ガリウム融液の直接加熱に最適な加熱周波数帯をシミュレーション解析

Frequency: 600 kHz



Frequency: 1 MHz



(シミュレーション) 加熱周波数依存性

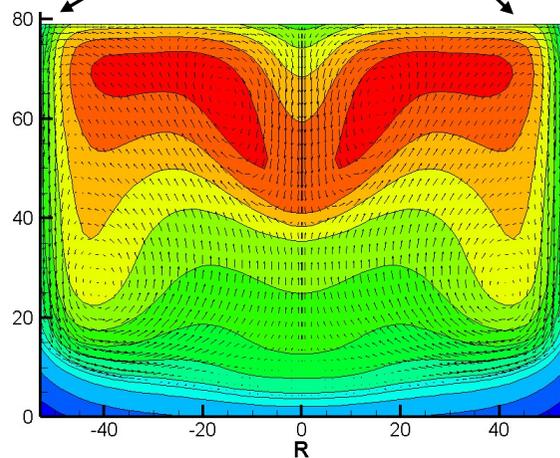


文部科学省



周波数
~100kHz

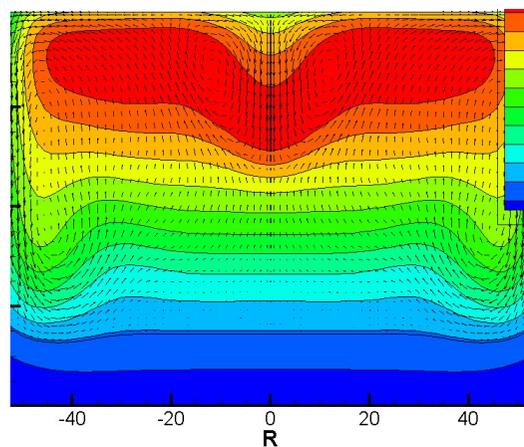
端部から結晶が成長



温度勾配が強く、
結晶成長制御が容易

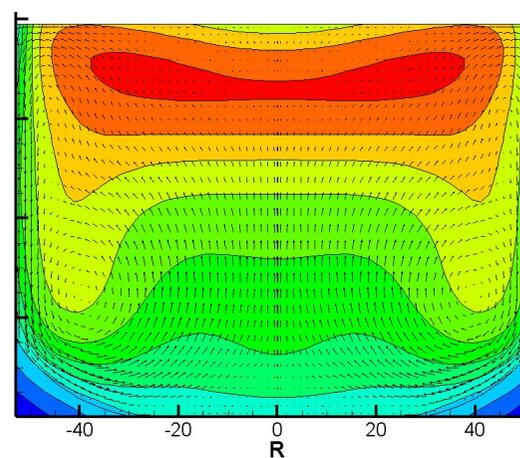
周波数
~600kHz

中心部から結晶成長可能



温度勾配が強く、
結晶成長制御が容易

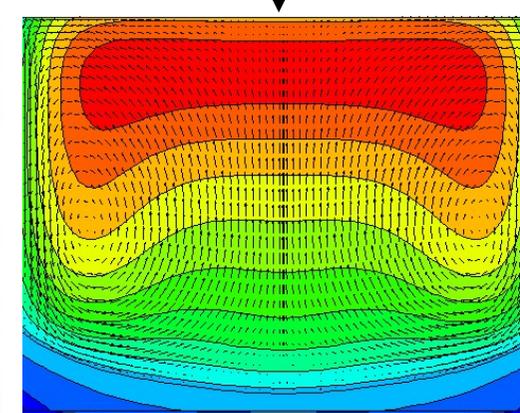
周波数
~1MHz



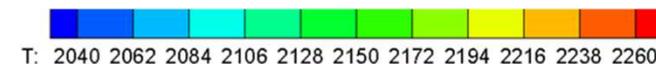
温度勾配が緩く、
結晶中の転位低減

周波数
~5MHz

中心部から成長しない



対流によって温度拡散し、面内中心部と端部の温度差が小さくなる

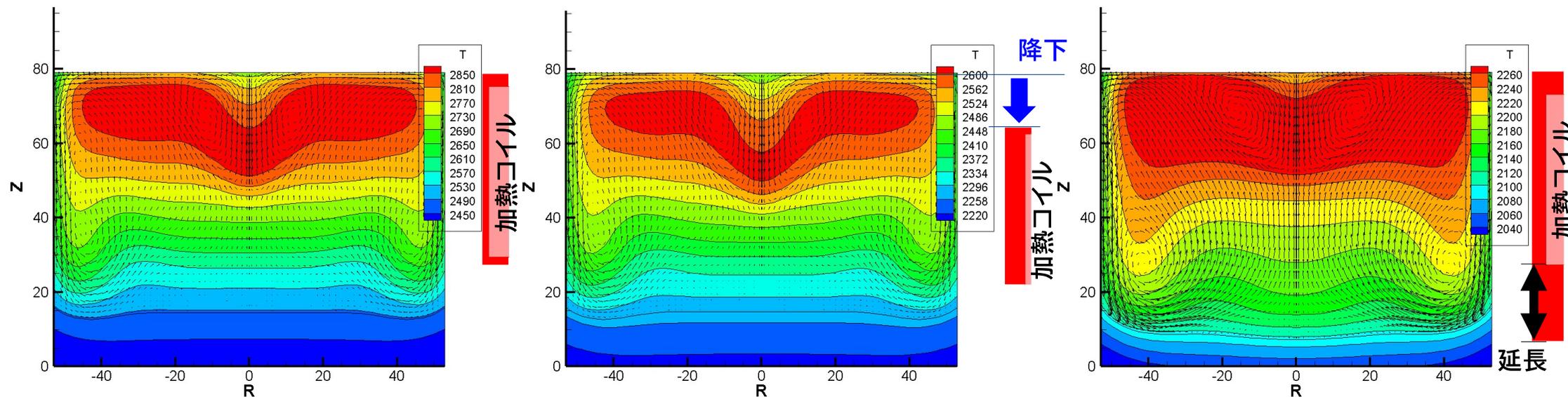


T: 2040 2062 2084 2106 2128 2150 2172 2194 2216 2238 2260

(シミュレーション) 加熱コイル高さ依存性



文部科学省



(a) 加熱コイル上端 = メルト表面

(b) 加熱コイル上端 < メルト表面

(c) 加熱コイル上端 = メルト表面

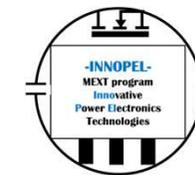
コイル高さ = メルト高さ

加熱コイルの位置、高さを変化させたときの酸化ガリウム融液内部の温度分布シミュレーション結果

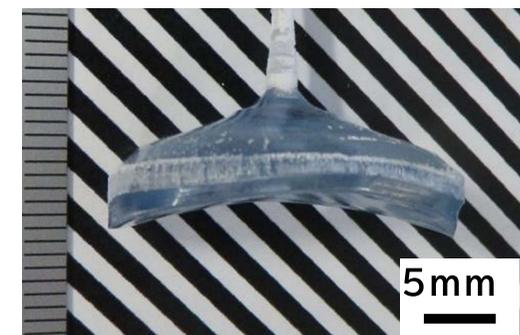
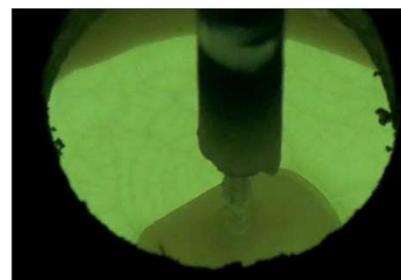
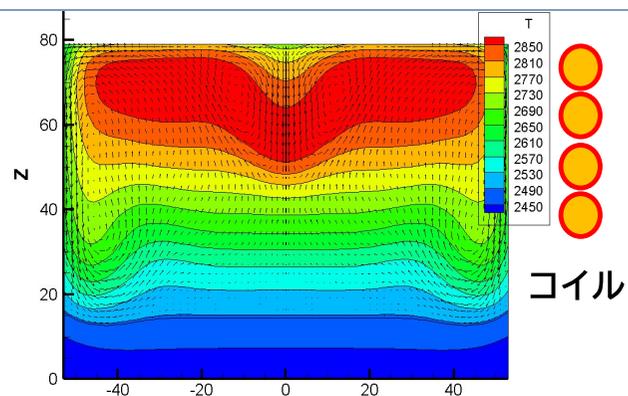
加熱コイルの位置、形状によって融液内部温度分布が変化することが確認された
⇒ 加熱コイル高さを高くし、加熱領域を大きくすることで温度勾配が緩くなることが示唆された



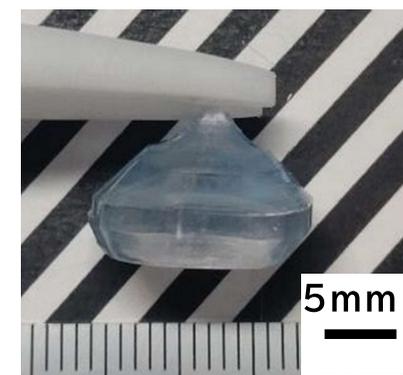
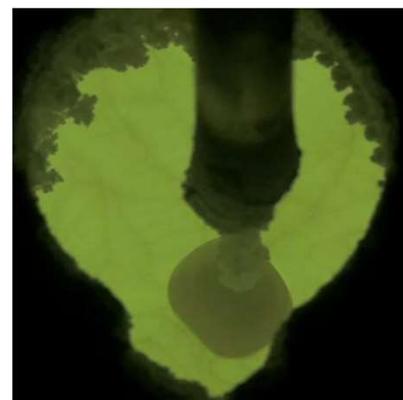
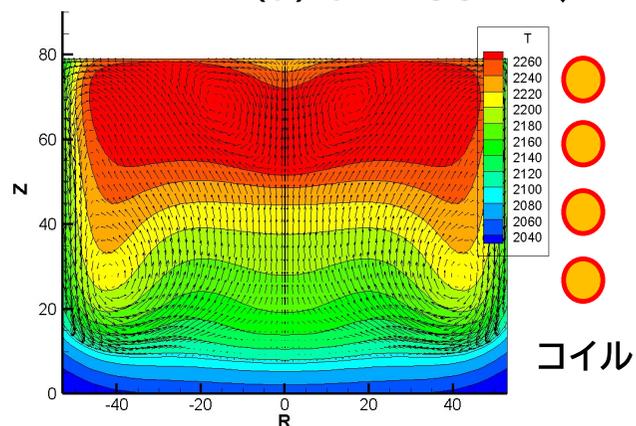
文部科学省



(実験結果) 結晶育成



(a) $d=100\text{mm}$ 、 $f=400\text{kHz}$ 、 $d/\delta=2.8$ 、コイル高さ=40mm)



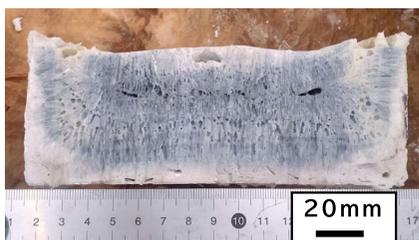
(b) $d=100\text{mm}$ 、 $f=447\text{kHz}$ 、 $d/\delta=3.0$ 、コイル高さ=55mm)

コイル高さを高くして、面内温度勾配を緩くした結晶育成シミュレーションと結晶育成

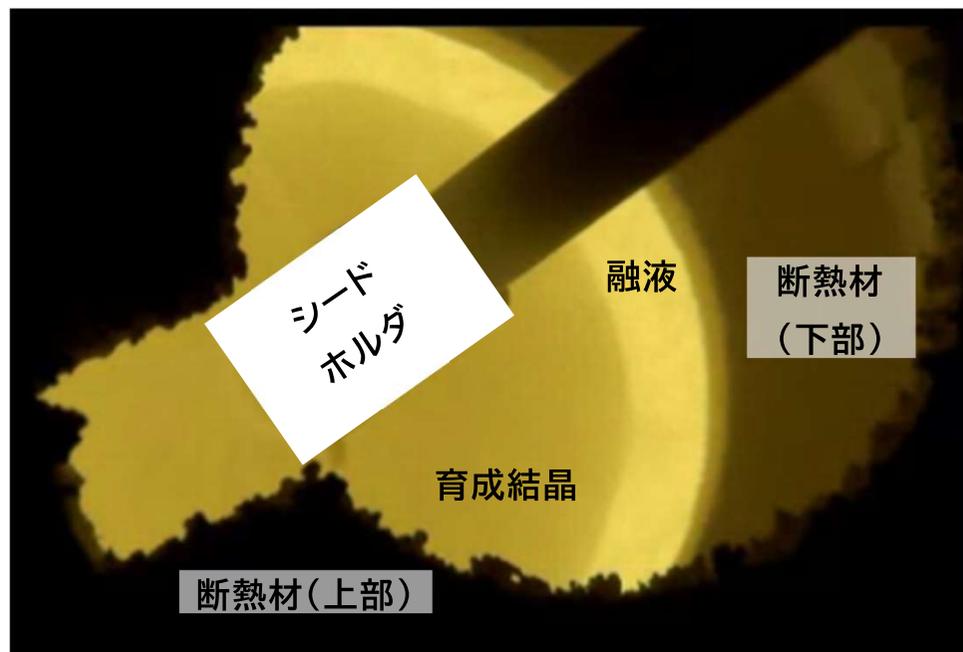
(実験結果) 結晶育成



文部科学省



(a) 加熱後の残メルト



(b) 結晶育成の様子

OCCC法による酸化ガリウム結晶育成 ($d=150$ mm、 $f=470$ kHz、 $d/\delta=4.6$ 、加熱コイル高さ=55mm)

種結晶から優先的に結晶成長、 $\phi 2$ インチまで結晶径拡大を実証
結晶成長制御プログラムを最適化し、クラックフリーの長尺結晶育成を目指す

欠陥観察（転位密度、パイプ状ボイド）



文部科学省



結晶評価で明らかにしたい点

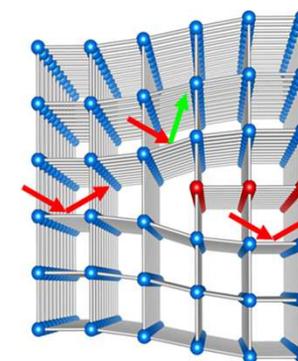
- OCCC法結晶の結晶性と結晶方位の分布
- OCCC法結晶の転位密度（※転位：デバイス性能を低下させる線状の格子欠陥）
- OCCC法結晶中にデバイスのキラー欠陥「パイプ状ボイド」の有無

結晶評価に用いる観察方法

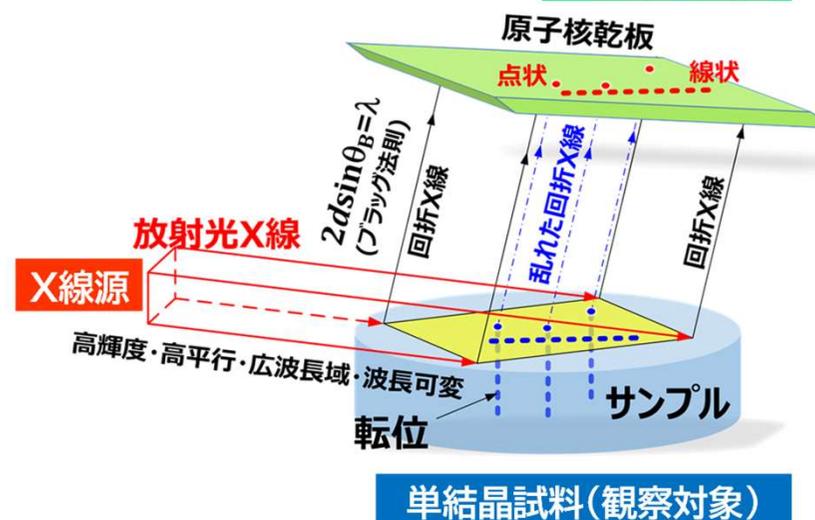
- 放射光X線トポグラフィー
(XRT: X-ray topography)
- 放射光X線回折イメージング
(XRDI: X-ray diffraction imaging)

XRT, XRDI:

X線の回折現象を利用し、単結晶中の格子欠陥の空間分布や格子ひずみをX線回折強度の二次元分布で画像化する方法



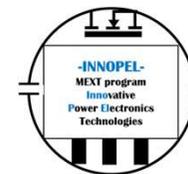
二次元検出器



欠陥観察（転位密度）

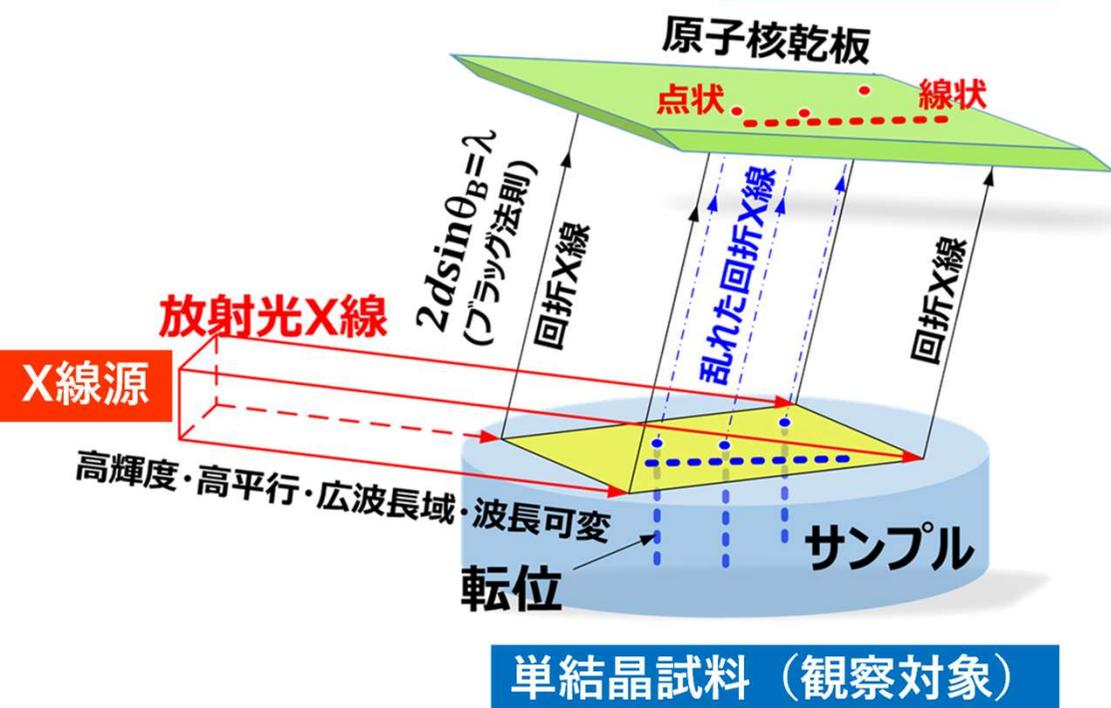


文部科学省



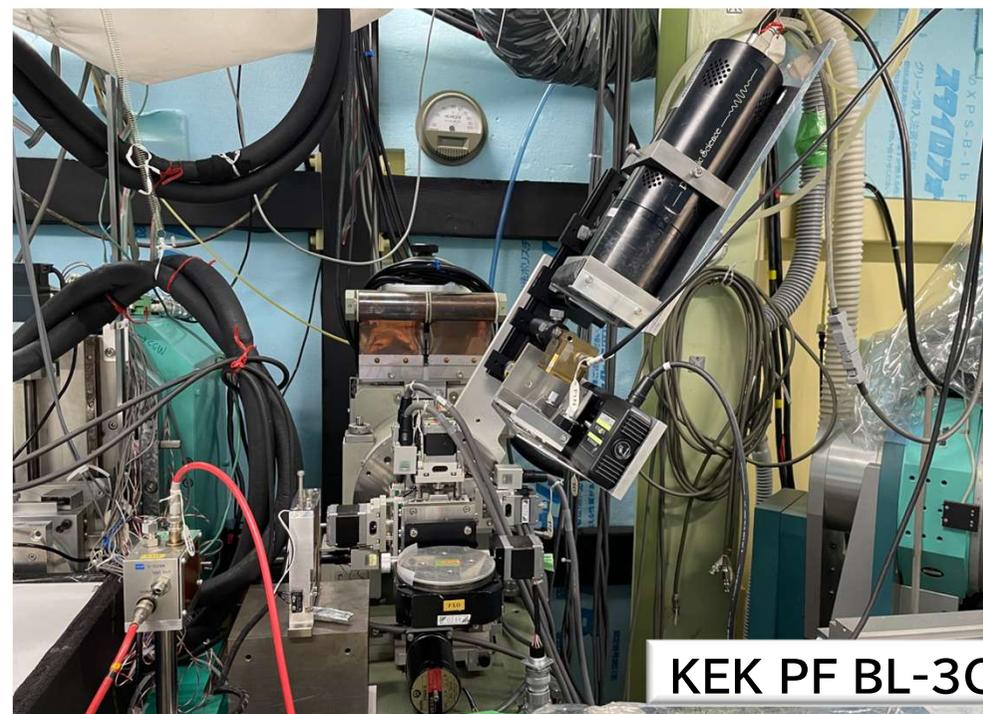
反射配置XRT

二次元検出器



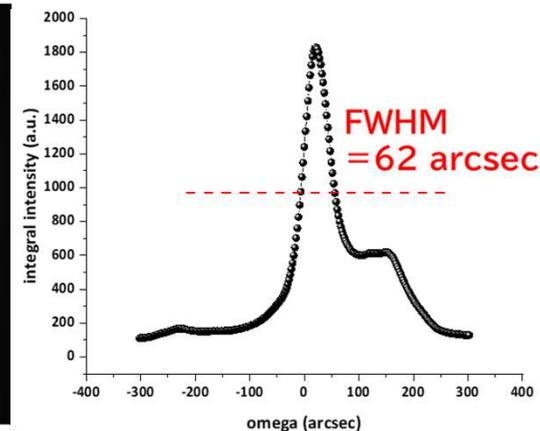
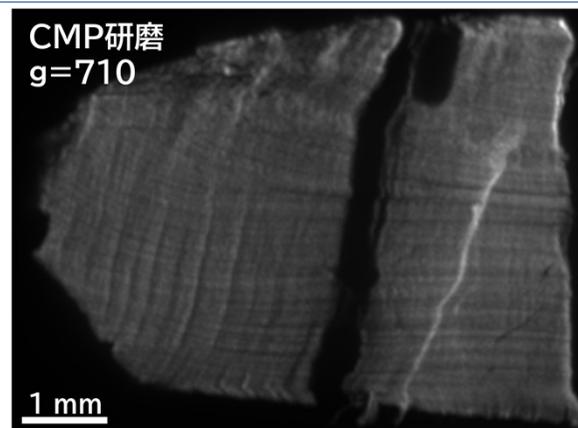
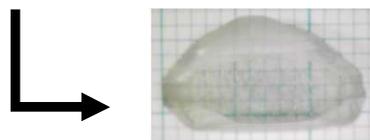
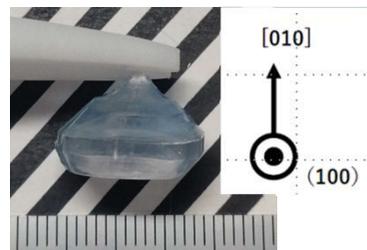
XRT:

X線の回折現象を利用し、単結晶中の格子欠陥の空間分布や格子ひずみをX線回折強度の二次元分布で画像化する方法



KEK PF BL-3C

欠陥観察 (転位密度)

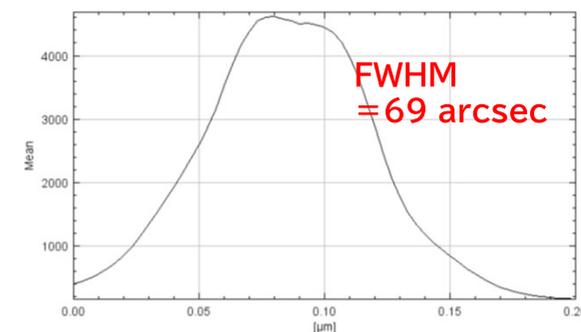
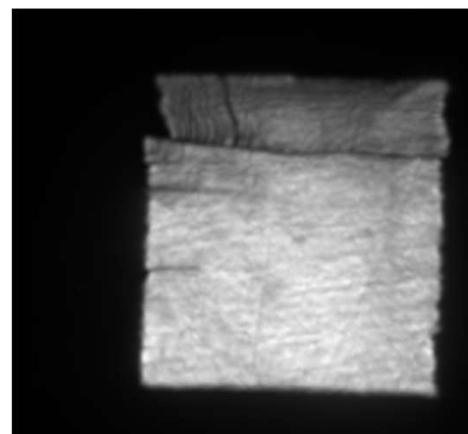
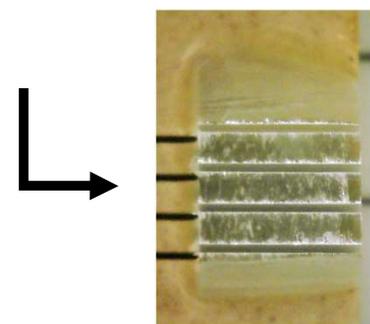


(100)面に切断CMP研磨

ω -rocking XRDI像

最大強度合成像

画像積分強度の ω 角依存性



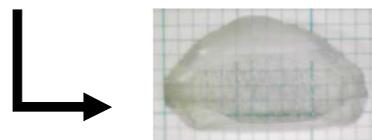
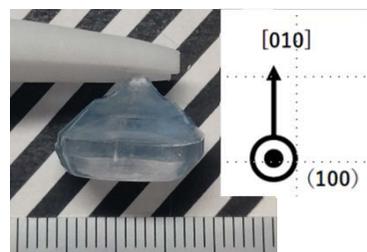
(010)面に切断CMP研磨

$g=020$ のXRDI測定結果

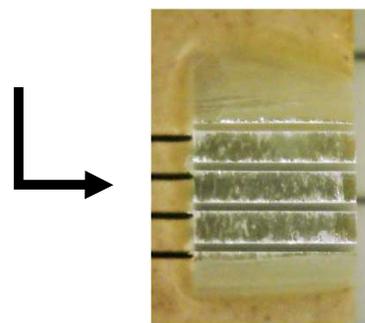
最大強度合成像

画像積分強度の ω 角依存性

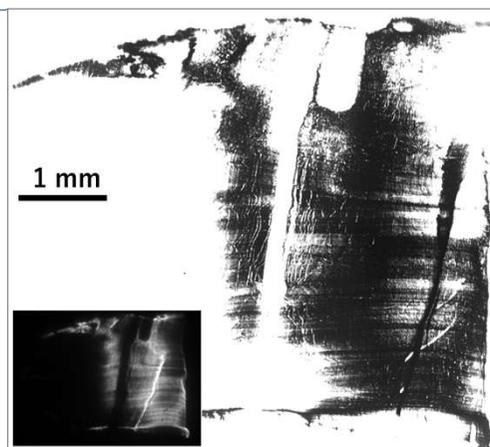
欠陥観察 (転位密度)



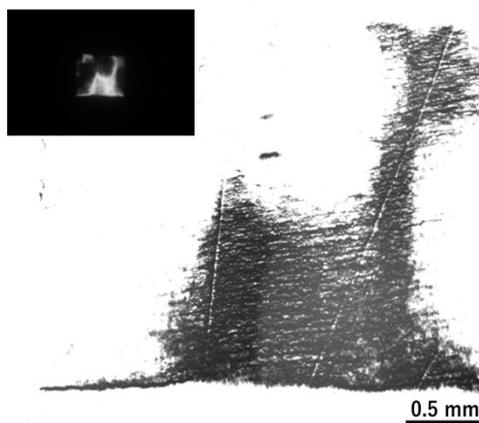
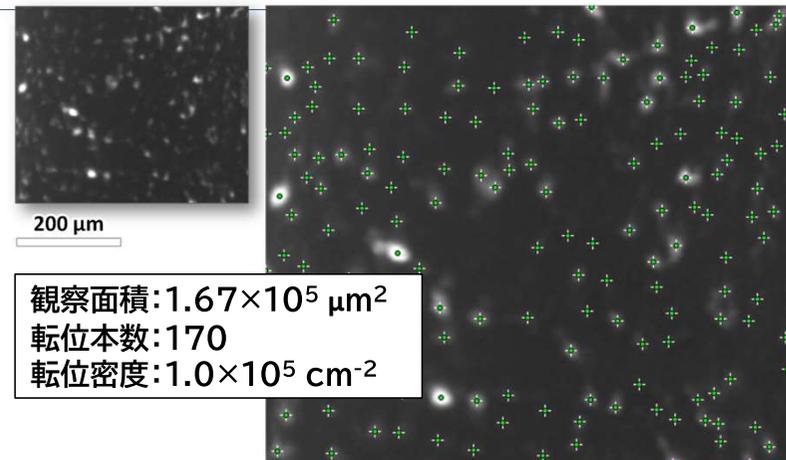
(100)面に切断CMP研磨



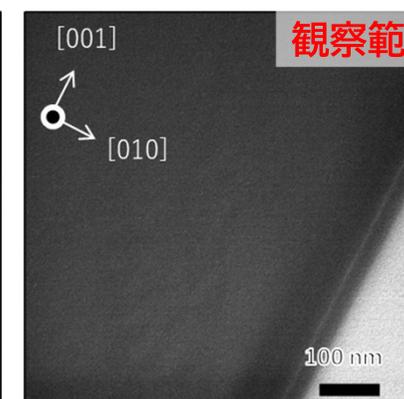
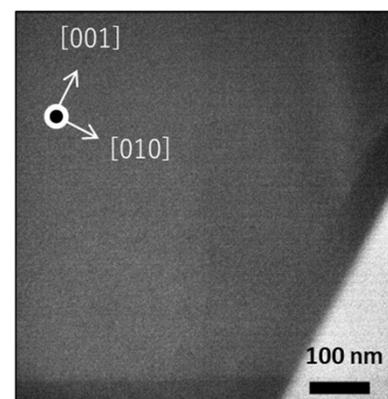
(010)面に切断CMP研磨



(100) : XRTによる転位観察



(010) : XRTによる転位観察 19



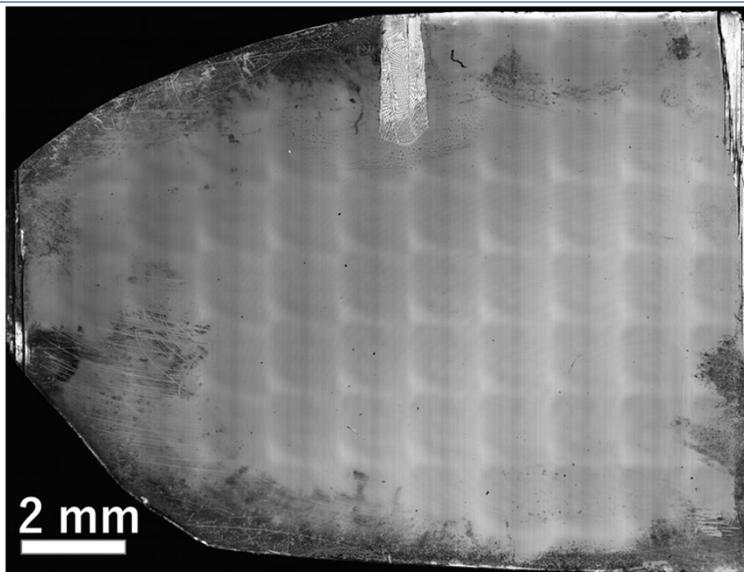
観察範囲に転位なし

TEM観察結果(2か所)

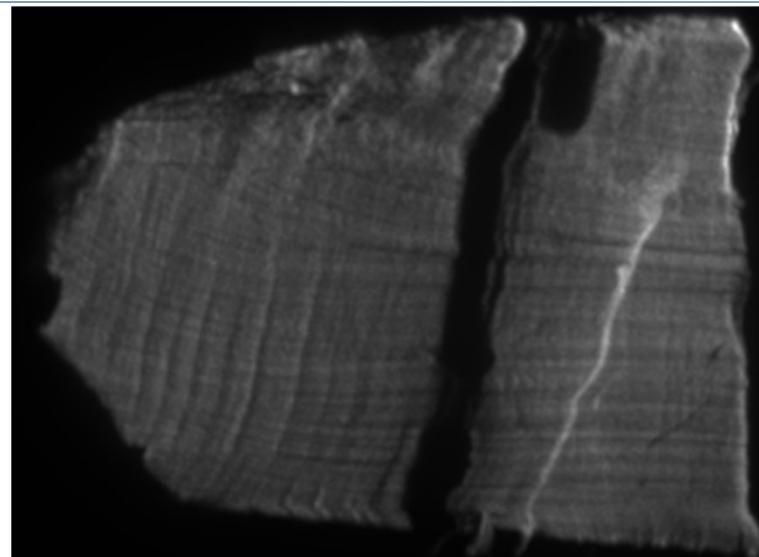
欠陥観察（パイプ状ボイド）



文部科学省



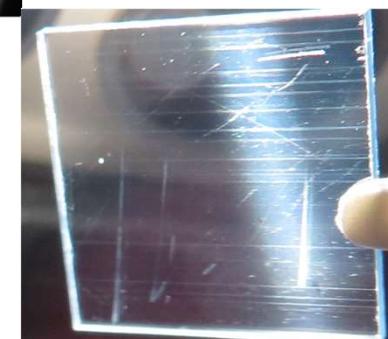
レーザー顕微鏡観察



XRDI最大強度像

落射光源＋共焦点、および微分干渉で観察
いずれもパイプ状ボイドらしきものが確認されなかった

**高品質・低転位密度・キラー欠陥フリーの結晶を確認
⇒大型の水冷銅ハースを用いて結晶径拡大、長尺化を目指す**



【比較】市販EFG基板
横線がパイプ状ボイド

まとめ



文部科学省



1. 次世代パワーデバイス材料として有望な β -Ga₂O₃ 結晶成長手法として、ルツボを用いないOCCC法を提案
2. 対流と表皮効果を考慮した結晶育成シミュレーションモデルを構築し、実測の難しいメルト面内温度分布を計算、実試験結果と相関のある結果が得られた
3. 加熱コイル高さを高くすることで育成結晶長さが得られ、加熱コイル径を大きくすることで育成結晶径が拡大できることが示された
4. OCCC法で作製した β -Ga₂O₃ 結晶の転位密度は $1 \times 10^5 \text{cm}^{-2}$
⇒ 開発初期段階にも関わらず、評価した範囲で市販EFG結晶と同等を確認
5. 光学顕微鏡観察において、パイプ状ボイドの存在が確認されなかった
⇒ 今後、パイプ状ボイドの生成メカニズムについて検討を進める

ご清聴ありがとうございました