

# Особенности роста жидкофазных эпитаксиальных слоев карбида кремния в вакууме

© Д.А. Бауман<sup>¶</sup>, А.В. Гаврилин<sup>+</sup>, В.А. Иванцов<sup>≠</sup>, А.М. Морозов<sup>\*,≠</sup>, Н.И. Кузнецов<sup>\*,+</sup>

Институт высокопроизводительных вычислений и баз данных,  
198005 Санкт-Петербург, Россия

\*Центр исследования и роста кристаллов,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>+</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

<sup>≠</sup>TDI Inc., 8660 Dakota, Gaithersburg MD 20877, USA

(Получена 12 февраля 2001 г. Принята к печати 13 февраля 2001 г.)

Проведено исследование роста эпитаксиальных слоев 4H-SiC в вакууме методом жидкофазной эпитаксии. Установлена необходимость предварительного нанесения на подложку затравочного слоя с характерными для жидкофазной эпитаксии ступенями роста. Показано, что рост в вакууме приводит к снижению концентрации некомпенсированных носителей  $N_d - N_a$  до уровня  $2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ .

## Введение

Прогресс в области полупроводниковой электроники последних десятилетий стимулировал развитие новых методов создания полупроводниковых структур и получение новых полупроводниковых материалов. Карбид кремния является одним из широко используемых в этой области соединений благодаря своим уникальным свойствам [1]. В настоящей работе исследован метод получения эпитаксиальных слоев карбида кремния в процессе жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ). Данная технология имеет ряд несомненных преимуществ по сравнению с другими методами получения карбид-кремниевых структур. Во-первых, в ряде работ (см., например, [2,3]) были предложены методы зарощивания методом ЖФЭ макродефектов (micropipes) на поверхности подложек путем нанесения буферного покрытия (covering layer). Это позволило выращивать эпитаксиальные слои с высокой степенью однородности и с малым количеством дефектов. Другим преимуществом является возможность выращивания ЖФЭ слоев на подложках большого размера (до 50 мм в диаметре) [4], что обеспечивает возможность создания полупроводниковых приборов большой площади. Кроме того, технология ЖФЭ позволяет выращивать слои карбида кремния с достаточно большой диффузионной длиной и малой концентрацией глубоких уровней [5]. Сказанное выше обуславливает перспективность применения жидкофазной эпитаксии при создании мощных полупроводниковых приборов.

К недостаткам контейнерной технологии ЖФЭ следует прежде всего отнести высокую концентрацию остаточных примесей, источниками которых могут быть, например, атмосфера в ростовой камере или графитовая оснастка. Основной задачей данных исследований являлась разработка технологии роста нелегированных ЖФЭ слоев 4H-SiC из раствора-расплава, помещенного в гра-

фитовый тигель, с концентрацией остаточной примеси в диапазоне  $(1-5) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ .

Для решения этой задачи была проведена серия экспериментов в аргоне высокой степени очистки (99.9997%) с использованием в качестве конструкционного материала тигля и тепловых экранов особо чистого графита. Это позволило вырастить свободные от политипов слои 4H-SiC *n*-типа с концентрацией остаточной примеси порядка  $10^{17} \text{ см}^{-3}$ . Измеренная средняя нормальная скорость роста при этом составляла приблизительно 0.27 мкм/ч. Для исключения возможности неконтролируемого попадания примесей через газовую атмосферу и дальнейшего снижения концентрации примеси в слоях 4H-SiC был предложен метод их выращивания в вакууме.

## Описание эксперимента

Для роста ЖФЭ слоев карбида кремния использовалась установка "Ника-С", модернизированная для проведения жидкофазной эпитаксии карбида кремния. Описание установки можно найти, например, в работе [3]. Графитовая оснастка, включая тигель, была изготовлена из особо чистого графита. В качестве активного компонента расплава был взят монокристаллический кремний с удельным сопротивлением  $\sim 400 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ .

Во всех экспериментах в вакууме давление в камере составляло  $(4-5) \cdot 10^{-4} \text{ Па}$ , температура роста  $1250^\circ\text{C}$ , продолжительность процесса выращивания 2–5 ч.

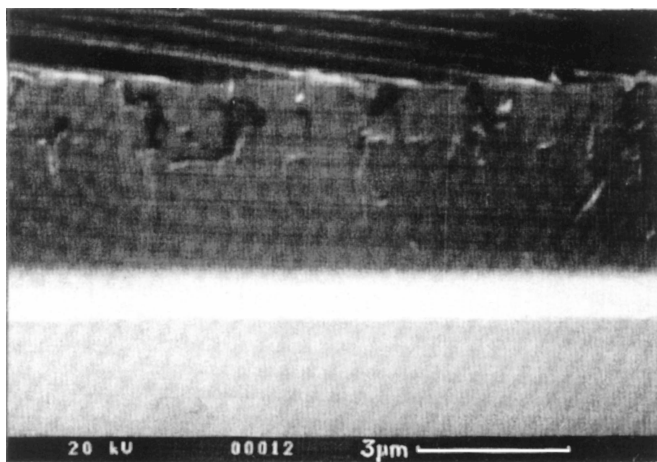
Для роста использовались подложки CREE 4H-SiC *n*-типа с разориентацией  $3.5^\circ$  и  $8.0^\circ$  в направлении  $[1\bar{2}10]$  относительно базисной грани Si(0001). Часть подложек имела зеркально-гладкую полированную поверхность, на других на эту поверхность методом ЖФЭ в аргоне был предварительно нанесен затравочный слой *n*-типа толщиной 1.0–1.5 мкм с концентрацией остаточной примеси  $10^{18} \text{ см}^{-3}$  и с характерными для ЖФЭ ступенями роста.

<sup>¶</sup> E-mail: bauman@mail.ru  
Fax: (812) 2476425

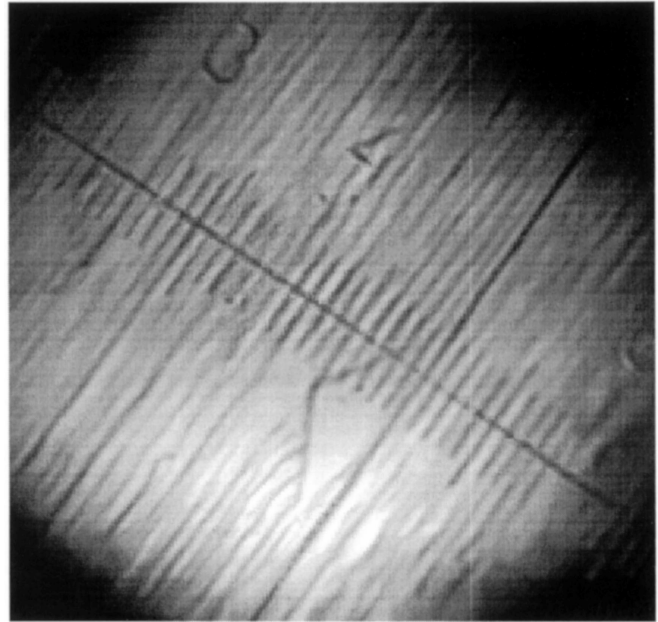
## Результаты эксперимента

При использовании подложек с затравочным слоем были выращены монокристаллические ЖФЭ слои 4H-SiC толщиной 3 мкм при нормальной скорости роста 0.8 мкм/ч. Скол одной из таких структур представлен на фотографии (рис. 1), сделанной с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). Поверхность слоя, выращенного в вакууме, имеет ступенчатую структуру, характерную для роста ЖФЭ на разориентированных подложках (рис. 2). При этом отчетливо прослеживается преимущественное расположение ступеней вдоль направления  $[1\bar{1}00]$  на большей части поверхности подложки. Результаты вольт-фарядных ( $C-V$ ) измерений концентрации нескомпенсированной примеси представлены на рис. 3. Видно, что уровень концентрации примесей составляет  $(2-3) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ , что почти на порядок меньше той величины, которая была характерна для слоев, выращенных в аргоне.

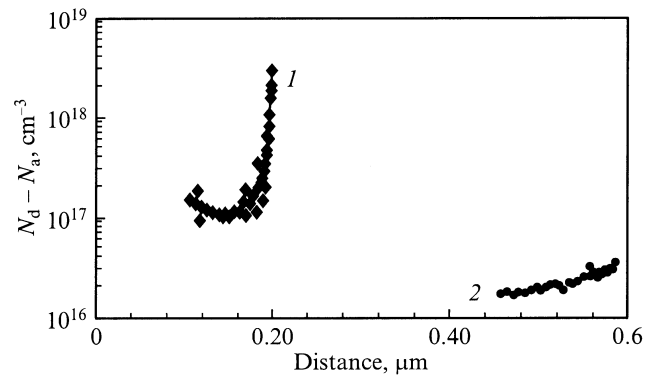
В результате экспериментов, проведенных на зеркально-гладких подложках без предварительного осажденного эпитаксиального слоя, ступени роста не наблюдались и поверхности образцов оставались гладкими. При использовании СЭМ даже при максимальном увеличении не удалось различить слои на сколах данных структур.  $C-V$ -измерения обнаружили профиль концентрации, представленный на рис. 3. Глубина профиля (около 0.2 мкм) и его форма оказались независимыми от продолжительности нахождения подложки в расплаве. Резкий подъем профиля в области  $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$  соответствует уровню концентрации примесей в подложке. Форма оставшейся части профиля концентрации (плато на уровне  $10^{17} \text{ см}^{-3}$ ) может быть объяснена следующим образом. Испарение расплава приводит к конденсации паров на подложке после ее отрыва от расплава. Давление паров углерода при температуре около  $1250^\circ\text{C}$



**Рис. 1.** Изображение поперечного скола структуры (полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа), выращенной в вакууме на подложке 4H-SiC с затравочным слоем. Толщина верхнего эпитаксиального слоя 3 мкм. Толщина затравочного слоя 1 мкм.



**Рис. 2.** Поверхность эпитаксиального слоя 4H-SiC, выращенного на подложке с предварительно нанесенным затравочным слоем. Время роста — 2 ч, толщина слоя — 3 мкм, температура роста  $T = 1250^\circ\text{C}$ . Одно деление шкалы соответствует 4 мкм.



**Рис. 3.** Концентрация нескомпенсированной примеси  $N_d - N_a$  в эпитаксиальном слое 4H-SiC, выращенном на зеркально-гладкой поверхности подложки (1) и на подложке с предварительно осажденным эпитаксиальным затравочным слоем (2). Уровень легирования исходных подложек 4H-SiC составлял  $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ .

составляет около  $10^{-15}$  Торр и пренебрежимо мало по сравнению с давлением паров кремния при той же температуре. Таким образом, оседающий на подложке расплав сильно обеднен по углероду. Это приводит к частичному подрастворению подложки в слое конденсированного вещества. При последующем остывании происходит обратный процесс кристаллизации, что и приводит к образованию дефектного слоя с концентрацией около  $10^{17} \text{ см}^{-3}$ . Роста из расплава в вакууме в описанных выше условиях на зеркально-гладких поверхностях подложек по результатам наблюдений не происходило.

## Обсуждение результатов

Одной из особенностей роста ЖФЭ слоев в вакууме является достаточно интенсивное испарение расплава при температурах выше 1400°C. Это приводит, во-первых, к существенному изменению эпитаксиального режима в процессе роста, а во-вторых, к ограничению времени роста, и, как следствие, к ограничению возможной толщины эпитаксиального слоя. Для обеспечения стабильного роста в вакууме необходимо существенное снижение ростовой температуры. Однако при снижении температуры (в нашем случае — на 150°C по сравнению с ростом в аргоне) уменьшается растворимость углерода в расплаве и снижается скорость диффузионного насыщения расплава углеродом на границе расплава с поверхностью графитового тигля. В свою очередь хорошо известно [6], что для начала кристаллизации пленки на твердой подложке необходимо, чтобы пересыщение расплава превосходило некоторое критическое значение, которое в общем случае зависит от температуры, состава расплава, состояния поверхности и ряда других факторов. Снижение уровня пересыщения расплава может служить одной из возможных причин отсутствия роста. Для проверки этого предположения был проведен эксперимент в вакууме с расплавом, предварительно насыщенным в аргоне при большей температуре, в течение времени, большего по сравнению с временем насыщения в вакууме, и использованном ранее для ЖФЭ SiC в аргоне при большей температуре в течение 6 ч. В результате на зеркально-гладкой подложке после роста был обнаружен только дефектный слой, а на подложке с затравочными ступенями вырос эпитаксиальный слой. Таким образом, можно считать, что либо пересыщение расплава в вакууме при данных условиях не играет определяющей роли для начала кристаллизации, либо его критическое значение не сильно зависит от содержания углерода в расплаве.

Другой особенностью роста эпитаксиальных слоев SiC из расплава в вакууме является малый градиент температур в ростовой области расплава по сравнению с градиентом в аргоне. Это, очевидно, связано с меньшим теплоотводом от верхней стороны подложки и графитовой оснастки. Градиент температур в околподложечной части расплава влияет на величину потока вещества к подложке, скорость конвективной подпитки обедненной приподложечной области и определяет кинетику зарождения и роста эпитаксиального слоя [7,8]. Снижение градиента температуры могло стать причиной отсутствия роста в указанных выше условиях.

Таким образом, для устойчивого роста ЖФЭ слоев в вакууме при достаточно низких температурах ( $\leq 1250^\circ\text{C}$ ) экспериментально показана необходимость нанесения на подложку затравочного слоя с характерными ступенями роста. Однако окончательное установление точной причины отсутствия роста на гладких подложках требует дополнительных исследований.

## Заключение

В результате проведенных исследований был предложен метод получения ЖФЭ слоев SiC в вакууме с низкой концентрацией остаточной примеси. Была показана необходимость предварительного выращивания затравочного слоя SiC. Рост в вакууме имеет свои особенности, в частности, из-за сильного испарения расплава, что может приводить к некоторой нестабильности роста. Для решения этой проблемы представляется целесообразным проведение роста при пониженном давлении, превышающем давление, характерное для вакуума. Кроме того, как было указано, помимо нейтральной атмосферы источником примеси может служить графитовая оснастка. Поэтому к дальнейшему снижению концентрации, возможно, приведет использование графита, покрытого слоем карбида кремния. Это будет служить предметом дальнейших исследований.

Авторы благодарны В.А. Дмитриеву за полезные замечания при обсуждении работы. Данная работа была выполнена при частичной поддержке грантов STP-971879 и INTAS № 97-2141.

## Список литературы

- [1] B.J. Baliga. In: *Proc. 6th Int. Conf. Silicon Carbide and Related Materials* (Kyoto, Japan, 1995) v. 142, p. 1.
- [2] S.V. Rendakova, I.P. Nikitina, A.S. Tregubova, V.A. Dmitriev. *J. Electron. Mater.*, **27**, 292 (1998).
- [3] S.V. Rendakova, V. Ivantsov, V.A. Dmitriev. *Mater. Sci. Forum*, **264–268**, 163 (1998).
- [4] V.E. Chelnokov, A.L. Syrkin, V.A. Dmitriev. *Diamond and Related Mater.*, **6**, 1480 (1997).
- [5] N.I. Kuznetsov, A.M. Morozov, D.A. Bauman, V. Ivantsov, V. Sukhoveev, I. Nikitina, A. Zubrilov, S. Rendakova, V. Dmitriev, D. Hofmann, P. Masri. *Mater. Sci. Forum*, **338–342**, 229 (2000).
- [6] G. Sears. *J. Chem. Phys.*, **25**, 154 (1956).
- [7] M.N. Kahn, S. Nishizawa, W. Bahng, K. Arai. *Mater. Sci. Forum*, **338–342**, 233 (2000).
- [8] С.А. Кукушкин, В.В. Слезов. *Дисперсные системы на поверхности твердых тел* (СПб., Наука, 1996).

Редактор Т.А. Полянская

## Distinctive features of liquid-phase epitaxial growth of SiC in vacuum

D.A. Bauman, A.V. Gavrilin<sup>+</sup>, V.A. Ivantsov<sup>≠</sup>,  
A.M. Morozov<sup>\*,≠</sup>, N.I. Kuznetsov<sup>\*,+</sup>

Institute for High Performance  
Computing and Data Bases,  
198005 St. Petersburg, Russia  
<sup>\*</sup>Crystal Growth Research Center,  
194021 St. Petersburg, Russia  
<sup>+</sup>Ioffe Physicotechnical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia  
<sup>≠</sup>TDI Inc., 8660 Dakota,  
Gaithersburg MD 20877, USA

**Abstract** An investigation of 4H-SiC epitaxial layers grown by the liquid-phase epitaxy in vacuum has been made. It is shown that background concentration decrease when the growth process was carried out on substrates having a previously grown epitaxial layer. The minimum concentration,  $N_d - N_a$ , was found to be of  $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ .