

06

Новый подход к экспресс-характеризации монокристаллического карбида кремния

© М.Г. Мынбаева

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: mgm@mail.ioffe.ru

В окончательной редакции 11 сентября 2009 г.

Предложен новый подход к решению проблемы эффективной и быстрой характеристики слитков SiC, который может быть использован для экспресс-диагностики их качества в условиях массового производства. Методика позволяет выявлять такие дефекты, как включения других политипов, молотковые границы зерен, дислокационные микротрубки и неоднородность в распределении примесей, и может использоваться для оптимизации технологических режимов выращивания объемных монокристаллов SiC.

Карбид кремния (SiC) благодаря высокой теплопроводности и высокому значению напряженности поля пробоя незаменим при изготовлении широкого класса приборов нового поколения для силовой и оптоэлектроники. Качество карбид-кремниевых подложек является одним из основных факторов, определяющих процент выхода годных изделий при производстве эпитаксиальных структур для мощных нитридных светодиодов и силовых приборов на основе SiC.

В настоящее время при промышленном изготовлении монокристаллических слитков SiC используется метод, представляющий собой модификацию метода сублимации, впервые предложенного Лели и позднее развитого Таировым и Цветковым (модифицированный метод Лели, метод ЛЭТИ или „physical vapor transport“ PVT) [1]. Несмотря на значительный прогресс в технологии получения объемного карбида кремния, существует ряд факторов, препятствующих достижению этим материалом его реального коммерческого потенциала. К таким факторам, в частности, относится неоднородность электрофизических свойств слитков по сечению и наличие в них структурных дефектов. К настоящему времени установлено, что основными причинами возникновения и распространения дефектов в объеме выращиваемых монокристаллов SiC являются отклонения от оптимальных техноло-

гических условий на стадиях зарождения и разращивания слитков. Так, считается, что при выращивании слитка величина неоднородности удельного сопротивления материала вдоль оси роста и по его площади в сильной степени зависит от изменения соотношения парциальных давлений C/Si и легирующих примесей [2,3]. Типичными структурными дефектами в кристаллах SiC являются политипные включения, малоугловые границы, проникающие винтовые и краевые дислокации, а также микротрубки, которые обычно рассматриваются как полые винтовые дислокации, распространяющиеся по всему кристаллу [4]. Причиной появления политипных включений могут, в свою очередь, быть такие неоптимизированные ростовые параметры, как температура роста, степень пересыщения, стехиометрия паровой фазы и наличие примесей, полярность поверхности затравочного кристалла [5–9]. Проникающие винтовые и краевые дислокации главным образом наследуются слитком из затравочных кристаллов [10]. Границы доменов формируются при полигонизации проникающих краевых дислокаций во время постростового охлаждения [11].

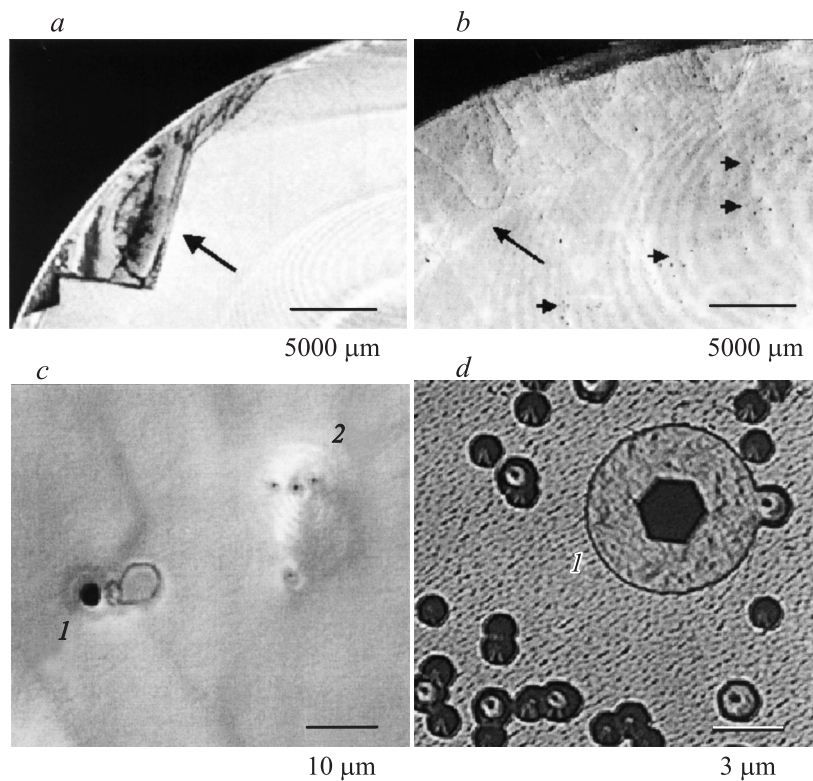
Конструктивные особенности современных установок, используемых для получения объемного SiC методом PVT, затрудняют проведение *in situ* контроля технологических параметров в зоне роста, поэтому оценка условий проведенного процесса и их дальнейшая корректировка осуществляется постфактум, на основе изучения качества пластин, вырезанных из слитка.

Для исследования дефектности SiC применяются традиционные методы, используемые в материаловедении. Так, например, дефекты кристаллической структуры выявляют с помощью рентгеновской топографии, фазово-контрастных изображений в белом синхротронном излучении [12], сканирующей (СЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии [13–15], а также с использованием фото- и катодолуминесценции [16,17]. Электрические свойства пластин определяют с использованием спектроскопии комбинационного рассеяния света, электронной микроскопии в режиме тока, наведенного электронным лучом, измерений коэффициента Холла и нестационарной спектроскопии глубоких уровней [18–21]. Однако, несмотря на то, что все эти методы являются высокоточными и информативными, они времяземки и достаточно дороги, так как требуют специального оборудования, что в условиях массового производства ведет к усложнению линии контроля качества подложек и соответственно увеличению

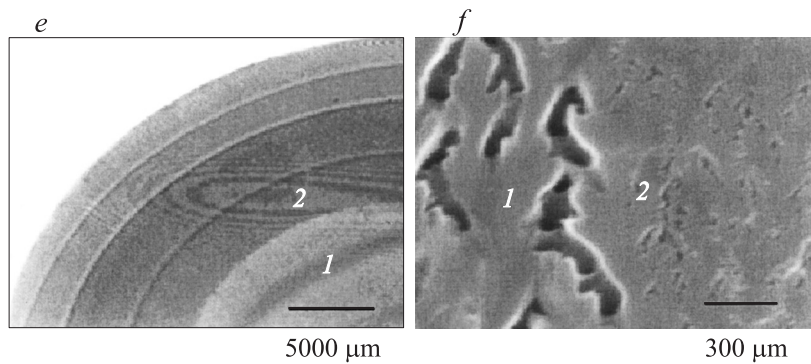
их себестоимости. Таким образом, развитие низкзатратных методов характеристики является важной задачей.

В настоящей работе предлагается новый экономичный подход, который может быть использован для экспресс-характеристики и отбора слитков SiC по их качеству в условиях массового производства. Предложенная методика позволяет выявлять основные типы дефектов карбид-кремниевых подложек, определяющие работоспособность приборов, создаваемых с их использованием. Речь идет прежде всего об областях, содержащих политипные включения и малоугловые границы, полей винтовых дислокациях (микротрубках) и о неоднородности в распределении удельного сопротивления [22].

Суть предлагаемой методики заключается в анодизации полноразмерной пластины, вырезанной из слитка. Образующаяся в результате анодизации пористая структура позволяет визуализировать области, содержащие дефекты, в силу возникающей неоднородности объемной морфологии пористого карбида кремния, вызванной неоднородностью полей внутренних напряжений [23]. Наличие и распределение декорированных пористой структурой дефектов может быть изучено с использованием стандартного оптического сканера (с последующей компьютерной обработкой полученных изображений) и оптического микроскопа. В качестве примера, на рисунке приведены результаты характеристики пластины 6H-SiC *n*-типа проводимости диаметром 2 дюйма, легированной азотом (N). С целью визуализации дефектной структуры по всей площади образца формировался слой пористого карбида кремния (ПКК) толщиной 5 μm . Полученные изображения отражают наличие в исходной пластине наиболее типичных для монокристаллов SiC структурных неоднородностей. В частности, хорошо различимы: включения иных политипных модификаций SiC (см. рисунок, *a*); области, содержащие малоугловые границы, распределение микротрубок (см. рисунок, *b*); взаимосвязь объемных дефектов различной природы и областей структурных напряжений, связанных с ними (см. рисунок, *c*); а также неоднородность легирования по площади пластины, как показано на рисунке, *e*, где представлено изображение четверти анодизированной пластины, полученное с помощью оптического сканера. Видимый концентрический узор отражает неоднородность распределения примеси (N) в исходной пластине SiC, декорированную пористой структурой. Как показали результаты измерений вольт-фарадных характеристик, проведенных до анодизации, центральная часть исследуемой



Изображения анодированной пластины SiC: *a, b, e* — полученные с помощью оптического сканера; *c* и *d* — с помощью оптического микроскопа; *a* — край пластины с политипным включением; *b* — поликристаллическое обрамление пластины, содержащее межзеренные границы (указано большой стрелкой) и микротрубки с высокой плотностью распределения (малые стрелки); *c* — в левой части изображения показана взаимосвязь открытой микротрубки и политипного включения (1), в правой — выявленная область структурных напряжений (2), связанных со скоплением микротрубок; *d* — изображение той же части поверхности пластины ПКК, что и на *c*, но после травления в расплаве KOH; *e* — изображение 1/4 части анодированной пластины SiC (цифрами 1 и 2 обозначены области с различной концентрацией примеси в исходной пластине); *f* — СЭМ-изображение поперечного скола той же части пластины, что и на *e*, иллюстрирующее различие сформированных пор по размеру на границе областей 1 и 2.



Продолжение рисунка.

пластины характеризовалась более высоким содержанием примеси, чем периферия образца. Непосредственная связь неоднородности объемной морфологии ПКК и неоднородности в распределении примеси в исходном образце показана на рисунке, *f*, иллюстрирующем различие сформированных пор по их размеру для областей с различным уровнем легирования (см. также комментарии в подписях к рисунку, *e, f*).

В дополнение отметим, что предлагаемый метод характеристики карбида кремния может быть скомбинирован со стандартным методом селективного травления SiC в расплаве KOH, применяемом для выявления микродефектов [24]. На рисунке, *d* представлено оптическое изображение поверхности ПКК (см. рисунок, *c*), подвергнутой травлению в щелочном расплаве, где ямки травления выявляют дислокационную структуру образца. Согласно с данными работы [25], шестигранная ямка травления соответствует области выхода микротрубки (обозначено на рисунке, *c* и *d* как „1“), а ямки округлой формы — винтовым дислокациям.

В заключение отметим, что предложенный метод характеристики SiC не является полностью разрушающим. Сформированный пористый слой может быть легко удален термическим окислением или переполровкой пластины.

Список литературы

- [1] *Tairov Yu.M., Tsvetkov V.F.* // J. Cryst. Growth. 1978. V. 43. P. 209.
- [2] *Bakin A.S., Dorozhkin S.I.* // High-Temperature Electronic Materials, Devices and Sensors Conference. 22–27 Feb. 1998. San Diego, USA. P. 2–13.
- [3] *Hansen D.M., Chung G.Y., Loboda M.J.* // Mater. Sci. Forum. 2006. V. 527–529. P. 59.
- [4] *Heindl J., Srunk H.P., Heydemann V.D., Pensl G.* // Phys. Stat. Sol. (a). 1997. V. 162. P. 251.
- [5] *Kanaya M., Takahashi J., Fujiwara Y., Moritani A.* // Appl. Phys. Lett. 1991. V. 58. P. 56.
- [6] *Augustine G., Hobgood H.McD., Balakrishna V., Dunne G., Hopkins R.H.* // Phys. Stat. Sol. (b). 1997. V. 202. P. 137.
- [7] *Tairov Yu.M., Tsvetkov V.F.* // Prog. Cryst. Growth Ch. 1983. V. 7. P. 111.
- [8] *Водаков Ю.А., Мохов Е.Н., Роенков А.Д., Аникин М.М.* // Письма в ЖТФ. 1979. Т. 5. В. 6. С. 367.
- [9] *Stein R.A., Lanig P.* // J. Cryst. Growth. 1993. V. 131. P. 71.
- [10] *Ha S., Nuhfer N.T., Rohrer G.S., De Graef M., Skowronski M.* // J. Cryst. Growth. 2000. V. 220. P. 308.
- [11] *Dudley M., Huang X.R., Huang W., Powell A., Wang S., Neudeck P., Skowronski M.* // Appl. Phys. Lett. 1999. V. 75. P. 784.
- [12] *Kohn V.G., Argunova T.S., Je J.H.* // Appl. Phys. Lett. 2007. V. 91. P. 171901.
- [13] *Dudley M., Huang X.R., Vetter W.M.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2003. V. 36. P. A30.
- [14] *Grim J.R., Benamara M., Skowronski M., Everson W.J., Heydemann V.D.* // Semicond. Sci. Technol. 2006. V. 21. P. 1709.
- [15] *Ferrero S., Porro S., Giorgis F., Pirri C.F., Mandracci P., Ricciardi C., Scaltrito L., Sgorlon C., Richieri G., Merlin L.* // J. Phys.: Condens. Matter. 2002. V. 14. P. 13397.
- [16] *Higashi E., Tajima M., Hoshino N., Hayashi T., Kinoshita H., Shiomi H., Matsumoto S.* // Mat. Sci. Semicond. Proc. 2006. V. 9. P. 53.
- [17] *Bishop S.M., Reynolds C.L., Liliental-Weber Z. et al.* // J. Electron. Mater. 2007. V. 36. P. 285.
- [18] *Nakashima S.* // J. Phys.: Condens. Matter. 2004. V. 16. P. S25.
- [19] *Nitani S., Hatayama T., Yamaguchi K., Yano H., Uraoka Y., Fuyuki T.* // Jpn. J. Appl. Phys. 2005. V. 44. P. L1271.
- [20] *Mitchel W.C., Evarawaeaye A.O., Smith S.R., Roth M.D.* // J. Electron. Mater. 1997. V. 26. P. 113.
- [21] *Matsuura H., Yanase H., Takanashi M.* // Jpn. Appl. Phys. 2008. V. 47. P. 7052.

- [22] *Spencer M.G., Palmour J., Carter C.* // IEEE Trans. Electron. Devices. 2002. V. 49. P. 940.
- [23] *Мынбаева М.Г., Мынбаев К.Д., Саруа А., Кубалл М.* // Semicond. Sci. Technol. 2005. V. 20. P. 50.
- [24] *Sakwe S.A., Müller R., Wellmann P.* // J. Cryst. Growth. 2006. V. 289. P. 520.
- [25] *Wan J., Park S.-H., Chung G., Loboda M.A.* // J. Electron. Mater. 2005. V. 34. P. 1342.