

©1994 г.

## МЕТОД ОЧИСТКИ ПОВЕРХНОСТИ КАРБИДА КРЕМНИЯ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОГО ВАКУУМА

*А.Н.Андреев, М.М.Аникин, А.Л.Сыркин, В.Е.Челноков*

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

(Получена 13 декабря 1993 г. Принята к печати 19 декабря 1993 г.)

Предложена методика очистки поверхности карбида кремния, включающая предварительное окисление и последующее удаление окисла в условиях высокого вакуума посредством бомбардировки электронами определенной энергии. Это позволяет получить ненарушенную, свободную от загрязнений поверхность SiC-6H. Приведены результаты контроля за чистотой поверхности на всех этапах обработки методами оже-спектроскопии.

Во многих важных случаях, например для наращивания тонких эпитаксиальных слоев без переходных, нарушенных областей, создания высококачественных поверхностно-барьерных структур и т.п., необходимо обеспечить высокую чистоту поверхности при сохранении упорядоченности ее структуры. Известны несколько методов очистки поверхности карбида кремния в условиях высокого вакуума. Большинству методов присущи определенные недостатки: одни из них сильно нарушают поверхность (ионное травление), другие не позволяют удалить основную загрязняющую примесь — углерод (термический отжиг) или могут внести дополнительные загрязнения (термический отжиг в потоке кислорода) и т. п. Такие методы, как сублимационное травление [1,2], полностью удовлетворяют указанному критерию, но достаточно сложны.

В настоящей работе представлена методика, позволяющая получить спектрально чистую, ненарушенную поверхность карбида кремния в условиях высокого вакуума. Под спектрально чистой поверхностью авторы понимают поверхность, чистую с точки зрения оже-спектроскопии, т.е. концентрация элементов, ее загрязняющих, ниже той минимальной концентрации, при которой элементы еще могут быть обнаружены методами оже-спектроскопии. Методика включает предварительное окисление. Пленка окисла затем удаляется в условиях высокого вакуума посредством бомбардировки поверхности электронами.

В качестве образцов использовались подложки SiC политипа 6H ориентаций (0001) и (0001), выращенные методом Лэли. Предварительное окисление проводилось в потоке влажного аргона при температуре 1100 °С. В процессе окисления наряду с образованием окисной пленки происходит очистка поверхности SiC от загрязнений, основным из которых является углерод. Очистка происходит за счет образования и последующей десорбции летучих соединений. Затем окисленный образец размещался в высоковакуумной камере УСУ-4. Давление остаточных газов на протяжении процессов очистки поддерживалось на уровне не более  $2 \cdot 10^{-8}$  Па. Контроль за состоянием поверхности осуществлялся оже-спектрометром 09-ИОС-3 с анализатором типа «цилиндрическое зеркало». В камере имелась возможность облучения образца потоком электронов с энергией 640 эВ, величина тока пучка могла изменяться в широких пределах.

Для исследования методами оже-спектроскопии окисла, представляющего собой диэлектрик, необходимо свести к минимуму эффекты, связанные с возникновением поверхностного заряда. Это достигается выбором параметров электронного пучка:  $E_p = 3$  кэВ, ток пучка  $< 10^{-7}$  А при диаметре 10 мкм; а также использованием тонких (до 300 Å) окисных пленок. Полный оже-спектр поверхности окисленного образца представляет собой совокупность LVV-спектра кремния (рис. 1,а), KLL-спектра кислорода и KLL-спектра углерода, загрязняющего поверхность окисла (рис. 2,а). Для удаления с поверхности карбида кремния слоя окисла была использована электронная бомбардировка. Известно, что разрушение связей в окисной пленке наступает при энергиях электронного пучка в несколько сотен эВ и больших плотностях тока [3]. В наших экспериментах энергия электронов составляла 640 эВ, плотность потока —  $(2 \div 5) \cdot 10^{17}$  эл./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ . При этих условиях начинались разрушение связей Si-O и, как следствие, образование связей Si-Si, а также десорбция кислорода с поверхности. Образование связей Si-Si выразилось в появлении и постепенном увеличении LVV-линии «свободного» кремния с энергией 92 эВ (рис. 1).

Десорбция кислорода оказывается главным фактором в процессе очистки поверхности образца от загрязняющего ее углерода. Вообще говоря, находящийся на поверхности углерод относится к трудно удаляемым загрязнениям: как отжиг в вакууме, так и электронная бомбардировка не приводят к уменьшению концентрации углерода на поверхности карбида кремния. В случае углерода, находящегося на поверхности окисла, отжиг также не дает положительных результатов. В случае бомбардировки поверхности окисла электронами в наших экспериментах наблюдалось значительное уменьшение интенсивности линии углерода (рис. 2). Как отмечалось выше, одновременно происходит десорбция кислорода, причем процесс уменьшения концентрации кислорода на поверхности идет примерно с той же интенсивностью (рис. 3). Приблизительно постоянное отношение концентрации компонент, остающихся на поверхности, сохраняется в случае, когда исходные концентрации на поверхности сравнимы по порядку величины и сопоставимы с концентрацией десорбирующихся элементов. С учетом изложенного, а также принимая во внимание достаточно высокую температуру процесса [при облучении электронами температура образца может достигать (700–1000) °С] логично предположить наличие взаимосвязи между десорбцией кислорода и очисткой поверхно-

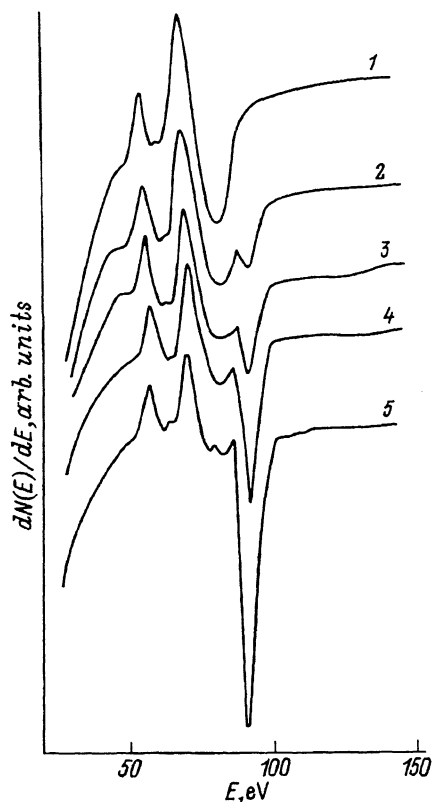


Рис. 1. LVV-спектр кремния и его изменение в процессе электронной бомбардировки, плотность потока  $2 \cdot 10^{17}$  эл./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ .

1 — в пленке  $\text{SiO}_2$ ; 2-5 — после облучения поверхности в течение времени  $t$ , мин: 2 — 20, 3 — 65, 4 — 125, 5 — 365.

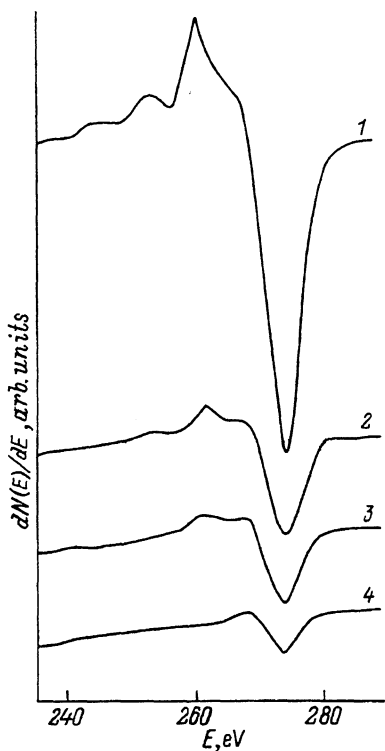


Рис. 2. Уменьшение интенсивности KLL-линии углерода в процессе электронной бомбардировки, плотность потока  $2 \cdot 10^{17}$  эл./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ :

1 — линия углерода, загрязняющего поверхность окисла, до облучения электронами; 2-4 — линия углерода после облучения поверхности в течение времени  $t$ , мин: 2 — 10, 3 — 20, 4 — 365.

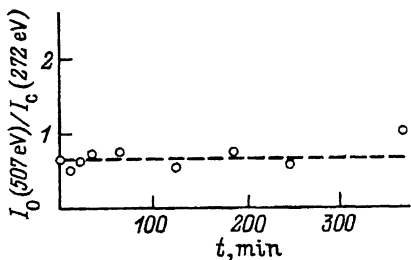


Рис. 3. Зависимость отношения интенсивностей линий углерода (KLL)  $I_C$  и кислорода (KLL)  $I_O$  от времени бомбардировки, плотность потока  $2 \cdot 10^{17}$  эл./ $(\text{см}^2 \cdot \text{с})$ .

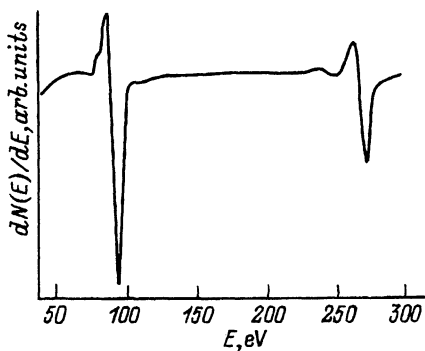


Рис. 4. Оже-спектр поверхности  $\text{SiC-6H}$  (0001) после удаления окисла.

сти от углерода. Иначе говоря, вероятно, что после разрыва связей в окисной пленке элементарный кислород, взаимодействуя с углеродом на поверхности, образует соединения типа  $CO$ ,  $CO_2$ , которые затем десорбируются. Отметим, что часто используемым способом очистки поверхности от углерода является отжиг в кислороде, который специально вводят в вакуумную камеру, нагревая при этом образец [4]. Таким образом, по мнению авторов, процесс удаления углерода происходит аналогичным образом с той разницей, что процесс идет за счет кислорода, появившегося в результате разрушения пленки окисла. Благодаря этому отличию, очистка происходит без ухудшения вакуума и введения в камеру дополнительного кислорода, и, следовательно, процесс проходит в более благоприятных условиях.

Достаточная по длительности обработка поверхности электронным пучком приводит к полному удалению окисной пленки. Отметим, что «свободный» кремний, о появлении которого на промежуточном этапе очистки свидетельствует наличие линии с энергией 92 эВ, удаляется с поверхности, вероятно, в результате термической сублимации. Температура образца во время обработки достаточна для протекания такого процесса. Длительность обработки не должна быть очень велика, так как после удаления окисной пленки на поверхности карбида кремния начинают развиваться процессы сегрегации, приводящие к образованию одного или более атомных слоев углерода (графитизация).

На рис. 4 приведен оже-спектр поверхности карбида кремния после удаления окисной пленки. В спектре присутствуют только  $L_{VV}$ -линия кремния (90 эВ) и  $K_{LL}$ -линия углерода (272 эВ), другие элементы на поверхности не обнаружены. Энергетическое положение линии кремния и тонкая структура линии углерода указывают на отсутствие графитизации поверхности. Отношение интенсивностей оже-пиков углерода ( $K_{LL}$ , 272 эВ) и кремния ( $L_{VV}$ , 90 эВ) совпадает как с нашими, так и с литературными [5] данными по количественной оже-спектроскопии поверхности карбида кремния и свидетельствует о правильном стехиометрическом составе.

Таким образом, применение методики, включающей предварительное окисление и последующее удаление окисной пленки посредством бомбардировки электронами в условиях высокого вакуума, позволяет получить ненарушенную спектрально чистую поверхность карбида кремния. Методами оже-спектроскопии нами также были исследованы процессы сегрегации углерода на очищенной таким образом поверхности полярных граней  $SiC$  политипа  $6H$ . Данные согласуются с результатами работы [6], где исследование процессов сегрегации при термическом нагреве подложки политипа  $6H$  с включениями политипа  $15R$  проводилось на поверхности, предварительно очищенной с помощью ионной бомбардировки.

Работа выполнена, в частности, при поддержке Министерства обороны США.

#### Список литературы

- [1] А.О. Константинов, Д.П. Литвин, В.Н. Санкин. Письма ЖТФ, 7, 1335 (1981).
- [2] М.М. Аникин, Н.Б. Гусева, В.А. Дмитриев, А.Л. Сыркин. Изв. АН СССР. Неорг. матер., № 10, 1768 (1984).
- [3] J.S. Johannessen, W.E. Spicer, Y.E. Strausser. J. Appl. Phys., 47, 3028 (1976).

- [4] D.M. Matox. Thin Sol. Films, **53**, 81 (1978).
- [5] P.M. Hall, J.M. Morabito. Surf. Sci., **83**, 391 (1979).
- [6] L. Muehlhoff, W.J. Choyke, M.J. Bozack, J.T. Yates. J. Appl. Phys., **60**, 2842 (1986).

Редактор Т.А. Полянская

---