

# Получение затравочных кристаллов улучшенного качества для роста объемного карбида кремния

© М.Г. Мынбаева<sup>¶</sup>, П.Л. Абрамов, А.А. Лебедев, А.С. Трегубова, Д.П. Литвин\*,  
А.В. Васильев\*, Т.Ю. Чемякова\*, Ю.Н. Макаров\*

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

\* ОАО „Нитридные кристаллы“,  
197374 Санкт-Петербург, Россия

(Получена 30 ноября 2010 г. Принята к печати 6 декабря 2010 г.)

Методом сублимационной эпитаксии в вакууме выращены низкодефектные слои карбида кремния при использовании в качестве подложек пластин SiC, вырезанных из монокристаллических слитков, полученных модифицированным методом Лэли. На основании проведенных сравнительных исследований распределения структурных дефектов в подложках и эпитаксиальных слоях сделан вывод о том, что изоморфная пара эпитаксиальный слой/монокристаллическая подложка SiC, представляющая собой композицию материалов, полученных в рамках одного и того же метода — сублимационного синтеза — но в различающихся технологических условиях, является перспективной для получения затравочных кристаллов карбида кремния улучшенного качества.

## 1. Введение

Карбид кремния (SiC) незаменим при изготовлении широкого класса приборов нового поколения 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 приборов на основе SiC. В условиях промышленного производства слитки монокристаллического карбида кремния выращиваются методом, представляющим собой модификацию метода сублимации, впервые предложенного Лэли и позднее развитого Таировым и Цветковым (модифицированный метод Лэли) [1]. Несмотря на значительный прогресс в технологии получения монокристаллического SiC, существует ряд факторов, препятствующих достижению этим материалом его реального коммерческого потенциала. К таким факторам относятся, например, неоднородности в распределении остаточных напряжений и, как следствие, неоднородности в распределении примеси по сечению выращиваемых слитков, а также наличие в них структурных дефектов. Установлено, что основными причинами возникновения остаточных упругих напряжений в объеме монокристаллов SiC являются отклонения от оптимальных условий разращивания слитков. Количество структурных дефектов в основном определяется степенью совершенства кристаллов затравки. Типичными дефектами структуры материала являются прорастающие дислокации и полые микротрещины [2–4].

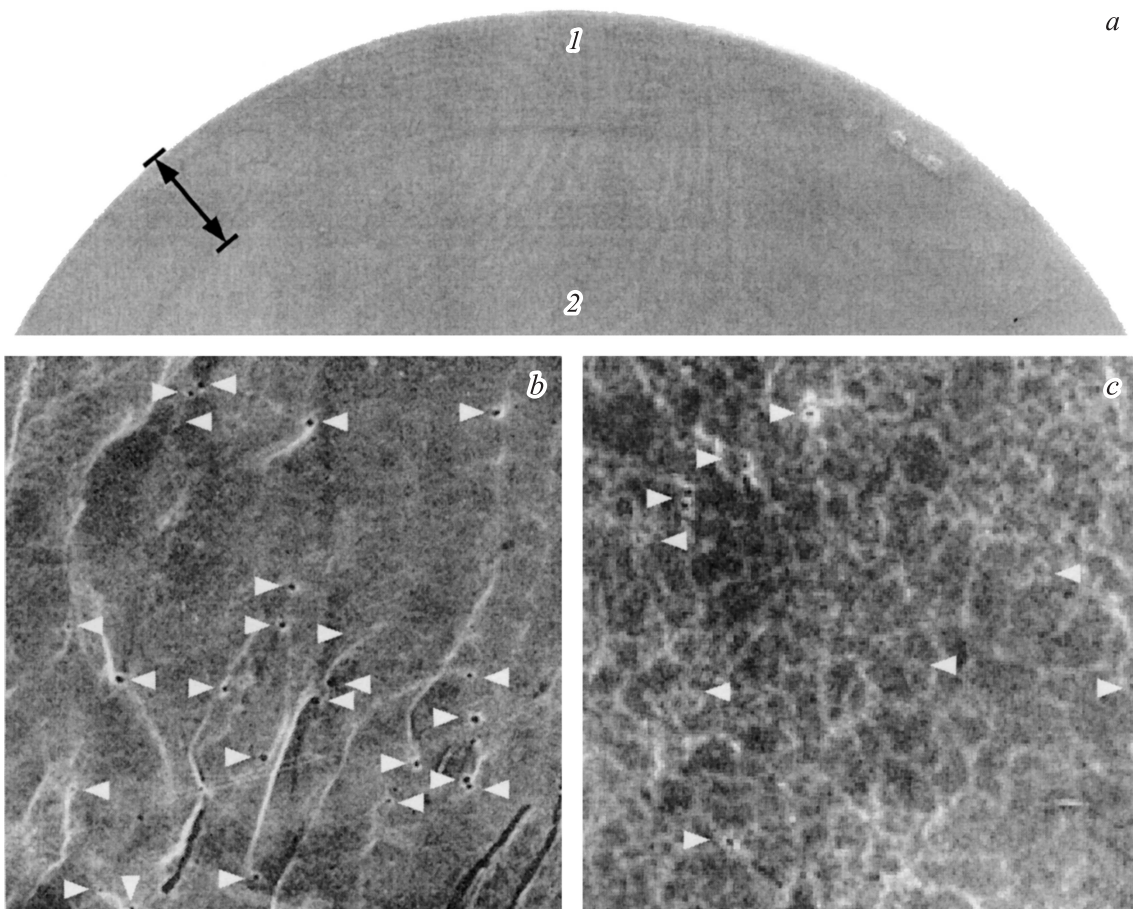
В настоящее время предложен ряд методов, направленных на улучшение технологии объемного роста монокристаллов SiC, например использование для разращивания слитков затравок с неполярной ориентацией [5–9]. Еще один подход — это так называемый RAF („repeated a-face“) метод и его модификации [10,11], когда улучшение структурного совершенства

слитков SiC достигается путем многостадийного разращивания с последовательной сменой ориентации затравок. Отметим, что применение указанных методов хотя и позволяет снизить плотность прорастающих дефектов в слитках SiC (в частности, снизить плотность дислокаций до  $10^3 - 10^2 \text{ см}^{-2}$ ), но в то же время приводит к накоплению в получаемом материале дефектов упаковки.

Альтернативным подходом к повышению структурного качества карбида кремния, полученного модифицированным методом Лэли, является наращивание на монокристаллические подложки SiC толстых „буферных“ слоев методом жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ) [12]. Преимуществом метода является его относительная простота, когда желаемый эффект снижения плотности прорастающих дефектов достигается в рамках одного эпитаксиального процесса, а также доступность используемых подложек SiC с базовой (0001) ориентацией и разориентированных в пределах  $3.5 - 8^\circ$ . К недостаткам можно отнести высокое содержание остаточных примесей в получаемых слоях и низкое качество их поверхности [13,14]. Это ограничивает применение ЖФЭ-эпитаксиальных структур как для приборных целей, так и для использования в качестве затравки для объемного роста SiC [15]. В рамках дальнейшего развития данного подхода мы предлагаем использовать для роста буферных слоев метод сублимационной эпитаксии, относительным преимуществом которого является то, что ростовые процессы осуществляются в условиях высокого вакуума, а источниками служат материалы высокой степени очистки. Кроме того, сублимационные эпитаксиальные слои, как правило, обладают лучшей, по сравнению с ЖФЭ-слоями, морфологией поверхности [16,17].

Таким образом, целью настоящей работы была оценка возможности получения затравочных кристаллов SiC улучшенного качества путем наращивания на подложки из монокристаллического SiC буферных слоев методом сублимационной эпитаксии в вакууме.

<sup>¶</sup> E-mail: mgm@mail.ioffe.ru



**Рис. 1.** 1 — изображение части пластины SiC, полученное с помощью оптического сканера; большой стрелкой отмечена область периферии; *b* и *c* — топограммы от областей подложек с различным характером дефектной структуры (отражение  $11\bar{2}, 12$ ): *b* — топограмма от области периферии (1 на рис. *a*), содержащей макроблоки и межблочные границы; *c* — топограмма от центральной части пластины (2 на рис. *a*), содержащей равномерно распределенные дислокации. Малыми стрелками отмечены микротрубки.

## 2. Объекты и методы исследования

Объектами исследований являлись предоставленные фирмой „Нитридные кристаллы“ пластины карбида кремния политипа 6H с базовой ориентацией (0001), полученные модифицированным методом Лэли, и гомоэпитаксиальные слои (ЭС), выращенные методом сублимации в вакууме. Подложки для роста площадью  $1\text{ см}^2$  были получены скрайбированием предоставленных пластин SiC, имевших диаметр 75 мм.

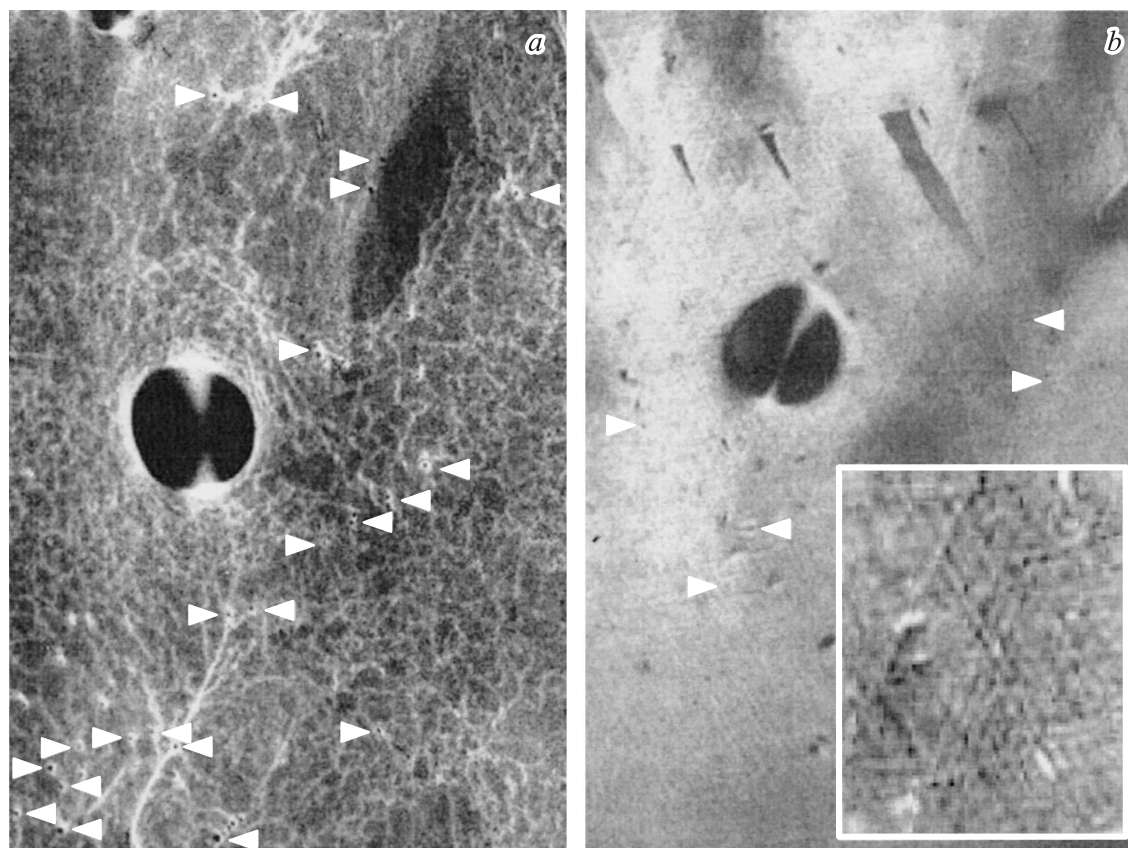
Эпитаксия осуществлялась при температуре  $1900\text{--}2200^\circ\text{C}$  и остаточном давлении  $10^{-6}$  мм.рт.ст. Скорость роста составляла  $0.01\text{--}0.05$  мм/час. Источником паров служил порошок SiC „Sika Tech E-301“ высокой очистки от фирмы Saint-Gobain. В указанных условиях были получены ЭС 6H-SiC толщиной от 10 до 50 мкм. Подложки и выращенные слои имели *n*-тип проводимости, обусловленный непреднамеренным легированием азотом.

Для исследования структурного совершенства исходных подложек SiC и особенностей наследования их

дефектной структуры гомоэпитаксиальными слоями, были использованы неразрушающие дифракционные методы — рентгеновская топография и рентгеновская дифрактометрия. Топограммы снимались методом обратного отражения с использованием асимметричных отражений  $11\bar{2}, 12$ ;  $10\bar{1}, 15$  и  $10\bar{1}, 10$  и  $\text{CuK}\alpha$ -излучения, что позволяло получать дифракционные изображения дефектной структуры в объеме исследуемых образцов на расстоянии от поверхности порядка 50, 30 и 5 мкм соответственно. Дифрактометрические измерения проводились на двухкристальном спектрометре. Кривые дифракционного отражения регистрировались в рефлекссе  $\omega_{00012}$  и  $\text{CuK}\alpha$ -излучении.

## 3. Результаты исследований и их обсуждение

*Подложки.* Как показали проведенные исследования, качество исходных пластин было типичным для монокристаллического карбида кремния, получаемого модифицированным методом Лэли, а именно: периферия



**Рис. 2.** Топограммы образца до и после эпитаксиального наращивания, полученные в отражении 112, 12: *a* — исходной подложки, и *b* — эпитаксиального слоя. На выделенном фрагменте представлено увеличенное изображение сетки дислокаций несоответствия, лежащих в плоскости (0001). Стрелками отмечены микротрубки.

пластин имела блочную структуру с сильной разориентацией отдельных блоков, разделенных плоскими скоплениями дислокаций, образующих малоугловые границы. Центральная часть пластин была более однородна по структуре и содержала дислокации с ячеистым характером распределения и плотностью  $10^5 \text{ см}^{-2}$ . Общей составляющей дефектной структуры указанных областей являлись полые микротрубки, распределенные с более высокой плотностью по периферии образцов. Наличие указанных выше структурных особенностей отражают изображения, приведенные на рис. 1, *a–c*.

**Эпитаксиальные слои.** Исследования структурного совершенства образцов после проведения эпитаксиального наращивания выявили существенное снижение плотности дислокаций в ЭС во всем диапазоне толщин (10–50 мкм). Также было обнаружено уменьшение количества микротрубок, прорастающих из подложек в ЭС, которое достигается при толщинах слоев порядка  $\geq 20$  мкм. Наряду с этим было выявлено, что макроструктурные нарушения подложек наследовались слоями без заметных изменений.

В качестве примера на рис. 2, *a, b* представлены топограммы исходной подложки, вырезанной из центральной части пластины SiC, и выращенного на ней эпитаксиального слоя толщиной 30 мкм. Из сравнения

приведенных топограмм следует, что содержащиеся в подложке макродефекты были наследованы слоем. В то же время было определено, что значение плотности дислокаций в объеме ЭС на три порядка меньше, чем в подложке, и составляет величину  $10^2 \text{ см}^{-2}$ . В пользу улучшения структурного совершенства образца с наращенным слоем свидетельствовали и данные рентгеновской дифрактометрии, полученные до и после проведения эпитаксиального процесса. Значение полуширин кривых качания изменилось от 50 уг.с. для исходной подложки до 28 уг.с. для ЭС.

Общим для всех образцов, полученных в результате проведенных ростовых экспериментов, явилось наличие в ЭС дислокационной сетки, образованной пересекающимися прямолинейными дислокациями, лежащими в плоскости (0001) (см. выделенный фрагмент топограммы на вставке рис. 2). Составляющие указанную сетку дислокации содержались в области ЭС, примыкающей к подложке, и не проникали в объем.

Для объяснения наблюдаемого снижения плотности прорастающих в ЭС дислокаций можно привлечь следующий известный механизм. Как правило, при гомоэпитаксиальном росте основным источником дислокаций в наращиваемых слоях является подложка. В идеальном случае (т.е. в случае идеально сопрягаемых кристал-

лических решеток) можно ожидать, что дислокации подложки будут беспрепятственно прорасти в формирующийся слой с плотностью распределения, сравнимой с плотностью дислокаций, содержащихся в подложке. Однако в реальном случае, в силу различий в условиях синтеза подложки и слоя, возможно их рассогласование по параметрам решеток. Это должно приводить к возникновению решеточных искажений в плоскости сопряжения подложки и слоя. Возникающие вследствие этого внутренние упругие напряжения могут служить энергетическим барьером для прорастания дислокаций из подложки. В условиях действующих напряжений подложечные дислокации могут изгибаться, образуя сегменты так называемых дислокаций несоответствия в области эпитаксиального слоя, прилегающей к гомогранице, компенсируя таким образом избыток свободной энергии, обусловленной несоответствием параметра решеток сопрягаемых материалов [18].

Можно предполагать, что для рассматриваемого случая гомоэпитаксии SiC различие отношений парциальных давлений углерода и кремния (Si/C) в паровой фазе в условиях сублимационного синтеза подложек и сублимационного эпитаксиального роста, являясь определяющим для скорости захвата примесей (в данном случае — азота [19]), определяет различие в степени отклонения значений постоянных решетки от идеального для подложек и наращиваемых на них ЭС. Возникающее рассогласование компенсируется энергетическими затратами на изгиб и скольжение подложечных дислокаций в плоскости межфазной границы, что приводит к образованию сетки дислокаций несоответствия (см. вставку рис. 2, b) и, как следствие, исключает дислокации подложки из числа источников прорастающих дислокаций в объеме формируемых слоев [20].

Таким образом, проведенные сравнительные исследования распределения дефектов в подложках и эпитаксиальных слоях SiC показали, что изоморфная пара эпитаксиальный слой/монокристаллическая подложка, представляющая собой композицию материалов, полученных в рамках одного и того же метода — сублимационного синтеза — но в различающихся технологических условиях, является перспективной для получения затравочных кристаллов со сниженной плотностью (до трех порядков величины) прорастающих дислокаций и микротрубок.

#### 4. Заключение

Показана возможность получения затравочных кристаллов SiC улучшенного качества, представляющих собой композицию эпитаксиальный слой/монокристаллическая подложка. На основе проведенных сравнительных исследований распределения структурных дефектов в подложках, вырезанных из монокристаллических слитков карбида кремния, и эпитаксиальных слоях, выращенных на них методом сублимации в вакууме, сделан вывод, что существенное снижение плотности прорастающих дефектов достигается при толщинах наращивания

слоев порядка 30 мкм. Предложен механизм снижения плотности прорастающих дислокаций в полученных ЭС. Рассмотрение возможного механизма уменьшения количества наследуемых из подложки микротрубок с точки зрения их зарастивания является предметом последующей публикации.

Авторы признательны М.П. Щеглову за проведение рентгено-дифрактометрического анализа образцов. Работа выполнена в рамках государственного контракта № 02.523.

#### Список литературы

- [1] Yu.M. Tairov, V.F. Tsvetkov. *J. Cryst. Growth*, **43**, 209 (1978).
- [2] J. Heindl, H.P. Strunk, V.D. Heydemann, G. Pensl. *Phys. Status. Solidi A*, **162**, 251 (1997).
- [3] S. Ha, N.T. Nuhfer, G.S. Rohrer, M. De Graef, M. Skowronski. *J. Cryst. Growth*, **220**, 308 (2000).
- [4] M. Dudley, X.R. Huang, W. Huang, A. Powell, S. Wang, P. Neudeck, M. Skowronski. *Appl. Phys. Lett.*, **75**, 784 (1999).
- [5] H. Shiomi, H. Kinoshika, T. Furusho, T. Hayashi, M. Tajima, E. Higashi. *J. Cryst. Growth*, **292**, 188 (2006).
- [6] Z.G. Herro, B.M. Epelbaum, M. Bickermann, C. Seitz, A. Magerl, A. Winnacker. *J. Cryst. Growth*, **275**, 496 (2005).
- [7] J. Li, P. Filip, B.M. Epelbaum, X. Xu, M. Bickermann, A. Winnacker. *J. Cryst. Growth*, **308**, 41 (2007).
- [8] Y. Shishkin, O. Kordina. *J. Cryst. Growth*, **291**, 317 (2006).
- [9] H.-J. Rost, M. Schidbauer, D. Sicke, R. Formari. *J. Cryst. Growth*, **290**, 137 (2006).
- [10] D. Nakamura, I. Gunjishima, S. Yamaguchi, T. Ito, A. Okamoto, H. Kondo, S. Onda, K. Takato. *Nature*, **430**, 1009 (2004).
- [11] Д. Авров, С. Дорожкин, А. Лебедев, Ю. Таиров, А. Трегубова, А. Фадеев. *ФТП*, **43**, 1288 (2009).
- [12] S. Rendakova, V. Dmitriev. *Abstracts of MRS 1999 Spring Meeting*, San Francisco, April 5–9, 1999, p. 308.
- [13] Д.А. Бауман, А.В. Гаврилин, В.А. Иванцов, А.М. Морозов, Н.И. Кузнецов. *ФТП*, **35**, 1184 (2001).
- [14] S.V. Rendakova, I.P. Nikitina, A.S. Tregubova, V.A. Dmitriev. *J. Electron. Mater.*, **27**, 292 (1998).
- [15] H. Jacobson, R. Yakimova, M. Syväjärvi, A. Kakanakova-Georgieva, T. Tuomi, E. Jánzén. *J. Cryst. Growth*, **256**, 276 (2003).
- [16] N.S. Savkina, D.V. Davydov, A.M. Strel'chuk, A.S. Tregubova, C. Raynauld, J.P. Chante, M.L. Locatelli, D. Planson, J. Millan, P. Godignon, F.J. Campos, N. Nestres, J. Pascual, M. Badila, G. Breceanu. *Mat. Science & Eng. B*, **77**, 50 (2000).
- [17] M. Syväjärvi, R. Yakimova, E. Janzen. *J. Phys. Condens. Matter*, **11**, 10019 (1999).
- [18] J.H. van der Marwe. *J. Electron. Mater.*, **20**, 793 (1991).
- [19] H. Jacobson, J. Birch, C. Hallin, A. Henry, R. Yakimova, T. Tuomi, E. Jánzén, U. Lindefelt. *Appl. Phys. Lett.*, **82**, 3689 (2003).
- [20] X. Zhang, M. Skowronski, K.X. Liu, R.E. Stahlbush, J.J. Sumakeris, M.J. Paisley, M.J. O'Loughlin. *J. Appl. Phys.*, **102**, 093520 (2007).

Редактор Л.В. Беляков

## **Fabrication of improved seed crystals for the growth of bulk silicon carbide**

*M.G. Mynbaeva, P.L. Abramov, A.A. Lebedev,  
A.S. Tregubova, D.P. Litvin\*, A.V. Vasiliev\*,  
T.Yu. Chemekova\*, Yu.N. Makarov\**

Ioffe Physico-technical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia

\* Nitride Crystals, Ltd.

197374 St. Petersburg, Russia

**Abstract** Sublimation epitaxy was used for growing silicon carbide epitaxial layers with low defect density in SiC substrates made from wafers cut from monocrystalline ingots fabricated with modified Lely method. Basing on the comparative study of distribution of structural defects in the substrates and the layers, it was concluded that an isomorphic pair epitaxial layer/monocrystalline substrate, which is a composition of materials fabricated with the same growth method (sublimation), but under different growth conditions, is promising for producing silicon carbide seed crystals with improved quality.