

# Структурные дефекты в подложках 6H-SiC и их влияние на рост эпитаксиальных слоев методом сублимации в вакууме

© Л.М. Сорокин, А.С. Трегубова, М.П. Щеглов, А.А. Лебедев, Н.С. Савкина

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: Lev.Sorokin@shuvpop.ioffe.rssi.ru

(Поступила в Редакцию 3 февраля 2000 г.)

Рентгенодифракционными методами (топография, дифрактометрия) и методом оптической микроскопии изучалось структурное совершенство подложек карбида кремния и гомоэпитаксиальных слоев, выращенных на них сублимационным методом. Определены оптимальные дифракционные условия ( $hkl$ -отражения,  $\lambda$  — длина волны излучения, геометрия съемки), дающие возможность выявить "микропайпы" дислокационной природы. Показано, что использованные условия роста позволяют получать эпитаксиальные слои высокого совершенства.

Работа была поддержана грантом INTAS (N 97-30834).

Успехи в выращивании монокристаллов карбида кремния достаточно больших размеров и применение современных технологий эпитаксиального роста слоев увеличивают перспективу использования SiC для получения силовых приборов, светодиодов и других устройств, работающих в экстремальных условиях (высокие температуры, радиация, агрессивные среды и т.п.). Существенно ограничивающим фактором использования этих кристаллов в указанных целях является наличие в них структурных дефектов. Характер формирования дислокационной структуры, распределение дислокаций и других дефектов по площади и в объеме зависят от способа выращивания подложек, который определяет индивидуальные особенности дефектной структуры последних. Поскольку многие параметры полупроводниковых приборов зависят от структурных дефектов в слоях, их улучшение невозможно без систематического исследования структурного совершенства как исходного материала (подложек), так и эпитаксиальных слоев.

В данной работе проводилось изучение особенностей дефектной структуры подложек карбида кремния, выращенных модифицированным методом Лели (МЛ), и эпитаксиальных слоев, полученных на Si-границе методом сублимации.

## 1. Методика эксперимента

Кристаллы (подложки) SiC, выращенные методом МЛ, обладают высоким структурным совершенством, но из-за их малого размера не могут быть использованы для ряда применений. Кристаллы SiC, выращенные методом МЛ, могут иметь большие размеры (25–75 мм в диаметре), но значительно уступают первым по совершенству структуры [1].

Из всех известных полиморфных SiC наиболее распространенным для наращивания эпитаксиальных слоев является полиморф 6H-SiC, использованный в настоящем эксперименте. Подложка SiC фирмы CREE (США) диа-

метром  $\sim 25$  мм была разрезана на несколько частей площадью  $\sim 1$  см<sup>2</sup> для проведения различных экспериментов. Эпитаксиальные слои наращивались на них сублимационным методом. Непосредственно перед ростом эпитаксиального слоя проводилось сублимационное травление подложки для снятия нарушенного слоя, образующегося при механической обработке поверхностей подложки. Рост слоев  $n$ -типа проводимости осуществлялся на Si-границе подложки в вакууме  $10^{-6}$  торр при температуре источника роста  $\sim 2000^\circ\text{C}$  [2]. Температурный градиент ячейки роста изменялся путем перемещения последней внутри индуктора. Скорость роста составляла около  $15 \mu\text{m}$  в час при температуре  $2000^\circ\text{C}$ . Таким способом были выращены слабо компенсированные эпитаксиальные слои карбида кремния с концентрацией  $N_d - N_a \sim 1 \cdot 10^{15} \text{cm}^{-3}$  и диффузионной длиной дырок  $\sim 2.5 \mu\text{m}$ .

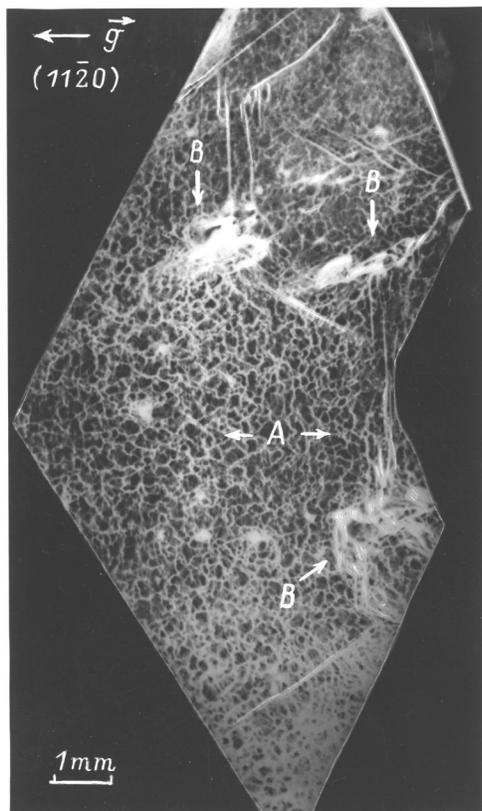
В работе применялся комплекс неразрушающих рентгенодифракционных (топография, дифрактометрия) и оптико-микроскопических методов анализа структурных дефектов.

В рентгенотопографических исследованиях использовались метод трансмиссионной топографии (метод Ланга), метод обратного отражения в асимметричной геометрии съемки (метод Берга–Баррета) и метод двухкристальной топографии. Метод Ланга позволяет выявить и анализировать дефекты во всем исследуемом объеме кристалла. В этом случае, чтобы избежать вклада поверхностных нарушений необработанной С-поверхности в дифракционное изображение, подложка дополнительно полировалась и травилась в расплаве КОН. Второй метод позволяет получать дифракционное изображение дефектов, содержащихся в приповерхностном слое. Расчетная глубина формирования дифракционного отражения рентгеновских лучей, определяемая экстинкционной длиной  $t_\Delta$  для используемых отражений (10 $\bar{1}$ .10) и (11 $\bar{2}$ .12) при  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении, составляет 13 и  $27 \mu\text{m}$  соответственно. В методе двухкристальной топографии

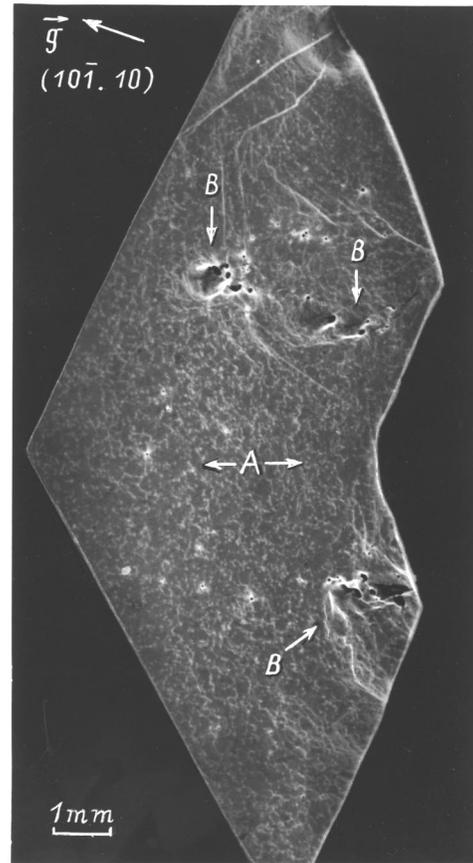
в геометрии Брэгга использовался германиевый монохроматор, установленный в симметричном отражении (111). В этом методе за счет уменьшения расходимости пучка, падающего на исследуемый кристалл, повышается чувствительность изображений к малым разориентациям кристаллографических плоскостей вблизи дефектов. Последнее обстоятельство дает возможность выявить геометрию дефектов.

## 2. Экспериментальные результаты

На топограммах, полученных методом Ланга ( $\text{MoK}_\alpha$ -излучение,  $(11\bar{2}0)$ -отражение), в подложках видна ячеистая структура, которая обусловлена упорядоченным распределением дислокаций. На изображениях исследуемых подложек можно выделить обширные участки с достаточно равномерным распределением базисных дислокаций ( $\leq 10^5 \text{ cm}^{-2}$ ) и области с достаточно сильными нарушениями, которые выявляются в виде сплошных светлых пятен, без признаков тонкой структуры. По этим изображениям трудно судить, чем обусловлены эти нарушения — скоплениями ли дислокаций или другими дефектами (рис. 1).



**Рис. 1.** Рентгеновская топограмма, полученная по методу Ланга ( $\text{MoK}_\alpha$ -излучение,  $(11\bar{2}0)$ -отражение). Видны области с равномерным распределением базисных дислокаций (A) и с сильными локальными нарушениями (B).

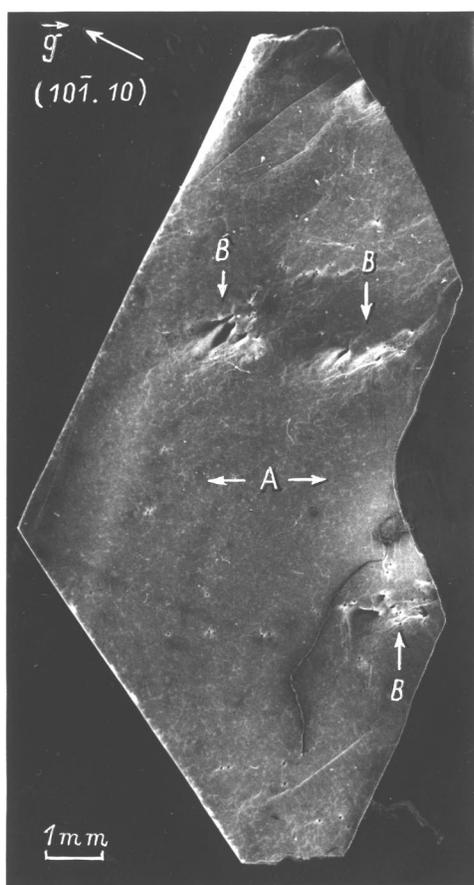


**Рис. 2.** Рентгеновская топограмма, полученная в геометрии отражения по методу Берга-Баррета ( $\text{CuK}_\alpha$ -излучение,  $(10\bar{1}.10)$ -отражение) с того же кристалла, что и на рис. 1.

Разрешение существенно увеличивается, если получать изображение с ограниченной толщины кристалла. Поскольку нас интересовали дефекты в приповерхностном слое с точки зрения их влияния на эпитаксиальный рост, были получены топограммы в геометрии отражения по Брэггу (метод Берга-Баррета,  $\text{CuK}_\alpha$ -излучение,  $(10\bar{1}.10)$ - и  $(11\bar{2}.12)$ -отражения). Из набора используемых отражений, дислокационная структура в приведенных выше отражениях выявляется с наилучшим контрастом. На рис. 2 представлена топограмма по Бергу-Баррету с того же участка кристалла, что и на рис. 1, на которой из ячеистой структуры видны отдельные дислокации, а точнее части их длины, отвечающие фактически выходу их на рабочую поверхность. На рис. 2 в областях, отвечающих однородной ячеистой структуре рис. 1, видны также отдельные дефекты, изображающиеся в виде темного ядра со светлым ореолом (розеткой) несимметричной формы. Их размеры находятся в интервале  $1-10 \mu\text{m}$ . В областях с сильными нарушениями (сплошные светлые участки на рис. 1) выявляются скопления упомянутых выше дефектов разного размера. В этих же местах можно наблюдать протяженные светлые линии с большей шириной изображения, чем отдельные дислока-

ции. Эти дефекты можно рассматривать как области с малоугловыми границами, пронизывающими всю толщину кристалла.

На рис. 3 представлена топограмма по Бергу–Баррету с этого же образца после наращивания эпитаксиального слоя толщиной  $\sim 5 \mu\text{m}$ . Можно отметить, что плотность дислокаций на изображении существенно уменьшается. Поскольку базисные дислокации не прорастают, на топограмме, снятой по методу Берга–Баррета, отчетливо выявляются наклонные дислокации. Что же касается областей с более сильными и неоднородными искажениями в подложке, то они в основном наследуются эпитаксиальным слоем. Малоугловые границы, состоящие из наклонных дислокаций, прорастают в эпитаксиальный слой. Дефекты подложки в виде темного ядра со светлым ореолом прорастают в слой и приводят, как и малоугловые границы, к сильным разориентациям одних участков по отношению к другим. Эта разориентация заметнее выявляется на топограммах, полученных в двухкристальном варианте (рис. 4). На этом снимке ярче выявляются и дефекты с темным ядром и светлым ореолом. Протяженность ореола уменьшается и контуры центральной части еще яснее выявляют геометрию дефекта. Анализ этих дефектов по топограммам показал, что они имеют



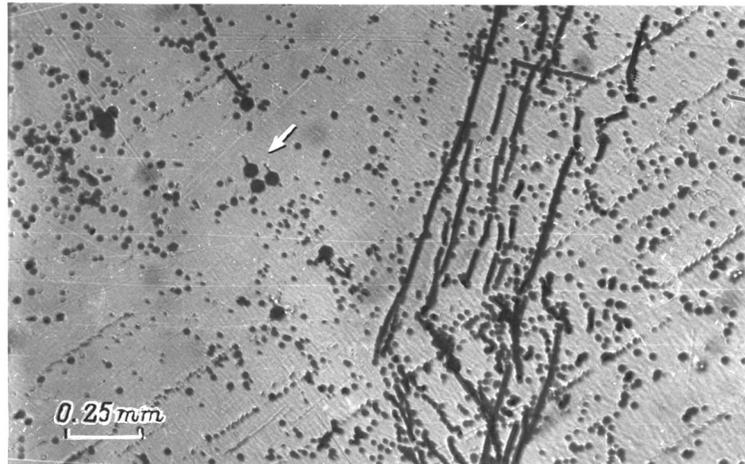
**Рис. 3.** Топограмма 6H-SiC подложки с эпитаксиальным слоем толщиной  $5 \mu\text{m}$ , полученная по методу Берга–Баррета. Дифракционные условия те же, что и на рис. 2.



**Рис. 4.** Двухкристальная рентгеновская топограмма подложки с эпитаксиальным слоем ( $\text{CuK}\alpha$ -излучение,  $(10\bar{1}.10)$ -отражение). Видны дефекты с темным ядром и светлым ореолом — микропайпы.

дислокационную природу. Кроме того, на этом снимке выявляются дополнительные, более мелкие дефекты с ореольным контрастом, что оправдывает применение двухкристальной топографии.

Для дополнительного анализа природы выявленных топографией дефектов с ореольным контрастом использовалась оптическая микроскопия. После предварительного травления подложки в расплаве КОН на оптических изображениях выявлены полые трубки. На поверхности подложки им отвечают гексагональные ямки травления. Убедительным доказательством того, что ямкой травления заканчивается протяженный дефект, является наличие "хвоста" — тени, распространяющейся от изображения ямки. Наблюдение этого эффекта стало возможным при наклоне образца от горизонтальной плоскости при фотографировании поверхности (рис. 5). Подобные дефекты в монокристаллическом карбиде кремния, выявленные с помощью синхротронной рентгеновской топографии [3], были интерпретированы как поры — выходы на поверхность пустых каналов ("микропайпов"), обусловленные сверхдислокациями винтового типа. Согласно [4], винтовые дислокации с вектором Бюргерса, превышающим критическую величину в кристаллах с



**Рис. 5.** Оптический микроснимок поверхности 6HSiC подложки, протравленной в расплаве КОН. Видна гексагональная форма ямок травления дефектов, отвечающих выходу микропайпов на поверхность. От ямок отходят "хвосты" (проекции пустых каналов — микропайпов), которые выявляются при наклоне образца.

большим модулем сдвига, будут иметь пустое ядро. Соотношение между равновесным диаметром трубки, обусловленной пустым ядром, и величиной вектора Бюргера  $\mathbf{b}$  винтовой дислокации, дается следующим выражением [4]:

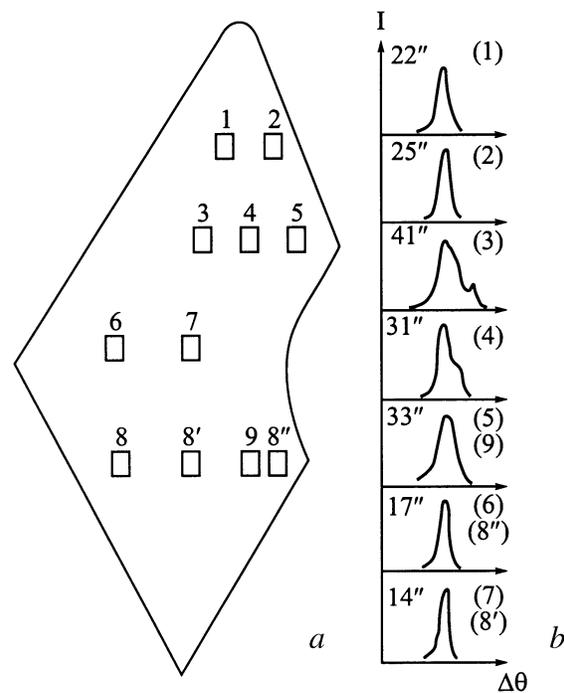
$$D = \mu b^2 / 4\pi^2 \gamma,$$

где  $\mu$  — модуль сдвига,  $\gamma$  — удельная поверхностная энергия. Многими исследователями наблюдения ямок в центре спиралей роста в случае карбида кремния связывались с винтовыми дислокациями [5,6]. В нашем случае такого типа дефекты присутствуют в подложках и могут прорасти в эпитаксиальные слои.

Наряду с топографическими исследованиями измерялись полуширины кривых дифракционного отражения (КДО)  $\omega_\theta$  на исходных подложках и на эпитаксиальных слоях. В качестве монохроматора использовался монокристалл 6HSiC. Для измерений КДО исследуемого кристалла использовались симметричные отражения (0006) и (000.12), а также несимметричные (10 $\bar{1}$ .10) отражения для  $\text{SiK}_\alpha$ -излучения. Для симметричного (0006) и несимметричного (10 $\bar{1}$ .10) рефлексов расчетная глубина формирования дифракционного отражения ( $t_\Delta$  — экстинкционная длина) составляет 3 и 5  $\mu\text{m}$  соответственно и находится в пределах толщины эпитаксиального слоя. Для (000.12) отражения  $t_\Delta$  составляет  $\sim 17 \mu\text{m}$ . Измерения показали, что областям с однородным распределением дислокаций соответствуют минимальные значения полуширин в сравнении с участками с более дефектной структурой, выявленной на топограммах. Измерения КДО для эпитаксиальных слоев показали, что наблюдается тенденция уменьшения полуширины в сравнении с подложкой для тех областей, которые соответствуют однородному распределению дислокаций. Для областей с сильными локальными искажениями в подложке, где полуширины КДО значительно больше,

последние практически остаются теми же самыми после наращивания слоя. На основании этого результата можно утверждать, что дефекты, обуславливающие неоднородные искажения, прорастают практически все из подложки в слой, не теряя своей "мощности".

Количественные значения полуширин КДО по поверхности приведены на рис. 6, из которого видно, что разброс полуширин КДО находится в интервале от 14



**Рис. 6.** Контур исходного образца с обозначением мест, где измерялась полуширина КДО до и после наращивания эпитаксиального слоя (a). Значения полуширины (КДО) $_{\omega_0}$  в секундах указаны около соответствующих кривых (b).

до 40 угловых секунд ( $''$ ). Измерения полуширин для области образца с однородным распределением дислокаций показывают, что для отражения (000.12) до наращивания слоя полуширина КДО составляет 14–16 $''$ , тогда как после наращивания слоя толщиной 15  $\mu\text{m}$  она равна 10–14 $''$ . Для несимметричного отражения (10 $\bar{1}$ .10) для подложки без слоя полуширина КДО равна 18–20 $''$ , для образца со слоем — 14–16 $''$ . Эти данные свидетельствуют о существенном улучшении структурного совершенства эпитаксиального слоя в сравнении с подложкой, что хорошо согласуется с результатами рентгено топографических исследований.

Таким образом, в результате комплексных структурных исследований получены следующие результаты.

1) Определены оптимальные дифракционные отражения, дающие наилучший контраст изображения микротрубок (микропайпов) на рентгеновских топограммах.

2) Выявленные поры представляют собой выходы на поверхность микротрубок, имеющих дислокационное происхождение.

3) Структурное совершенство эпитаксиальных слоев зависит от плотности распределения дислокаций, микропайпов и других дефектов по площади подложек.

4) Применение двухкристальной топографии для подложек и эпитаксиальных слоев позволило установить, что области с сильными нарушениями состоят из различного типа дефектов.

5) Показано, что в целом структурное совершенство эпитаксиальных слоев, выращенных методом сублимации, выше, чем у подложек.

## Список литературы

- [1] А.Н. Андреев, А.С. Трегубова, М.П. Щеглов, В.П. Растегаев, С.И. Дорожкин, В.Е. Челноков. ФТП **29**, 10, 1828 (1995).
- [2] М.М. Anikin, А.А. Lebedev, S.N. Pyatko, А.М. Strel'chuk. Mater. Sci. Eng. **B11**, 113 (1992).
- [3] M. Dudley, W. Si, S. Wang, C. Carter jr., R. Glass, V. Tsvetkov. ILNuovo Cimento **19D**, 2–4, 153 (1996); 3rd European Symposium on X-Ray Topography and High Resolution Diffraction. Palermo, Italy, 22–24 April, 1996 / Ed. by C. Bocchi et al. Societa Italiana di Fisica-Bologna (1996).
- [4] F.S. Frank. Acta Cryst. **4**, 497 (1951).
- [5] I. Sunagawa, P. Bennema. J. Cryst. Growth **53**, 490 (1981).
- [6] H. Tanaka, Y. Uemura, Y. Inomata. J. Cryst. Growth. **53**, 630 (1981).