

06;12  
©1995

## РОСТ ОБЪЕМНЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ КАРБИДА КРЕМНИЯ ПОЛИТИПОВ 4Н И 6Н

*А.Ю.Максимов, А.А.Мальцев, Н.К.Юшин, И.С.Бараш*

В настоящее время основные усилия по созданию технологии высокотемпературных, радиационно-стойких, высокомошных и высокочастотных электронных приборов направлены на получение монокристаллических подложек карбида кремния большого диаметра [1-3]. В данной работе мы описываем наш опыт выращивания объемных кристаллов карбида кремния политипов 6Н и 4Н, а также получения подложек с диаметром, превышающим один дюйм.

Для роста объемных монокристаллов карбида кремния обычно используется метод переноса из газовой фазы, предложенный в [4]. В наших экспериментах рост кристаллов осуществлялся этим методом при пониженном давлении аргона в установке с индукционным нагревом. Внутренний тигель имел диаметр 160 мм. Мощность машинного генератора составляла 100 кВт, что позволяло достичь температуры в рабочей зоне до 2500°C. Для создания требуемого градиента температуры в рабочей зоне использовался графитовый нагреватель в форме цилиндра переменного профиля. Температура в рабочей зоне контролировалась через специальные кварцевые окна с помощью пирометра. Конструкция установки позволяла осуществлять независимый нагрев источника и затравки для коррекции градиентов температуры в зоне роста. В качестве источника пара SiC использовался мелкодисперсный порошок карбида кремния, синтезированный из чистых кремния и углерода. На первой стадии роста затравка представляла собой монокристаллическую пластину SiC, полученную методом спонтанной кристаллизации из газовой фазы, так называемый Лели кристалл, с размером 5 × 8 мм. А на последующих стадиях экспериментов затравка вырезалась из выращенных объемных кристаллов.

Как известно, на скорость роста кристаллов и их структурное совершенство сильное влияние оказывает соотношение кремния и углерода (SiC) в газовой фазе. Дефицит кремния приводит к сильному ухудшению качества выращиваемого кристалла (возрастает число дислокаций и плотность микропор, а также проявляются включения второй фазы). При избытке же кремния появляется угроза раз-

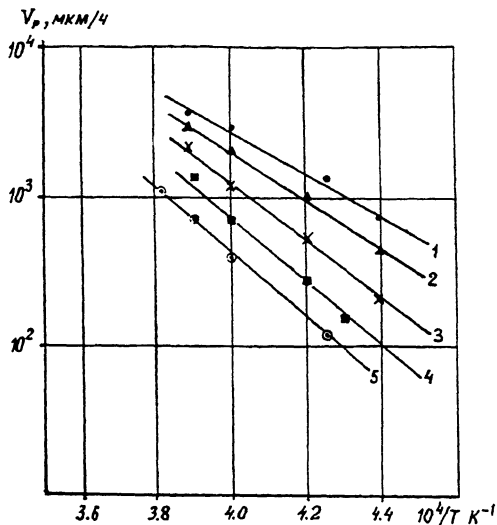


Рис. 1. Зависимость скорости роста кристалла карбида кремния от температуры  $T$  и давления  $P$ . Остаточное давление: 1 — 1 мбар, 2 — 3 мбар, 3 — 5 мбар, 4 — 7 мбар, 5 — 10 мбар.

рушения графитовой арматуры установки при охлаждении из-за большой разницы коэффициентов теплового расширения конденсированного кремния и графита. Поэтому в нашей установке применялся специальный фильтр, поглощающий избыточный углерод и обеспечивающий требуемое соотношение Si/C. В качестве такого фильтра использовалась танталовая проволочная сетка, а сам фильтр размещался между источником и затравкой в непосредственной близости от порошка SiC в засышке.

Для формирования желаемой формы растущего кристалла затравка помещалась в специальную трубку, изготовленную из углеродистого тантала и имеющую круглый или прямоугольный профиль.

Рост монокристаллов политипа 6H осуществлялся на затравке того же политипа. Скорость роста кристалла зависит от температуры и давления аргона, как показано на графике (рис. 1). Следует отметить, что высокие скорости роста приводят к худшему качеству выращенных булей, в то время как слишком медленные скорости роста не позволяют получить достаточную высоту кристалла за время эксперимента. В качестве оптимальной скорости роста была выбрана скорость 0.8 мм/ч, что соответствует температуре 2230° С и давлению аргона 7 миллибар. В результате были выращены монокристаллические були политипа 6H диаметром 25 мм (а также с прямоугольным поперечным сечением

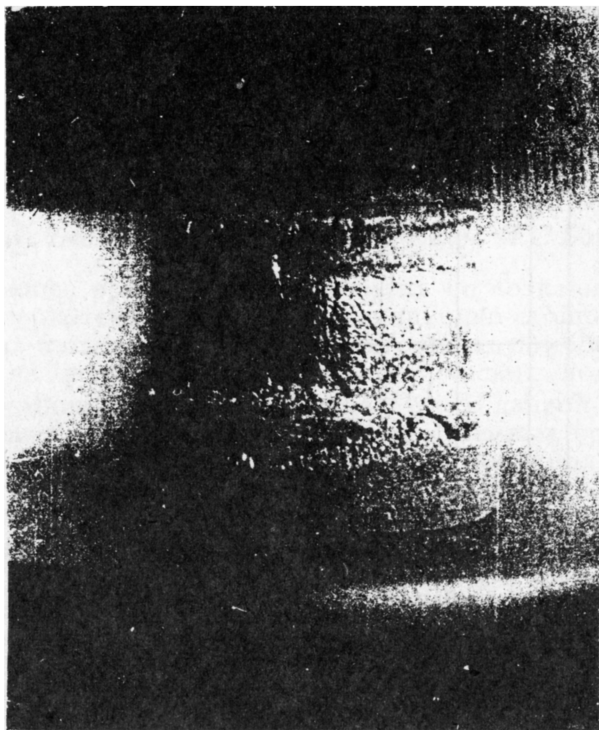


Рис. 2. Буля кристалла SiC политипа 6H.

30 × 30 мм) и высотой до 18 мм. На рис. 2 приведена фотография були такого кристалла.

Для роста кристалла политипа 4H необходима затравка этого же политипа, однако из-за того, что данный политип достаточно редок среди. Лели кристаллов (менее 1%), на первой стадии роста осуществлялась трансформация политипа пластины методом [5]. Метод заключается в выращивании толстого эпитаксиального слоя политипа 4H на (0001)C на грани подложки 6H при избытке углерода в атмосфере и при добавлении элементов IV группы (Ge, Se, Pb). В следующей стадии роста эта гетероэпитаксиальная структура использовалась в качестве затравки для роста монокристаллических буль политипа 4H. Из выращенной були кристалла политипа 4H вырезалась пластина с ориентацией по (0001)Si, которая и использовалась в качестве затравки на окончательной стадии роста монокристалла этого политипа.

Рентгеновский анализ продемонстрировал достаточно хорошее качество полученных кристаллов (рис. 3).

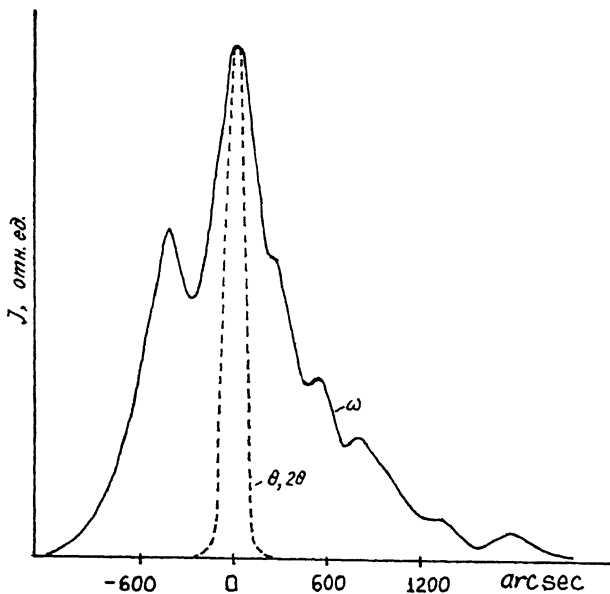


Рис. 3. Кривые качания для 4H-SiC кристалла. Отражение (0004) в геометрии  $\omega$  и  $\theta$ ,  $2\theta$  сканирования. Кривая качания ( $\omega$ ) получена при открытом окне детектора, кривая ( $\theta$ ,  $2\theta$ ) — при ширине щели 100 мкм.

Выращенные монокристаллические булы использовались для изготовления пластин-подложек диаметром 25 мм (или прямоугольной формы с размером  $30 \times 30$  мм) и толщиной 0.3–0.5 мм. Монокристаллические пластины политипов 4H и 6H имели следующие характеристики.

1. Политипная однородность лучше чем 80%.
2. Концентрация примесей между  $10^{17}$  и  $10^{18}$  см $^{-3}$ .
3. Концентрация пор  $10^2$  см $^{-2}$ .
4. Плотность дислокаций  $10^4$  см $^{-2}$ .

На этих пластинах-подложках были выращены различные эпитаксиальные слои толщиной от 1 до 200 мкм. Структуры с 4H и 6H эпитаксиальными слоями имели *n*-тип проводимости с

$$(N_D - N_A) = 5 \cdot 10^{16} - 8 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}.$$

Таким образом, нам удалось осуществить рост объемных монокристаллов карбида кремния политипов 4H и 6H большого диаметра. Качество этих монокристаллов достаточно хорошее для изготовления SiC электронных устройств. В настоящее время наши усилия направлены на увеличение политипной однородности кристаллов и снижение числа пор.

Авторы признательны И.П. Никитиной за проведение рентгеновской дефектоскопии кристаллов.

Работа была частично поддержана US Department of Defense.

### Список литературы

- [1] Nakata T., Koga K., Matsushita Y., Ueda Y., Niina T. // Amorphouse and Crystalline Silicon Carbide and Related Materials II (Springer Proceedings in Physics). 1989. V. 43. P. 26-33.
- [2] Barrett D.L., Seidensticker R.G., Gaida W., Hopkins R.H. // J. of Crystal Growth. 1991. V. 109. P. 17-23.
- [3] Nishino S., Kojima Y., Saraie J. // Amorphouse and Crystalline Silicon Carbide III (Springer Proceedings in Physics). 1992. V. 56. P. 15-21.
- [4] Tairov Yu.M., Tsvetkov V.F. J. Crystal Growth. 1981. V. 52. P. 146.
- [5] Бараш А.С., Водаков Ю.А., Кольцова Е.Н., Мальцев А.А., Мохов Е.Н., Раенков А.Д. Материалы 7-ой Всесоюз. конф. по росту полупроводниковых кристаллов и пленок. 1986. Т. 1. С. 279-281.

Физико-технический институт  
им. А.Ф. Иоффе РАН  
С.-Петербург

Поступило в Редакцию  
20 декабря 1994 г.