

## Структурное совершенство эпитаксиальных слоев 3C-SiC, выращенных методом вакуумной сублимации на подложках 6H-SiC

© А.Н. Андреев, Н.Ю. Смирнова, А.С. Трегубова, М.П. Щеглов, В.Е. Челноков

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе Российской академии наук,  
104021 Санкт-Петербург, Россия

(Получена 17 апреля 1996 г. Принята к печати 24 апреля 1996 г.)

Изучалось влияние технологических параметров на структурное совершенство эпитаксиальных слоев 3C-SiC, выращенных на подложках 6H-SiC методом вакуумной сублимации. Показано, что при постоянной температуре и использовании практически неразориентированных подложек уменьшение скорости роста ведет к увеличению размеров двойниковых областей в пленках и уменьшению общей дефектности структур 3C/6H. Получены эпитаксиальные слои 3C-SiC с плотностью дефектов  $10^1 \div 10^2 \text{ см}^{-2}$  и площадью двойников до  $6 \text{ мм}^2$ .

### 1. Введение

Высокая подвижность ( $1000 \text{ см}^2/(\text{В}\cdot\text{с})$ ) и дрейфовая скорость насыщения ( $2.7 \cdot 10^7 \text{ см/с}$ ) электронов, большая величина напряженности электрического поля пробоя ( $4 \cdot 10^6 \text{ В/см}$ ) [1,2] в сочетании с достаточно большой шириной запрещенной зоны обуславливают интерес к использованию карбида кремния кубического поли типа для изготовления полупроводниковых приборов различного назначения (высокочастотных, силовых, рассчитанных на высокие температуры и др.). Для реализации высоких потенциальных возможностей этого материала необходимы эпитаксиальные слои (ЭС) удовлетворительного качества. Трудности их получения связаны с необходимостью гетероэпитаксиального роста, который обычно осуществляется на подложках из кремния или карбида кремния различных поли типов (чаще всего наиболее распространенного поли типа 6H). Использование кремниевых подложек ведет к значительной дефектности получаемых ЭС вследствие сильного различия в постоянных кристаллической решетки ( $\sim 20\%$ ) и в коэффициентах теплового расширения ( $\sim 0.08\%$ ) между Si и 3C-SiC [3,4].

В случае роста на подложках 6H-SiC структурное несовершенство ЭС 3C-SiC определяется главным образом наличием двойниковой структуры [5–7] и обычно характеризуется плотностью междвойниковых границ (DPB). Некоторое уменьшение плотности DPB с увеличением толщины эпитаксиального слоя наблюдали авторы работ [6,7], однако оно сопровождалось увеличением поперечных размеров этих границ. Полного исчезновения DPB экспериментально не наблюдалось.<sup>1</sup> Более того, в некоторых случаях рост достаточно толстых слоев приводил к образованию поликристаллической структуры [7]. В работе [9] при выращивании методом осаждения из газовой фазы были получены ЭС с максимальной площадью двойников около  $1 \text{ мм}^2$ .

<sup>1</sup> Исключение составляет работа [8], в которой сообщается о получении сублимационным методом объемных монокристаллов 3C-SiC, которые характеризовались отсутствием DPB на ростовой поверхности, однако линейные размеры не указаны.

Уменьшение плотности DPB может быть также достигнуто при использовании подложек 15R-SiC [6], однако этот поли тип, как и 3C, относится к редким. Для того чтобы избежать образования DPB в ЭС 3C-SiC авторы [10,11] предлагают другой, сравнительно сложный метод — наращивание слоев на подложках 6H-SiC и 4H-SiC со специально выбранной ориентацией поверхности —  $(01\bar{1}4)_{6H}$  и  $(01\bar{1}3)_{4H}$  соответственно.

В настоящей работе исследовалась степень структурного совершенства эпитаксиальных слоев 3C-SiC, выращиваемых методом вакуумной сублимации на подложках карбида кремния поли типа 6H, с целью определения влияния технологических условий на размер двойниковых образований в ЭС и на плотность дефектов, формирующихся на гетерогранице структур 3C-SiC/6H-SiC. Следует отметить, что в большинстве работ вопросы исследования переходных слоев на гетерогранице и структурного совершенства интерфейса структур SiC-3C/SiC-6H практически не затрагивались.

### 2. Технология роста эпитаксиальных слоев 3C-SiC

Рост эпитаксиальных слоев проводился при температурах  $1800 \div 1900^\circ\text{C}$  методом вакуумной сублимации в открытой ростовой системе [12,13] на  $(0001)\text{Si}$ -границ подложек, полученных методом Лели. Угол разориентации их поверхности относительно базисной плоскости не превышал  $10 \div 20''$ . Непосредственно перед ростом осуществлялось сублимационное травление подложки *in situ* для удаления нарушенного механической полировкой слоя и очистки поверхности подложки. Трансформация поли типа  $6H \rightarrow 3C$  достигалась двумя способами: 1) за счет значительных скоростей роста ( $v_g > 3 \div 4 \text{ мкм/мин}$ ); 2) за счет существенного обогащения паровой фазы кремнием (т.е. при давлениях паров кремния в ростовой ячейке, соответствующих его равновесному давлению над расплавом кремния) при малых значе-

ниях  $v_g$  ( $0.4 \div 0.8$  мкм/мин). Увеличение или уменьшение скорости роста осуществлялось посредством изменения градиента температур между источником паров и подложкой [14] и состава паровой фазы в ростовой ячейке [15,16].

### 3. Методы исследования структуры эпитаксиальных слоев 3C-SiC

В большинстве работ, связанных с ростом ЭС 3C-SiC для выявления DPB и других дефектов используются или травление в расплаве щелочи [6–8] или окисление [17], обеспечивающие возможность их наблюдения методами оптической микроскопии. Применение этих методик позволяет получать информацию о распределении двойниковых образований только на поверхности эпитаксиальных слоев.

Исследование степени структурного совершенства выращенных эпитаксиальных слоев в настоящей работе проводилось методами рентгеновской топографии как в геометрии Лауэ — методом Ланга с использованием  $\text{MoK}_{\alpha_1}$ -излучения и методом аномального прохождения рентгеновских лучей (АПРЛ) с использованием  $\text{CuK}_{\alpha}$ -излучения, так и в геометрии Брэгга — методом кососимметричных отражений Баретта–Ньюкирка в  $\text{CuK}_{\alpha_1}$ -излучении. Количественные характеристики степени совершенства структур 3C/6H определялись по значениям полуширин двухкристалльных кривых качания соответственно в отражениях  $(111)_{3C}$  и  $(0006)_{6H}$  на  $\text{CuK}_{\alpha_1}$ -излучении.

Для выявления двойниковой структуры на топограммах использовались кососимметричные рефлексы типа  $(113)_{3C}$  в геометрии Брэгга. Для них характерно, что условия дифракции, соответствующие максимуму интенсивности рефлекса, не могут одновременно выполняться для двойников различного типа, и дифракционное изображение формируется только за счет однотипных двойниковых областей. Вследствие этого на топограммах наблюдаются области черного и белого контраста, которые соответствуют двум возможным типам двойников. Реализация этих условий для двойниковых областей другого типа достигается поворотом исследуемого образца на  $60^\circ$  относительно направления  $[111]_{3C}$  (которое соответствует  $[0001]_{6H}$ ), что приводит к изменению контраста изображения двойниковых областей на противоположный.

Для исследования степени структурного совершенства интерфейса эпитаксиальный слой–подложка использовались брэгговские отражения  $(1.0.\bar{1}.15)_{6H}$ . Отражения от плоскостей с такими индексами не имеют аналогов для кубической решетки SiC, что позволяет получать дифракционное изображение слоев некубической структуры, находящихся непосредственно под эпитаксиальной пленкой 3C-SiC. Отметим, что на таких топограммах сохраняются очертания DPB по всей толщине ЭС.

### 4. Результаты и обсуждение

Проведенные исследования выявили наличие двойниковых областей во всех выращенных ЭС 3C-SiC, но в зависимости от условий роста их размеры значительно изменялись (рис. 1–3). Степень структурного совершенства переходных слоев, образующихся на границе эпитаксиальный слой–подложка, также была существенно различной. Как видно из топограмм, приведенных на рис. 1, б, 3, б, дефектная структура переходного слоя в основном определяется наличием дефектов упаковки (stacking faults), которые формируются вдоль граней пирамид роста, возникающих на начальной стадии роста на поверхности подложки из отдельных зародышей кубической фазы 3C. При гетероэпитаксиальном росте основной причиной образования таких дефектов является различие параметров кристаллической решетки подложки и ЭС. На топограммах дефекты упаковки выявляются в виде характерных треугольников или элементов, соответствующих сечениям граней пирамид роста плоскостью  $(111)_{3C}$ . Пирамиды роста, развернутые друг к другу на  $60^\circ$  относительно направления  $[111]_{3C}$  формируют двойники различного типа (рис. 4), что видно на топограммах по аналогичной ориентации связанных с ними дефектов упаковки (например, А и В на рис. 2, б). Распределение и размеры двойниковых областей в полученных ЭС 3C-SiC в основном соответствуют дефектной структуре переходного слоя, что свидетельствует об определяющей роли возникающих на поверхности подложки центров роста: уменьшение количества таких центров способствует формированию ЭС с относительно большими двойниками. Таким образом, воздействуя на процессы зародышеобразования, можно предопределять характер двойниковой структуры и, соответственно, степень структурного совершенства растущих ЭС.

Одним из параметров, которые могут существенно влиять на эти процессы, является скорость роста. Исходя из этого был проведен ряд экспериментов с целью оптимизации условий роста ЭС 3C-SiC. При высоких скоростях роста, обусловленных как увеличением градиента температуры между источником паров и подложкой, так и обеднением паровой фазы в ростовой ячейке кремнием, формировались ЭС с высокой плотностью DPB и, соответственно, с двойниками малых размеров. Полученные в этих условиях структуры 3C/6H имели высокую плотность дефектов на гетерогранице. Типичные топограммы таких структур приведены на рис. 1, а, б. Вплоть до максимальных толщин ЭС ( $35 \div 40$  мкм) заметного уменьшения плотности DPB не наблюдалось. Их значительную дефектность подтверждают данные рентгеновской дифрактометрии: измеренные полуширины кривых качания ( $\omega\theta$ ) для различных образцов составили  $40 \div 90''$ .

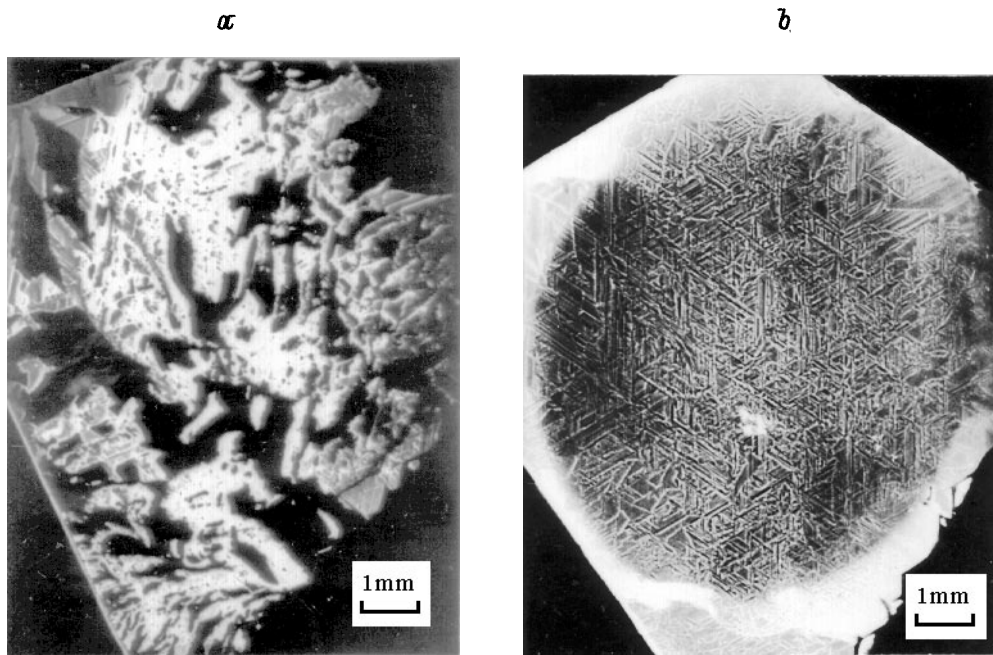


Рис. 1. Рентгеновские топограммы структуры 3C/6H ( $v_g = 3.2$  мкм/мин) в геометрии Брэгга. Излучение  $\text{CuK}\alpha$ ; отражение:  $a - (113)_{3C}$ ,  $b - (1.0\bar{1}.15)_{6H}$ .

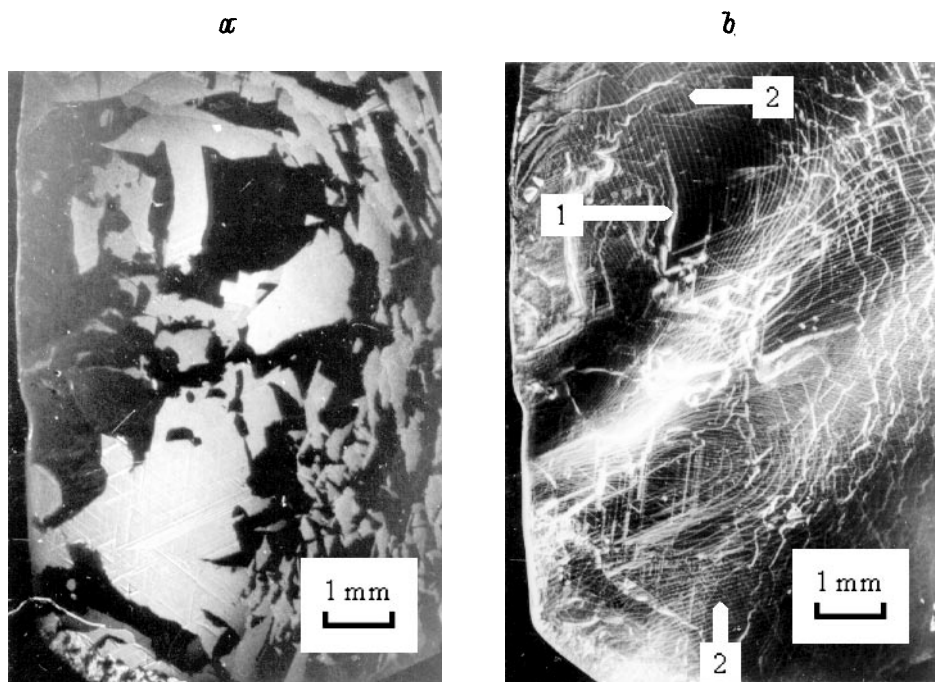
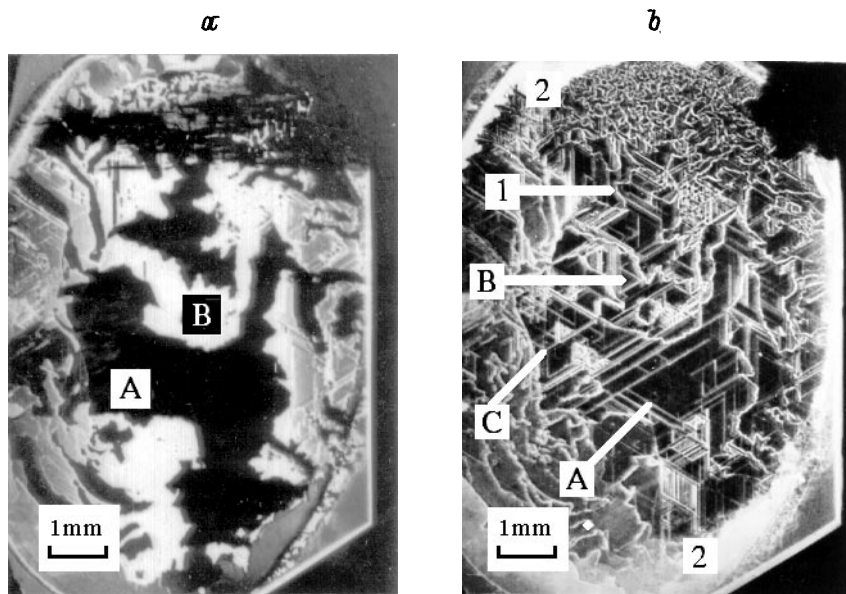


Рис. 2. Рентгеновские топограммы структуры 3C/6H ( $v_g = 0.9$  мкм/мин), полученные:  $a -$  в геометрии Брэгга, излучение  $\text{CuK}\alpha$ , отражение  $(331)_{3C}$ ;  $b -$  методом Ланга, излучение  $\text{MoK}\alpha_1$ , отражение  $(1.1\bar{2}.0)_{6H}$ . 1 — междвойниковые границы, 2 — дислокационная структура исходной подложки 6H-SiC.

Для большинства ЭС, полученных при уменьшении скорости роста до  $v_g = 0.4 \div 0.8$  мкм/мин, были характерны сравнительно крупные двойники (рис. 2,  $a, 3, a$ ) и меньшая плотность дефектов в переходном слое (рис. 2,  $b$ ). При  $v_g < 0.6$  мкм/мин

площадь двойников в полученных пленках достигала  $5 \div 6 \text{ мм}^2$ . Отметим, что увеличение площади двойников в ряде случаев связано с процессами их заращивания. Так, например, из сравнения топограмм, представленных на рис. 3,  $a, b$ , видно, что в



**Рис. 3.** Рентгеновские топограммы структуры  $3C/6H$  ( $v_g = 0.6$  мкм/мин) в геометрии Брэгга. Излучение  $\text{CuK}\alpha$ . *a* — отражение  $(113)_{3C}$ ; области, соответствующие двойникам различного типа (*A* и *B*) меняют контраст на противоположный при повороте кристалла на  $180^\circ$  относительно оси *C*. *b* — отражение  $(1.0.\bar{1}.15)_{6H}$ . *A, B, C* — дефекты упаковки; *1* — междвойниковые границы; *2* — место расположения ступеньки на периферии образца, образовавшейся при предварительном сублимационном травлении.

то время как в переходном слое наблюдаются дефекты упаковки, соответствующие пирамидам роста двойников различного типа (*A* и *C*), на поверхности ЭС на том же участке присутствует лишь один двойник.

Увеличение размеров двойниковых областей обусловило значительное повышение структурного совершенства ЭС в целом, что подтверждается рентгеновскими топограммами, полученными методами Ланга и АПРЛ. Плотность дефектов в таких эпитаксиальных пленках составляла  $10^1 \div 10^2 \text{ см}^{-2}$ , причем дефекты упаковки (а не ДВР) являлись преобладающими. На топограмме, приведенной на рис. 2, *b*, под ЭС  $3C\text{-SiC}$  хорошо видна дислокационная структура исходной подложки  $6H\text{-SiC}$ , что свидетельствует о высокой степени совершенства интерфейса структур  $3C/6H$ , полученных при малых  $v_g$ . Эти структуры характеризовались малыми величинами полуширин кривых качания ( $14 \div 30''$ ).

В тех же условиях в ряде случаев были получены и менее совершенные пленки, что указывает на наличие дополнительных факторов, влияющих на процессы зародышеобразования. Одним из таких факторов может служить конкретно состояние поверхности, т. е. наличие следов механической полировки (царапин) после недостаточно глубокого сублимационного травления, рельефа или выходящих на поверхность подложки дислокаций. Влияние такого рода дефектов на процессы зародышеобразования при росте ЭС  $3C\text{-SiC}$  исследовалось в [17]. Характерным приме-

ром влияния рельефа является наличие более мелких двойников и большая дефектность переходного слоя вблизи ступеньки, образующейся на периферии подложки после предварительного сублимационного травления (см. например, рис. 2).<sup>2</sup>

В соответствии с моделью, предложенной в [18], при гомоэпитаксиальном росте количество возникающих на поверхности подложки центров роста определяется совокупностью значений параметров: температуры, скорости роста, степени разориентации поверхности подложки [18]. При этом в зависимости от соотношения указанных параметров процесс роста контролируется или встраиванием адатомов в кристаллическую структуру на террасах, количество и размеры которых определяются степенью разориентации подложки (режим "step-flow controlled epitaxy") или процессами случайного "двумерного зародышеобразования". В первом случае структурное совершенство полученных ЭС выше, что подтверждают исследования процессов гомоэпитаксиального роста карбида кремния [19–21]. При прочих равных условиях увеличение скорости роста ведет к усилению влияния неконтролируемого зародышеобразования. Малые скорости роста при высоких температурах, наоборот, снижают его вероятность. В соответствии с этим в наших экспериментах при выращивании слоев в режиме больших  $v_g$  были получены структуры,

<sup>2</sup> Ростовая ячейка устроена таким образом, что процессы травления и роста происходят не на всей поверхности подложки, так как ее периферийная часть закрыта деталями графитовой арматуры.

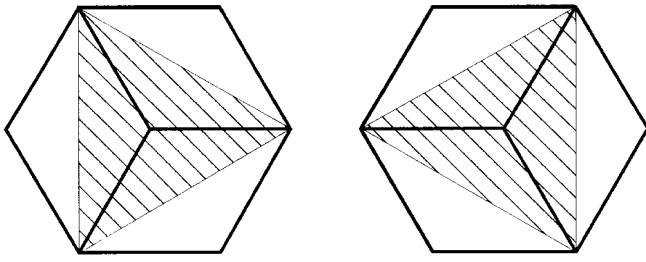


Рис. 4. Схема образования двойников различного типа. Направление  $[111]_{3C}$  перпендикулярно плоскости рисунка.

которые характеризовались высокой плотностью дефектов в переходном слое, тогда как при избытке кремния в ростовой ячейке их значительно меньше, и, как следствие, получены ЭС 3C-SiC с двойниками больших размеров. Таким образом, полученные результаты качественно согласуются с описанными модельными представлениями.

Следует отметить, что, по-видимому, эта модель может быть справедлива только в том случае, если рост осуществляется на достаточно совершенной (с низкой плотностью структурных дефектов) планарной поверхности, с которой предварительно удалены возможные загрязнения. В противном случае вблизи неоднородностей различного характера, во-первых, возникают дополнительные эффективные центры зародышеобразования; во-вторых, происходит срыв роста в направлении, параллельном поверхности подложки [17]. Эти процессы неизбежно ведут к увеличению плотности ДРВ в ЭС 3C-SiC. Таким образом, к факторам, существенным для получения сравнительно совершенных структур 3C-SiC/6H-SiC в наших экспериментах, необходимо отнести: во-первых, использование подложек, полученных методом Лели, которые до сих пор обладают наиболее совершенной структурой, во-вторых, применение достаточно глубокого полирующего сублимационного травления *in situ* непосредственно перед ростом ЭС 3C-SiC.

## 5. Заключение

На основании из того, что характерные особенности двойниковой структуры ЭС 3C-SiC, возникающей при их росте на подложках 6H-SiC, определяются процессами зародышеобразования на начальном этапе роста, сделана попытка оптимизации условий роста. Показано, что при постоянной температуре и использовании практически неразориентированных подложек уменьшение скорости роста ЭС ведет к увеличению площади двойниковых областей и уменьшению общей дефектности структур. В результате при малых скоростях роста ( $0.4 \div 0.8$  мкм/мин) получены ЭС карбида кремния кубического политипа с низкой

плотностью дефектов ( $10^1 \div 10^2$  см $^{-2}$ ) и площадью двойников до 6 мм $^2$ .

Работа выполнялась при частичной поддержке Аризонского университета (США).

## Список литературы

- [1] Ю.А. Водаков, Г.А. Ломакина, Е.Н. Мохов, В.Г. Одинг, В.В. Семенов, В.И. Соколов. В сб.: *Широкозонные полупроводники* (Л., 1979) с. 164.
- [2] D.K. Ferry. *Phys. Rev. B*, **12**, 2361 (1979).
- [3] V. Shields, K. Fekade, M. Spencer. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 21 (Bristol and Philadelphia, 1994)].
- [4] H. Matsunami, S. Nishino, H. Ono, *IEEE Trans. Electron. Dev.*, **ED-28**, 1235 (1981).
- [5] J.A. Powell, J.B. Petit, L.G. Matus, S.E. Lempner. *Proc. 3rd Int. Conf. on Amorph. and Cryst. SiC* [Springer Proc. Phys., **56**, 313 (1992)].
- [6] K. Nishino, T. Kimoto, H. Matsunami. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 33 (Bristol and Philadelphia, 1994)].
- [7] J. Yang, S. Nishino, J. Powell, D. Pizouz. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 25 (Bristol and Philadelphia, 1994)].
- [8] K. Furukawa, Y. Tajima, H. Saito, Y. Fujii. *Japan. J. Appl. Phys.*, **32**, L645.
- [9] J.A. Powell, D.J. Larkin, J.B. Petit, J.H. Edgar. *Proc. 4th Int. Conf. on Amorph. and Cryst. SiC* [Springer Proc. Phys. **71**, 23 (1993)].
- [10] H. Matsunami. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 45 (Bristol and Philadelphia, 1994)].
- [11] А.Ю. Максимов, А.А. Мальцев, Н.К. Юшин. *Письма ЖТФ*, **20**, 50 (1994).
- [12] М.М. Аникин, А.А. Лебедев, S.N. Pyatko, А.М. Strel'chuk. *Mater. Sci. Eng. B*, **11**, 113 (1992).
- [13] М.М. Аникин, Н.Б. Гусева, В.А. Дмитриев, А.Л. Сыркин. *Изв. АН СССР. Неорг. Матер.*, **10**, 1768 (1984).
- [14] М.Г. Рамм, Е.Н. Мохов, Р.Г. Веренчикова. *Изв. АН СССР. Неорг. матер.*, **15**, 2233 (1979).
- [15] А.О. Константинов, Е.Н. Мохов. *Письма ЖТФ*, **7**, 247 (1981).
- [16] A.N. Andreev, N.Yu. Smirnova, A.S. Tregubova, M.P. Scheglov, V.E. Chelnokov. *Proc. 6th SiC and Related Materials Conf.* (Kyoto, 1995).
- [17] J.A. Powell, J.B. Petit, J.B. Edgar, I.G. Jenkins, L.G. Matus, J.W. Yang, P. Pirouz, W.J. Choyke, L. Clemen, M. Yoganathan. *Appl. Phys. Lett.*, **59**, 333 (1991).
- [18] T. Kimoto, H. Matsunami. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 95 (Bristol and Philadelphia, 1994)].
- [19] H. Matsunami. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 45 (Bristol and Philadelphia, 1994)].

- [20] T. Kimoto, H. Matsunami. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 55 (Bristol and Philadelphia, 1994)].
- [21] A. Iton, H. Akita, T. Kimoto, H. Matsunami. *Proc. 5th SiC and Related Materials Conf.* (Washington, D.C., 1993) [Inst. Phys. Conf. Ser., **137**, 5 (Bristol and Philadelphia, 1994)].

Редактор Л.В. Шаронова

### **The structural perfection of 3C-SiC epitaxial layers grown by vacuum sublimation on 6H-SiC substrates**

*A.N. Andreev, N.Yu. Smirnova, A.S. Tregubova, M.P. Scheglov, V.E. Chelnokov*

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

**Abstract** The influence of technological parameters on structural perfection of 3C-SiC epitaxial layers grown by vacuum sublimation has been studied. It is shown that decrease in growth rate at the constant growth temperature led to increase of size of twin areas in the films and to decrease in total number of defects. The 3C-SiC epitaxial layers with defect density  $10^1 - 10^2 \text{ cm}^{-2}$  and  $6 \text{ mm}^2$  double position twins were obtained.