

05;06;07;12

## Количественный рентгенотопографический анализ дефектов монокристаллов 6H–SiC и гомоэпитаксиального карбида кремния

© Г.Ф. Кузнецов

Институт радиотехники и электроники РАН,  
141120 Фрязино, Московской области, Россия

(Поступило в Редакцию 30 декабря 1996 г. В окончательной редакции 19 декабря 1997 г.)

Плоские дислокационные скопления (ПДС) и сегменты криволинейных дислокаций (СКД) рассматриваются как индикаторы локальных полей сдвиговых упругих напряжений (ЛПУН), существовавших в выращиваемых монокристаллах в момент стабилизации их дислокационной структуры. Расчеты по теории дислокаций с использованием экспериментально измеренных по рентгенотопограммам (Ланга и РПКИ) параметров ПДС и СКД дали величины ЛПУН в диапазоне  $0.2\text{--}1.5 \cdot 10^6$  Па для тонких пластинок монокристаллов SiC (6H), выращенных методом сублимации в графитовом контейнере. Обнаружен сильный неоднородный изгиб пластинок монокристаллов, для исследования дислокационной структуры которых рентгенотопографический метод РПКИ вследствие его малой чувствительности к изгибу предпочтительнее метода Ланга.

Использование подложек карбида кремния, выращенных сублимацией по методу Лели, для наращивания эпитаксиальных структур и создания целой гаммы мощных микроэлектронных и оптоэлектронных микроприборов (см., например, [1]) приводит к необходимости исследования различных типов дефектов в этих материалах. Практическим выходом таких исследований может стать оптимизация технологии для предотвращения образования некоторых типов дефектов как в процессах выращивания монокристаллов-подложек и эпитаксиальных структур, так и в процессах изготовления самих микроприборов. Наряду с электрофизическими, оптическими и электронно-микроскопическими методами в решении проблемы разработки и производства эффективно работающих и надежных микроприборов на основе SiC необходимо также применение неразрушающих методов количественного рентгеновского топографического (КРТГ) и дифрактометрического (КРД) анализа дефектов монокристаллов-подложек, выращенных эпитаксиальных структур и изготовленных на их основе самих приборных структур.

КРТГ и КРД методы занимают особую нишу среди методов исследования дефектов структуры монокристаллов и эпитаксиальных систем. Именно количественные данные этих методов уже сыграли свою существенную роль в лабораторной разработке и промышленном производстве надежных инжекционных гетеролазеров, излучающих в непрерывном режиме при комнатной температуре на длинах волн  $0.85$ ,  $1.30$  и  $1.55 \mu\text{m}$  [2]. Несомненно, что данные КРТГ и КРД методов послужат физической основой для ускорения оптимизации процессов выращивания, разработки и производства надежных микроприборов с требуемыми выходными параметрами и на основе карбида кремния.

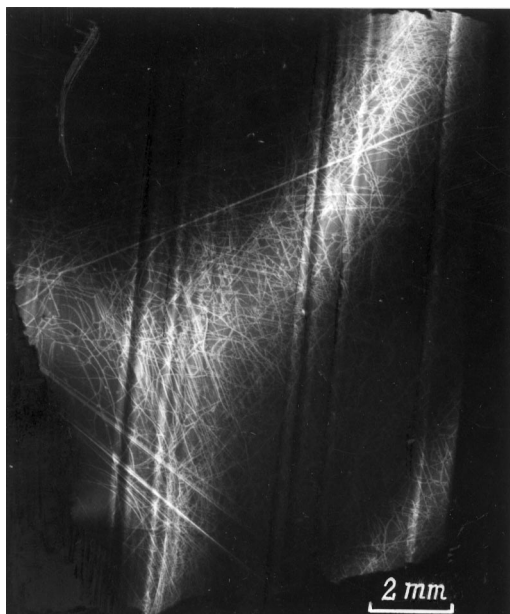
В данной работе для исследований методами КРТГ анализа были отобраны тонкие ( $150\text{--}400 \mu\text{m}$ ) пластинки монокристаллов  $\alpha$ -SiC структурного типа (6H), выра-

щенных сублимацией и осаждением на стенках графитового контейнера. Пластинки имели гексагональную огранку с наибольшим развитием базисных плоскостей  $\{0001\}$  диаметром до  $12 \text{ mm}$ .

Для исследования дислокаций применены прямые рентгенотопографические методы Ланга [3] в коллимированных пучках характеристических излучений  $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$  Mo анода и расходящегося полихроматического пучка от квазиточечного источника (РПКИ) [2,4] с тем же анодом. При таких излучениях величина  $\mu t$  была в пределах  $0.07\text{--}0.18$ . Это обеспечивало экстинкционный контраст дислокаций, регистрируемых как на топограммах, снятых по методу Ланга, так и по методу РПКИ. По методу Ланга топограммы снимались последовательно в симметричных отражениях типа  $\{11\bar{2}0\}$  и  $\{30\bar{3}0\}$ .

В отличие от метода Ланга метод РПКИ является методом многопучковой рентгенотопографии [2,4–6]. Методом РПКИ на одной фотопластинке одновременно снимались три–пять отражений типа  $\{11\bar{2}0\}$ ,  $\{3\bar{3}00\}$  и  $\{22\bar{4}0\}$  основного зонального эллипса, ось которого  $[0001]$  перпендикулярна базисной поверхности кристаллов, и около 15 отражений других зональных эллипсов.

На рис. 1 приведена обзорная топограмма одного из кристаллов карбида кремния, снятая по методу Ланга в отражении  $(11\bar{2}0)$ . На ней зарегистрированы две сравнительно узкие криволинейные полосы с четким изображением множества пересекающихся дислокационных линий. В обширной области между этими полосами изображения линий дислокаций практически не выявляются либо выявляются с чрезвычайно слабым контрастом. Это означает, что данный монокристалл 6H–SiC, как, впрочем, и все другие изученные в данной работе монокристаллы карбида кремния, имеет сильно выраженный неоднородный макроскопический изгиб. Вследствие высокой чувствительности метода Ланга к изгибу большая часть площади изучаемых монокристаллов при лауэ-дифракции и линейном сканировании выходит из отража-



**Рис. 1.** Обзорная топограмма одного из кристаллов карбида кремния (6H-SiC), снятая по методу Ланга в отражении  $(11\bar{2}0)$  строго коллимированных характеристических  $K\alpha_1$ - и  $K\alpha_2$ -излучений анода Mo.

ющего положения и дефектная структура таких областей не выявляется, тогда как на участках топограмм от областей того же кристалла, находящихся в отражающем положении для линий  $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$  характеристического излучения анода, дислокационная структура кристаллов выявляется с отличным контрастом и с высоким линейным разрешением (около  $3 \mu\text{m}$  на рис. 1).

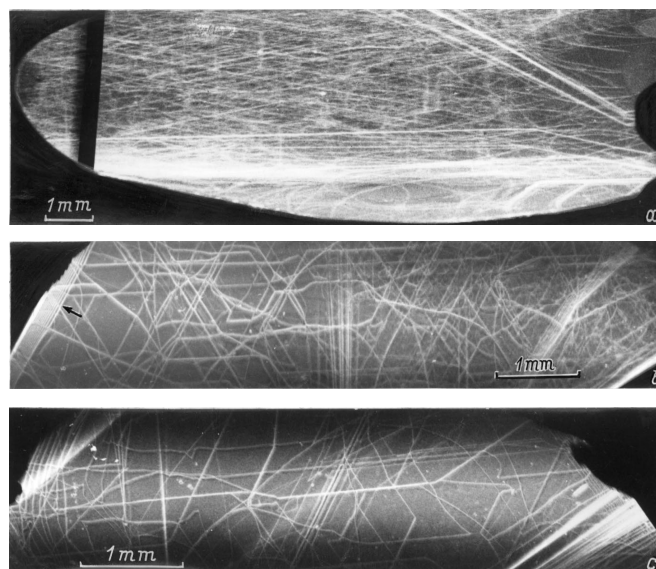
Как видно из топограмм от других кристаллов 6H-SiC, конфигурация отражающих областей бывает самой различной. Для данного кристалла форма отражающих областей и их положение относительно краев кристалла зависит от типа отражающих плоскостей и его точной ориентации относительно падающего пучка. Все это свидетельствует о весьма сильном неоднородном изгибе изученных монокристаллических пластинок 6H-SiC. Обнаруженный неоднородный изгиб сильно затрудняет изучение дефектной структуры кристаллов 6H-SiC методом Ланга.

Рентгенотопографический метод РПКИ, позволяющий получать достаточно хороший контраст изображения индивидуальных дислокаций в полихроматическом излучении [2,4-6], является вследствие этого значительно менее чувствительным, чем метод Ланга, к влиянию неоднородного изгиба монокристаллических пластинок. На рис. 2 приведена топограмма одного из дифракционных отражений  $(30\bar{3}0)$  основного зонального эллипса, снятая методом РПКИ. На ней хорошо просматривается дислокационная структура этой неоднородно изогнутой пластинки 6H-SiC. Она зарегистрировалась и в двух других отражениях,  $(11\bar{2}0)$  и  $(2\bar{1}\bar{1}0)$ , основного зонального эллипса, а также в некоторых отражениях

других зональных эллипсов. На рентгенотопограммах от других образцов 6H-SiC, снятых методом РПКИ, также достаточно четко зарегистрировалась их дислокационная структура. По этим топограммам легко прослеживаются погасания изображений отдельных дислокаций в зависимости от величины и направления векторов дифракции, что позволяет идентифицировать типы дислокаций.

Методами Ланга и РПКИ в кристаллах 6H-SiC выявлены дислокации, локализованные главным образом в базисных плоскостях. Они имеют вектора Бюргера типа  $b_1 = 1/3\langle 10\bar{1}0 \rangle$  и  $b_2 = 1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Максимальная линейная плотность дислокаций в изученных образцах кристаллов 6H-SiC была  $N_d \leq 6 \cdot 10^2 \text{ cm}^{-1}$  в базисной плоскости, что соответствует плотности дислокаций  $N_d \leq 6 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$  для плоскостей  $\{hk10\}$ , перпендикулярных базисным плоскостям скольжения дислокаций. Наряду с криволинейными наблюдались и строго прямолинейные (секториальные) дислокации, а также прямолинейные дислокации со 120-градусными изломами, отдельные прямолинейные сегменты которых совпадают с кристаллографическими направлениями типа  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ .

Для автора было главным выяснить физические причины генерации дислокаций в растущих пластинках монокристаллов 6H-SiC и определить локализацию сработавших дислокационных источников, генерировавших дислокации. Необходимо также выяснить, на какой ста-



**Рис. 2.** Топограммы одного из дифракционных отражений  $(30\bar{3}0)$  основного зонального эллипса, снятые методом РПКИ: *a* — топограмма демонстрирует направление выпуклостей дислокационных полупетель и отдельных криволинейных дислокаций, стрелка указывает область сопряжения растущей монокристаллической пластинки со стенкой графитового тигля; *b, c* — типичные односторонние плоские дислокационные скопления (ПДС) криволинейных (*b*) и прямолинейных (*c*) дислокаций, прижатых упругими напряжениями в угловые области (*b*) или параллельных кристаллографическим плоскостям естественной боковой огранки гексагональных монокристаллических пластинок (*c*).

дии происходила генерация и распространение дислокаций — в процессе выращивания или в процессе охлаждения выросших кристаллов.

Судя по направлению выпуклостей дислокационных полупетель и отдельных ветвей криволинейных дислокаций (рис. 2, *a*), их источники были локализованы в области сопряжения растущей монокристаллической пластинки 6H-SiC со стенкой графитового тигля. Теоретический расчет термоупругих напряжений, действующих на участке закрепления кристалла со стенкой тигля, показал, что из-за больших различий величин коэффициентов термического расширения и хода их температурной зависимости в области сопряжения графита и пластинки монокристалла 6H-SiC действительно возникают термоупругие напряжения, которые, возрастая при охлаждении выросшего кристалла и тигля до комнатной температуры, могут превзойти предел прочности графита  $3-44 \cdot 10^6$  Па [11]. Это означает, что кристаллы могут "отваливаться" от стенок контейнера в процессе охлаждения. Ростовики подтверждают, что такое явление неоднократно наблюдалось. Это дает основания полагать, что генерация дислокационных полупетель в монокристаллических пластинках 6H-SiC происходит, скорее всего, в процессе охлаждения контейнера после окончания выращивания монокристаллов.

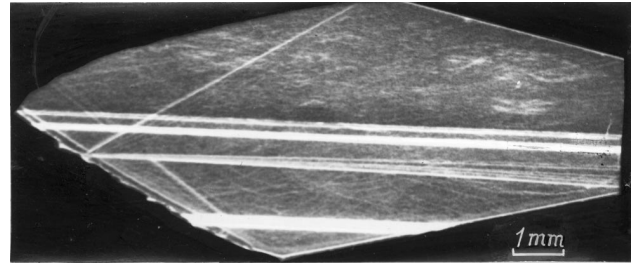
В ряде образцов зарегистрированы типичные одно-сторонние плоские дислокационные скопления (ПДС) криволинейных дислокаций, прижатых упругими напряжениями в базисных плоскостях в угловые области гексагональных монокристаллических пластинок (рис. 2, *b*). Зарегистрированы также и плоские скопления прямолинейных дислокаций (рис. 2, *c*), параллельных кристаллографическим плоскостям естественной боковой огранки пластинок.

Используя дислокации как индикаторы, по измеренным по топограммам и рассчитанным параметрам криволинейных дислокационных сегментов отдельных дислокаций [7] и группам плоских дислокационных скоплений (ПДС) [2,8,9] в данной работе для SiC (6H) впервые рассчитаны величины локальных упругих напряжений  $\tau_l$ , которые действовали в конкретных растущих кристаллах и связаны с этими дислокациями. При этом для ПДС величины  $\tau_l$  рассчитаны по формуле из [8]

$$\tau = \{[G/(1 - \nu)] \sin \alpha_n + G \cos \alpha_n\} b N_n / \pi L_n, \quad (1)$$

где  $G = 2.6 \cdot 10^{10}$  Па — модуль сдвига,  $\nu = 0.20$  — коэффициент Пуассона [10],  $b = 3.1 \cdot 10^{-10}$  м — вектор Бюргера дислокаций для 6H-SiC,  $\alpha$  — угол вектора Бюргера относительно линий дислокаций,  $L_n$  — длина и  $N_n$  — число дислокаций в любом из ПДС.

Сделанные по ПДС оценки величин упругих напряжений, действовавших в пластинках монокристаллов 6H-SiC в реальных условиях их выращивания, дали величину локального сдвигового напряжения  $\tau_{l1} \approx 1 \cdot 10^6$  Па (или  $100 \text{ Js/mm}^2$ ).



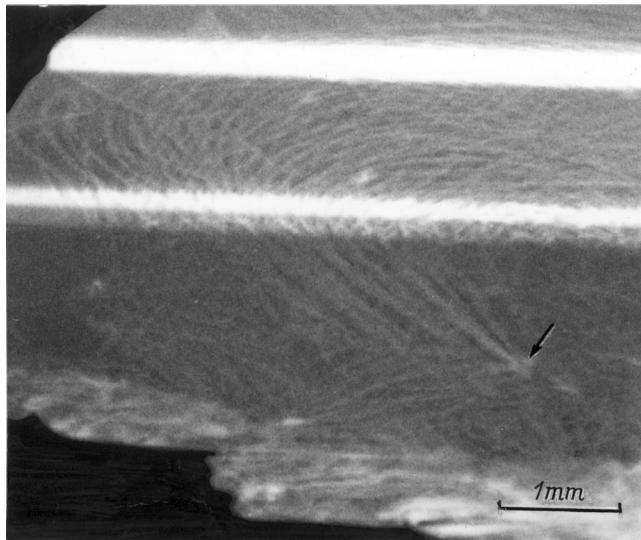
**Рис. 3.** Топограмма дефектов поверхности одного из кристаллов 6H-SiC, зарегистрированных в виде локальных областей черно-белого контраста различных размеров. Топограмма снята по методу РПКИ в отражении  $(11\bar{2}0)$  полихроматического и характеристического излучения Mo анода.

Расчеты по измеренным радиусам кривизны сегментов отдельных криволинейных дислокаций [7] дали диапазон величин локальных упругих напряжений  $\tau_{l2} \approx 2 \cdot 10^5 - 1.5 \cdot 10^6$  Па (или  $20-150 \text{ Js/mm}^2$ ). Как видим, величины локальных упругих напряжений, полученные разными способами для одного кристалла 6H-SiC, согласуются между собой и должны вызывать доверие. Полученный диапазон величин локальных сдвиговых упругих напряжений в реальных кристаллах 6H-SiC близок критическим величинам сдвиговых напряжений, необходимых для возбуждения дислокационных источников, генерирующих дислокации в базисных плоскостях скольжения при высоких температурах.

Зарегистрированная извилистость некоторых линий дислокаций — признак их торможения примесями, которые выделились, по-видимому, некогерентно в действующих плоскостях скольжения.

При исследовании методом РПКИ монокристаллов 6H-SiC толщиной  $400 \mu\text{m}$  с нетравленной поверхностью после выращивания были обнаружены дефекты поверхности на базисных верхних плоскостях при естественной огранке кристаллов. На рис. 3 эти дефекты поверхности зарегистрированы в виде сравнительно мелких локальных областей черно-белого контраста. Их дифракционные размеры от  $50$  до  $200-1000 \mu\text{m}$ , плотность распределения до  $1 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$ . Их физико-химическую природу пока можно только предполагать. Это, скорее всего, островковые осадки каких-то продуктов реакции, которые мешают действию механизма послонного наращивания монокристаллического гомоэпитаксиального слоя. Однако физически они играют роль локальных концентраторов макроскопического поля упругих напряжений, обусловленного неоднородным изгибом выращенных и охлажденных до комнатной температуры пластинок монокристаллов 6H-SiC.

На топограммах от таких образцов регистрируются только отдельные дислокации и с довольно плохим контрастом. Они как бы проглядывают или слабо просвечивают в тумане. Эффект "подавления изображения дефектов объема дефектами поверхности" в общем-то известен рентгенотопографистам. У автора по этой про-



**Рис. 4.** Дефектная структура одного из образцов гомоэпитаксиальной системы 6H-SiC слой-подложка, выявленная методом РПКИ в отражении (1120) полихроматического и линий характеристического излучения Мо анода.

блеме опубликовано несколько работ [2,4,6,11,12]. После химической обработки поверхности кристаллов изображения дефектов поверхности исчезают с топограмм. Следовательно, сами дефекты поверхности в результате химического растворения также исчезают с поверхности монокристаллов, что косвенно подтверждает их поверхностный островковый характер.

Методом РПКИ изучена также дефектная структура одного из образцов гомоэпитаксиальной системы 6H-SiC слой-подложка. Как выяснилось, дефектная структура подложки этой гомоэпитаксиальной однослойной структуры характеризуется весьма мощной дислокационной сеткой, дислокации которой испущены как источниками на гетерогранице кристалл-контейнер, так и одним из внутренних источников, отдаленным от гетерограницы области кристалла (стрелка на рис. 4). Контраст дислокаций подложки ослаблен влиянием неоднородного упругого поля эпитаксиального слоя.

В некоторых топограммах по РПКИ область эпитаксиального слоя оказалась частично сдвинутой относительно подложки. В этой области четко просматривается дискретное в азимутальном и брэгговском направлениях распределение интенсивности по площади топограммы, изображение на которой создано полихроматическим рентгеновским излучением. Этот контраст подобен тому, который обнаружен нами в [13] для мозаичных монокристаллических слоев CdTe, выращенных на подложках слюды. Именно по ней и можно сделать предварительное заключение, что выращенный монокристаллический слой является мозаичным. Для нас это означает, что условия наращивания гомоэпитаксиального слоя 6H-SiC были таковыми, что действовал не механизм послыного роста, характерного для идеальной гомоэпитаксии, а

наращивание происходило посредством гетерогенного образования и разрастания множества трехмерных зародышей. Некоторые из них, разрастаясь, превращались в мозаичные блоки с малыми углами взаимной и максимальной разориентации. Стимулом к трехмерному зародышеобразованию при гомоэпитаксии могли послужить поверхностные загрязнения подложки, которые на других образцах обнаруживались рентгенотопографически, как дефекты поверхностного слоя монокристаллов.

## Список литературы

- [1] *Lebedev A.A., Andreev A.N. et al.* // Proc. VII Intern. Symp. on Power Semiconductor Devices and IC. Yokohama, 1995. P. 90–95.
- [2] *Кузнецов Г.Ф.* // Докт. дис. М., 1989. 466 с.
- [3] *Ланг А.Р.* // Прямые методы исследования дефектов в кристаллах. М.: Мир, 1965. С. 205–222, 259–267.
- [4] *Кузнецов Г.Ф.* // Кристаллография. 1976. Т. 21. № 2. С. 847–849.
- [5] *Кузнецов Г.Ф.* // Аппаратура и методы рентгеновского анализа. 1973. Вып. 12. С. 162–167.
- [6] *Кузнецов Г.Ф., Семилетов С.А.* // Обзоры по электронной технике. Сер. Микроэлектроника. М.: ЦНИИ "Электроника", 1975. Вып. 1 (280). 95 с.
- [7] *Кузнецов Г.Ф.* // Синтез и рост совершенных кристаллов и пленок полупроводников. Новосибирск: Наука, 1981. С. 133–138.
- [8] *Кузнецов Г.Ф.* Препринт ИРЭ АН СССР. М., 1986. № 2 (441). 31 с.
- [9] *Кузнецов Г.Ф.* // Кристаллография. 1989. Т. 34. С. 765–766.
- [10] *McLaren J.R., Tappng G., Davidge R.W.* // Proc. Brit. Ceram. Soc. 1972. N 20. P. 259–265.
- [11] *Уббеллоде А.Р., Льюис Ф.А.* Графит и его кристаллические соединения. М.: Мир, 1965. 265 с.
- [12] *Кузнецов Г.Ф.* // Электронная техника. Сер. 8. Управление качеством и стандартизация. 1978. Вып. 3 (65). С. 39–65.
- [13] *Кузнецов Г.Ф., Семилетов С.А.* // Кристаллография. 1977. Т. 22. С. 664–666.