

О росте монокристаллов карбида кремния политипа 4H на затравках с плоскостью (112̄2)

© А.Ю. Фадеев[†], А.О. Лебедев*, Ю.М. Таиров

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет „ЛЭТИ“ им. В.И. Ульянова (Ленина), 197376, Санкт-Петербург, Россия

* Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской Академии Наук, 194021, Санкт-Петербург, Россия

(Получена 10 апреля 2012 г. Принята к печати 16 апреля 2012 г.)

Исследованы особенности дефектной структуры слитков карбида кремния политипа 4H, выращенных модифицированным методом Лели на затравках с ориентацией поверхности (112̄2). Показано, что данная плоскость затравки может быть использована для улучшения структурного совершенства слитков карбида кремния. Дефектная структура характеризуется полным отсутствием микропор, а также снижением плотности дислокаций (на порядок величины), по сравнению с затравкой. В то же время при росте на плоскости затравки (112̄2) наблюдается накопление дефектов упаковки. Характер дефектов упаковки отвечает формульному типу (5,2) в нотации Жданова (внутренний дефект по Франку).

1. Введение

Карбид кремния SiC является идеальным полупроводниковым материалом для создания приборов силовой, высокочастотной и высокотемпературной электроники [1]. Монокристаллические слитки карбида кремния обычно выращивают модифицированным методом Лели, используя монокристаллические затравки с ориентациями (0001)Si и (0001̄)C. Выращенные слитки, как правило, характеризуются развитой дефектной структурой, причем основными дефектами в монокристаллах, выращенных на затравках с ориентацией {0001}, являются протяженные дефекты, распространяющиеся вдоль направления [0001], — микропоры и прорастающие дислокации. В настоящее время детально исследуются возможности других ориентаций затравок — для улучшения дефектной структуры и подавления тех или иных дефектов в слитках [2,3]. В частности, известно, что рост на призматических гранях, таких как (101̄0) и (112̄0), позволяет избежать появления микропор и прорастающих вдоль [0001] дислокаций, однако приводит к генерации большого количества дефектов упаковки (ДУ) [4]. В статье рассматривается дефектная структура слитков карбида кремния, выращенных на грани пирамиды (наклонной грани) с ориентацией {112̄2}. Такая ориентация затравки является квазиполярной и в принципе может быть оптимальной для того, чтобы избежать развития как прорастающих дислокаций, так и ДУ.

2. Экспериментальная часть

Объемные монокристаллы 4H-SiC выращивали модифицированным методом Лели, в реакторе с резистивным нагревом тигля. Рабочая температура составляла 2100–2200°C, давление в процессе роста составляло 3–10 Торр, газовая среда представляла собой смесь аргона и азота (4%). Температурные градиенты находились

в диапазоне 3–30 К/см. Продолжительность экспериментальных циклов составляла от 8 до 40 часов.

Исходные пластины карбида кремния политипа 4H с ориентацией (112̄2) вырезали из слитка, выращенного в направлении (0001̄)C, под углом 73° относительно базисной плоскости (рис. 1). Полученные пластины подвергали последовательно механической шлифовке, полировке и химическому травлению в расплаве KOH (600°C, 15 мин). Пластины были огранены двумя кристаллографически неэквивалентными гранями — квазиполярной кремниевой qSi (112̄2) и углеродной qC (112̄2̄), имели приблизительно прямоугольную форму и линейные размеры до 51 × 15 мм. Рост монокристаллов

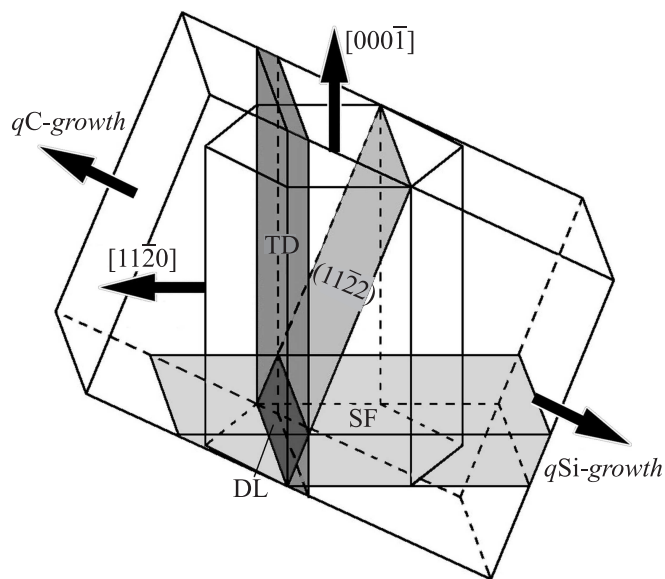


Рис. 1. Схема роста монокристаллов 4H-SiC на затравке с плоскостью (112̄2) и наследование дефектов растущим кристаллом из затравки. DL — дефектный слой затравки, TD — область развития прорастающих дислокаций, SF — область развития дефектов упаковки.

[†] E-mail: siclab-tairov@yandex.ru

4H-SiC проводили одновременно на затравках обеих полярностей в одном эксперименте.

Для изучения механизмов наследования и развития дефектной структуры выращенные слитки разрезали на пластины толщиной ~ 1 мм перпендикулярно направлению роста. Полученные пластины подвергали последовательно операциям механической шлифовки, полировки и химического травления в расплаве КОН (600°C, 15 мин). Анализ структурных дефектов проводили, используя метод оптической микроскопии (виды дефектов определяли по форме ямок травления). Для определения характера дефектов упаковки применяли методы просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМВР) и рентгеновские дифракционные методы (одно- и двухкristальная дифрактометрия). Ориентирование слитков выполняли с использованием метода рентгеновских картин Лауэ.

Несмотря на то что используется ориентация затравки (11 $\bar{2}$ 2), ниже при изложении мы сохраняем классическую терминологию, характерную для роста на (0001)-границы затравки, и именуем термином *прорастающие дислокации* протяженные дефекты, распространяющиеся вдоль [0001] (т. е. под углом 17° к используемой плоскости затравки).

3. Результаты и обсуждение

Как известно, использование грани (0001)Si для выращивания слитка политипа 4H приводит к многочисленным сбоям последовательности слоев политипа и даже полной конверсии исходного политипа в политип 6H. В этой связи необходимо отметить, что на затравках с ориентацией (11 $\bar{2}$ 2) обеих полярностей наблюдался устойчивый рост политипа 4H, без видимых макровключений других политипов.

Отличительной особенностью травления пластин карбида кремния ориентации {11 $\bar{2}$ 2} является селективный характер травления для граней обеих полярностей (как квази-C-, так и квази-Si-границы). На qC-границы травление выявляет ДУ (линейные фигуры травления) и прорастающие дислокаций (треугольные ямки травления), на qSi-границы — базисные дислокации (овальные ямки травления), прорастающие дислокации (вытянутые вдоль [11 $\bar{2}$ 0] гексагоны) и, в меньшей степени, ДУ (слабо проявляющиеся линейные фигуры травления).

3.1. Дефектная структура затравки

Используемые затравки характеризовались суммарной плотностью дислокаций порядка $5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ и почти полным отсутствием микропор. Характерные полуширины рентгеновских кривых качания составляли 15'' (0004, $\text{CuK}\alpha$ -излучение). Как правило, затравки содержали дефектную область, соответствующую начальным стадиям роста кристалла, из которого впоследствии затравку вырезали (рис. 1). Эта дефектная область протяженностью до 3 мм в направлении проекции [0001] на плоскость (11 $\bar{2}$ 2) характеризовалась избыточной плотностью

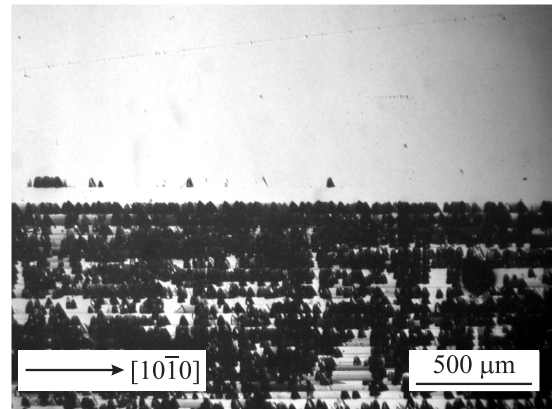


Рис. 2. Дефектная область затравки с плоскостью (11 $\bar{2}$ 2), соответствующая начальным стадиям роста затравочного кристалла (qSi-грань, травление в КОН).

дислокаций (до $2 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$) и наличием ростовых ДУ (рис. 2).

3.2. Динамика изменения дефектной структуры кристалла в процессе роста

При росте на qSi-границы затравки наблюдается генерация ДУ по всему фронту кристаллизации, причем плотность последних, по данным оптической микроскопии, достигает 10^3 см^{-1} после 20 ч роста (рис. 3). Следует отметить, что вследствие генерации ДУ в областях, изначально от них свободных, проследить наследование дефектов упаковки из дефектной области затравки не представляется возможным.

Используемая ориентация затравки (11 $\bar{2}$ 2) составляет относительно небольшой угол (17°) с направлением [0001]. Это означает, что в процессе роста прорастающие дислокации должны быстро достигать периферии слитка и покидать растущий кристалл. Так, при протяженности дефектной области на затравке в 3 мм, а пластины — в том же направлении в 15 мм прорастающие дислокации, при росте на qSi-границы выйдут из кристалла на высоте 1.6 мм от затравки, а при росте на qC-границы — пройдут через толщу слитка и выйдут на его периферию на высоте 7.9 мм (рис. 1). Действительно, прорастающие дислокации при росте на qSi-границы затравки наблюдаются только на участках, наследуемых из дефектной области затравки (рис. 4), и быстро выходят из кристалла (в соответствии со схемой рис. 1). Плотность базисных дислокаций в этих же областях за 20 часов роста снижается с 10^5 см^{-2} до 10^4 см^{-2} (рис. 4).

Рост на qC-границы затравки также характеризуется накоплением ДУ в областях, изначально от них свободных, аналогично рис. 3, с примерно такими же плотностями ДУ. Прорастающие дислокации полностью выходят из кристалла на высоте ~ 8 мм, в соответствии с оценкой, выполненной выше, однако траектория их выхода

пересекает область, изначально свободную от дефектов упаковки (рис. 5). Плотность базисных дислокаций аналогично снижается с 10^5 см^{-2} до 10^4 см^{-2} на первом и последнем срезе, соответственно.

3.3. Определение характера дефектов упаковки

Характер возникающих ДУ можно оценить рентгеновскими дифракционными методами по изменению положения или интенсивности набора рефлексов [5]. По

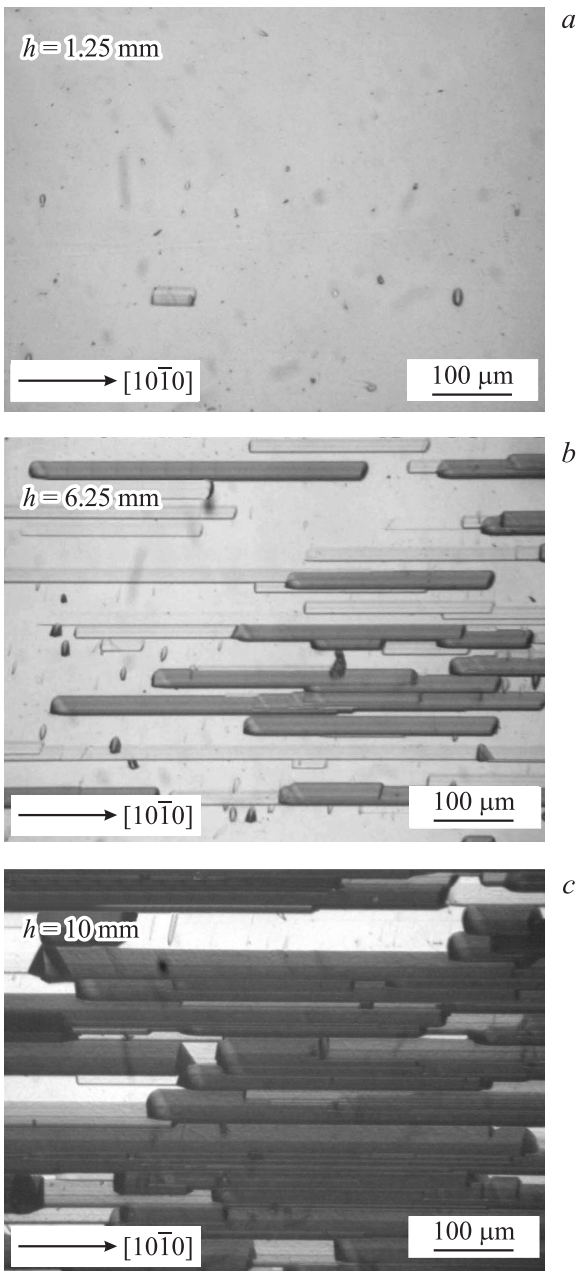


Рис. 3. Накопление дефектов упаковки при росте на грани (11 $\bar{2}$ 2) *q*Si-полярности. Картины травления *q*C-грани пластин. На рисунке обозначено: *h* — расстояние от затравки до вырезанной пластины, мм: *h* = 1.25 (а), *h* = 6.25 (b), *h* = 10 (с).

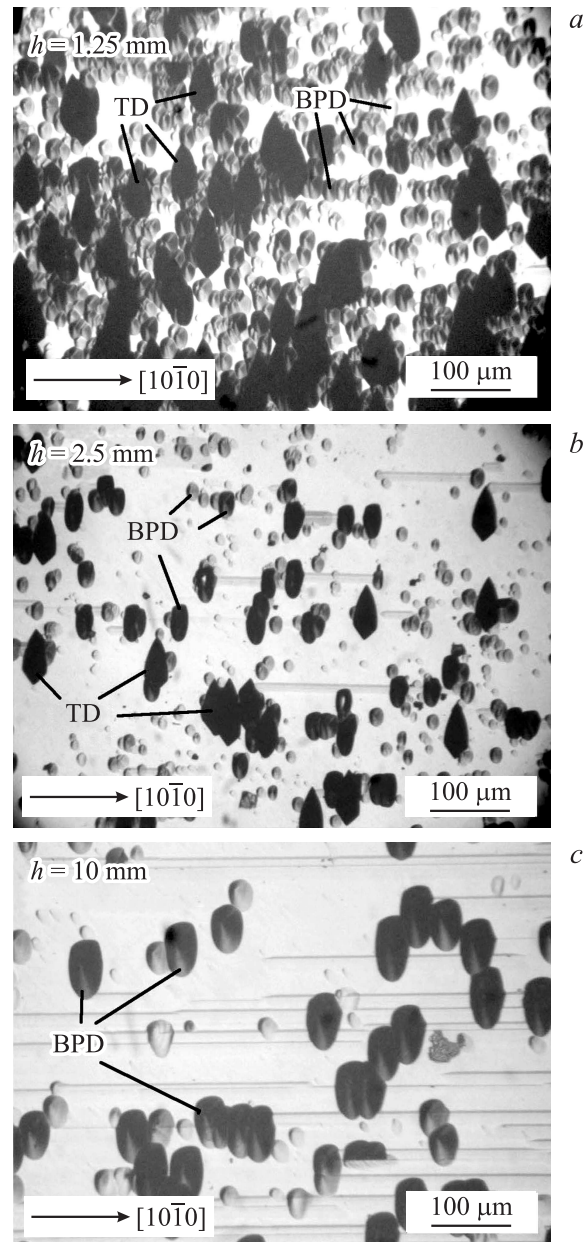


Рис. 4. Дефектная структура участка поверхности как результат прорастания дислокаций из дефектной области затравки. Рост на *q*Si-грани затравки, травление *q*Si-грани пластин. На рисунке обозначены: TD — прорастающие дислокации, BPD — базисные дислокации; *h* — расстояние от затравки до вырезанной пластины, мм: *h* = 1.25 (а), *h* = 2.5 (b), *h* = 10 (с).

литературным данным, в кристаллах карбида кремния поли типа 4Н наблюдались ростовые ДУ следующих видов: (4,4) [6,7], (5,3) [6], (5,2) [8,9], (6,2) [6,10], (3,1) [10]. Здесь и далее используется классическая запись структуры ДУ по Жданову [11].

Для анализа возможных изменений, вносимых этими ДУ в дифракционную картину карбида кремния, использовали программу расчета рентгеновских структурных амплитуд кристаллов [12]. При расчетах предполагали,

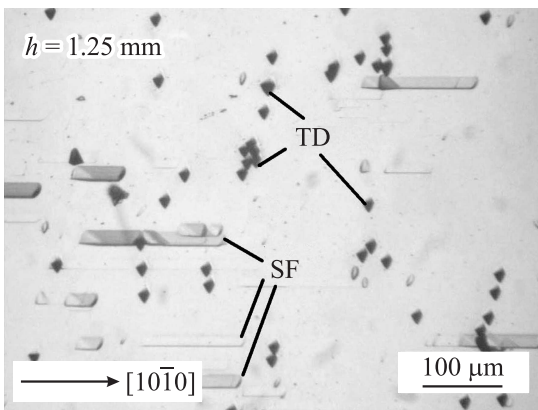


Рис. 5. Дефектная структура кристалла, выращенного на *q*C-границе затравки. Картина травления *q*C-границы. На рисунке обозначены: TD — прорастающие дислокации, SF — дефекты упаковки, *h* — расстояние от затравки до вырезанной пластины.

что наблюдаемые ДУ в кристалле — одного типа, распределены случайным образом и не приводят к изменениям межплоскостных расстояний и возникновению дисторсий. В качестве исходных данных для программы использовали математически смоделированные участки политипа размером несколько тысяч элементарных ячеек вдоль направления [0001], содержащие ДУ определенного типа из перечисленных выше. Возможность сбоя последовательности слоев политипа 4H и появление ДУ на этапе моделирования участка политипа определяется параметром „вероятность сбоя“, который варьировали в достаточно широких пределах (10^{-4} – 10^{-1}). Моделирование участка политипа для каждого ДУ с каждой вероятностью сбоя проводили 500–2000 раз, интенсивности по данным попыток усредняли, а рефлексы индцировали в ячейке карбида кремния политипа 4H. Для удобства сравнения с экспериментальными данными использовали нормированные расчетные интенсивности, приведенные к интенсивностям расчетного бездефектного эталона (модельного участка политипа, не содержащего ДУ).

Зависимости нормированных интенсивностей рефлексов 21.*l*, где *l* = 4–8, от вероятности сбоя последовательности слоев для всех пяти ДУ, представлены на рис. 6. Расчетные кривые для ДУ (3,1), (6,2) и (5,3) эквивалентны, что в принципе не позволяет различить эти ДУ рассматриваемым методом.

Как отмечалось выше, кристаллы разрезали на пластины, ориентированные вдоль плоскости (11.2). В качестве эталона использовали пластину, заведомо не содержащую ДУ (затравку). Такой выбор эталона позволяет не принимать во внимание эффекты, связанные с влиянием на структурную амплитуду асимметрии рефлексов, поляризационного фактора и т.д. Анализ экспериментальных интенсивностей пластин карбида кремния с развитой

картиной дефектов позволяет утверждать, что интенсивности рефлексов 21.4 и 21.8 практически совпадают с эталонными, в то время как, например, для рефлекса 21.5 наблюдается устойчивое, хотя и относительно небольшое (с учетом погрешности измерений 10–20%) снижение интенсивности. Из представленных выше ДУ такое распределение интенсивностей характерно для политипа 4H с ДУ типа (5,2), с вероятностью сбоя

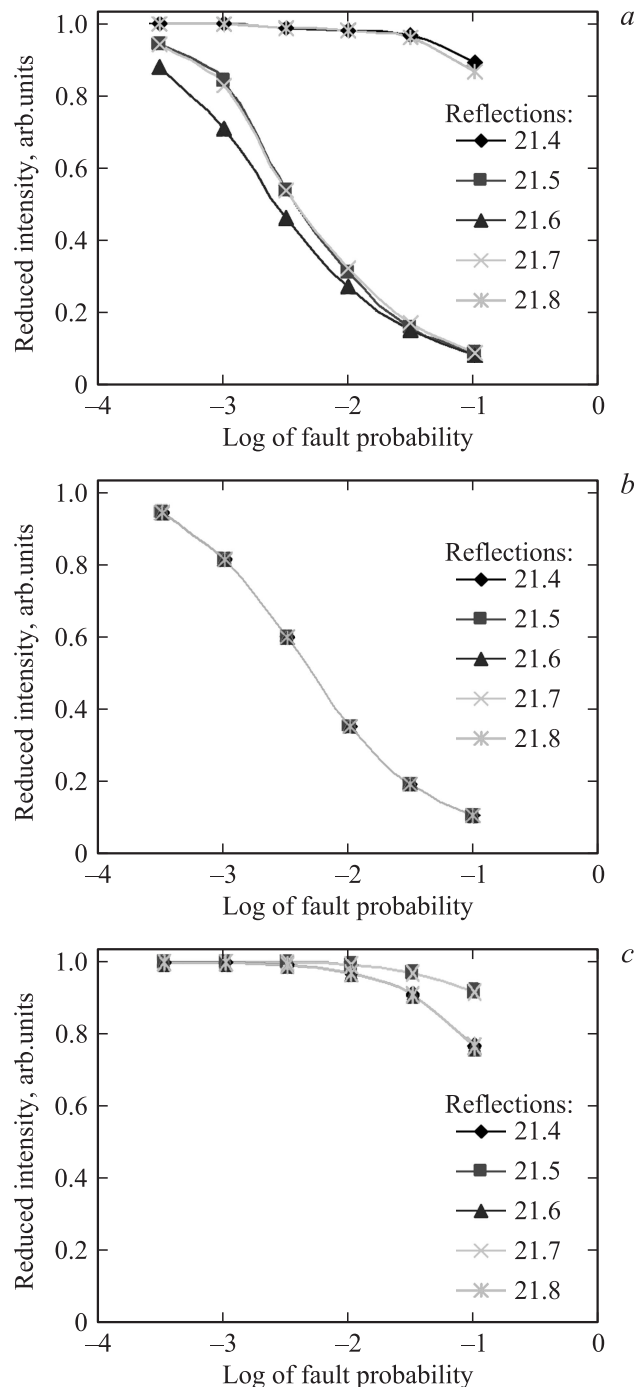


Рис. 6. Зависимости приведенных интенсивностей рефлексов 21.*l*, где *l* = 4–8, от вероятности сбоя политипной последовательности. *a* — ДУ (5,2), *b* — (3,1), (6,2) и (5,3), *c* — (4,4).

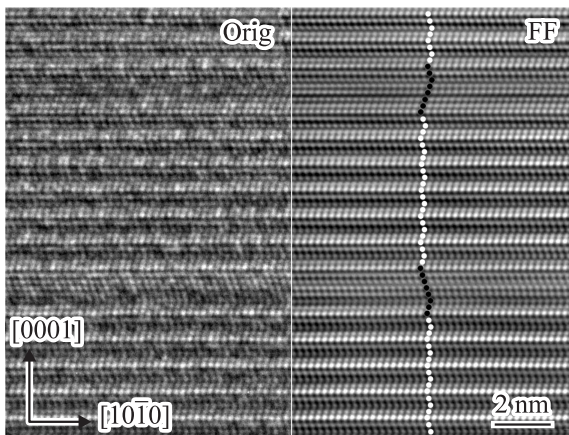


Рис. 7. Изображение участка поверхности пластины 4H-SiC с двумя дефектами упаковки (5,2), полученное методом ПЭМ высокого разрешения. Левая часть (Orig) — оригинальное изображение. Правая часть (FF) — изображение после Фурье-фильтрации.

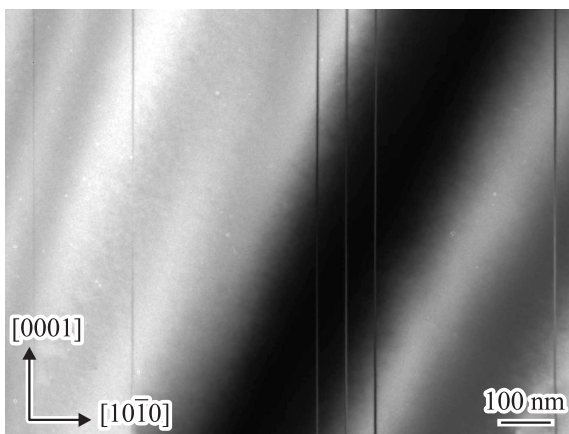


Рис. 8. Светлопольное изображение участка поверхности пластины 4H-SiC, сделанное с помощью ПЭМ. Вертикальные полосы соответствуют дефектам упаковки.

не менее 10^{-3} . В свою очередь такая вероятность сбой последовательности слоев политипа 4H должна приводить к возникновению ДУ в среднем не реже, чем через каждые 2000 двойных слоев Si-C.

Определение характера ДУ проводили на просвечивающем электронном микроскопе (Jem 2100F, ускоряющее напряжение 200 кВ). Изображение участка поверхности с высоким разрешением представлено на рис. 7. Как видно из рисунка, видимые дефекты упаковки являются внутренними ДУ по Франку и соответствуют формульному типу (5,2). Для оценки плотности дефектов проводили съемку участков кристалла с меньшим увеличением (рис. 8). Для рис. 8 средняя плотность ДУ составляет примерно $4.5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$, что соответствует появлению ДУ в среднем через каждые 873 двойных слоя Si-C.

4. Заключение

Плоскость $(11\bar{2}2)$ карбида кремния может быть использована в качестве затравок для роста, с целью улучшения структурного совершенства слитков карбида кремния политипа 4H. Дефектная структура выращенных слитков характеризуется полным отсутствием микропор, а также снижением плотности дислокаций (на порядок величины), по сравнению с затравкой. В то же время для роста на плоскости затравки $(11\bar{2}2)$ характерно накопление дефектов упаковки. Характер дефектов упаковки (внутренний по Франку (5,2)) и их плотность ($> 2 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$) оценивали, анализируя дифракционные рентгеновские картины полученных пластин. Проведенная оценка соответствует результатам, полученным методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (плотность ДУ $\sim 4.5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$).

Работа выполнена с использованием оборудования регионального ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“ при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ.

Авторы выражают благодарность В.Н. Неведомскому за комплекс ПЭМ исследований и Н.Ф. Картенко за ценные замечания при подготовке рукописи.

Список литературы

- [1] В.В. Лучинин, Ю.М. Таиров. Петербургский журн. электроники, **3**, 53 (1996).
- [2] H. Shiomi, H. Kinoshita, T. Furusho, T. Hayashi, M. Tajima, E. Higashi. *J. Cryst. Growth*, **292**, 188 (2006).
- [3] J. Li, O. Filip, B.M. Epelbaum, X. Xu, M. Bickermann, A. Winnacker. *J. Cryst. Growth*, **308**, 41 (2007).
- [4] H.-J. Rost, M. Schmidbauer, D. Siche, R. Fornari. *J. Cryst. Growth*, **290**, 137 (2006).
- [5] S. Lele, B. Prasad, T.R. Anantharaman. *Acta Crystallogr. A*, **25**, 471 (1969).
- [6] G. Feng, J. Suda, T. Kimoto. *Physica B*, **404**, 4745 (2009).
- [7] S. Maximenko, J.A. Freitas, Jr., P.B. Klein, A. Shrivastava, T.S. Sudarshan. *Appl. Phys. Lett.*, **94**, 092101 (2009).
- [8] G. Feng, J. Suda, T. Kimoto. *Appl. Phys. Lett.*, **92**, 221906 (2008).
- [9] H. Tsuchida, I. Kamata, M. Nagano. *J. Cryst. Growth*, **310**, 757 (2008).
- [10] H. Song, T. Rana, T.S. Sudarshan. *J. Cryst. Growth*, **320**, 95 (2011).
- [11] А. Верма, П. Кришна. *Полиморфизм и политипизм в кристаллах* (М.: Мир, 1969) с. 85.
- [12] А.О. Лебедев. *Завод. лаб.: диагностика материалов*, **3**, 16 (1998).

Редактор Л.В. Беляков

Growth of 4H silicon carbide crystals on the $(11\bar{2}2)$ seed

A.Yu. Fadeev, A.O. Lebedev*, Yu.M. Tairov

St. Petersburg State Electrotechnical University „LETI“,
197276 St. Petersburg, Russia

* Ioffe Physicotechnical Institute,
Russian Academy of Sciences,
194021 St. Petersburg, Russia

Abstract Defect structure of 4H silicon carbide ingots grown by the modified Lely method on the $(11\bar{2}2)$ seeds has been considered. It is shown that this face of seed could be used for optimization of structural perfection of silicon carbide ingots. Defect structure of the grown ingots is characterized by total lack of micropipes and also decrease in dislocation density (by an order of magnitude), in comparison with the seed. At the same time the growth on the $(11\bar{2}2)$ seed results in stacking faults accumulation. The type of stacking faults corresponds to formula (5,2) in Zhdanov notation (intrinsic Frank stacking fault).