

6H-SiC 衬底上异质外延 3C-SiC 薄膜的结构研究*

林 涛[†] 李青民 李连碧 杨 莺 陈治明

(西安理工大学电子工程系, 西安 710048)

摘要: 以 SiH_4 和 C_3H_8 为反应源, 在 1250°C 下, 采用低压热壁化学气相沉积法在 6H-SiC 衬底上异质外延生长了 3C-SiC 薄膜. 扫描电镜和原子力显微镜测试结果显示, 样品表面光滑、无明显岛状结构物质. 剖面透射电镜照片显示 SiC 外延层致密均匀、界面平整, 厚度约为 50nm. 高分辨透射电镜结果显示, 衬底与外延层分别为排列整齐的 6H-SiC 结构和 3C-SiC 结构, 两者过渡平坦、界面处无其他晶型. 选区电子衍射花样标定结果再次说明外延薄膜为闪锌矿结构的 3C-SiC, 计算的晶格常数为 0.4362nm.

关键词: 碳化硅; 化学气相沉积; 异质外延; 透射电子显微镜

PACC: 8115H; 7360F; 6150J

中图分类号: TN304. 2

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2008)05-0936-04

1 引言

作为第三代半导体材料的代表之一, SiC 以其独特而又优越的物理、化学特性(如高的击穿电场、宽的禁带宽度、高的饱和漂移速度、高的热导率和良好的抗辐射、耐腐蚀、耐高温特性等)吸引着国内外众多科研单位的广泛关注和深入研究^[1,2]. 在 SiC 的 200 多种多型体中, 唯有 3C-SiC 具有闪锌矿结构, 且其电子迁移率和饱和电子漂移速度均很高, 非常适合于制造高温、大功率、高速电子器件^[3]. 多年来, 关于 Si 衬底上异质外延 3C-SiC 的研究报道较多^[4~8], 这主要是因为 Si 和 3C-SiC 单晶同属立方晶系, 从晶体结构方面来说有利于材料生长; 同时 Si 材料还物美价廉, 具有成熟的器件制作工艺. 但由于 3C-SiC 与 Si 衬底之间存在着较大的晶格失配(20%)和热失配(8%), Si 衬底上外延 3C-SiC 也遇到了许多一时难以克服的实际困难, 如外延层中位错密度高, 同时还伴有反相边界缺陷^[5,6]、双位边界缺陷^[7]、孪晶和堆垛层错等^[8,9]. 为解决这些问题, 研究者一直在通过 SiC 衬底碳化, 通过衬底刻蚀波纹沟道等技术手段来获取薄膜更厚、面积更大、晶格更完美的 Si 基 SiC 外延薄膜^[10,11]. 近几年, 商品化的 6H-SiC, 4H-SiC 衬底品质的提高和价格下降, 使得部分研究者的目光关注于 SiC 衬底上外延生长不同晶型的 SiC 外延层, 并制作相应的器件^[12~14]. 由于闪锌矿结构的 3C-SiC 的(111)面和 6H-SiC 的(0001)面的原子排列一致, 最小的二维晶格都是正三角形, 因此, 选择在 6H-SiC 的(0001)方向上外延 3C-SiC, 就可避免晶格失配造成的应力以及衬底与外延膜的热失配问题, 同时也可满足外延层具有高电子迁移率的优点. 本文主要研究采用低压热壁化学气相沉积

(HWCVD)法在 6H-SiC 的(0001)Si 面上生长的 SiC 薄膜及其晶体结构. 通过扫描电镜(SEM)和原子力显微镜(AFM)观察样品表面状况; 通过剖面透射电子显微镜(TEM)测试表征外延层与衬底的晶体结构及其界面状况; 最后采用选区电子衍射花样(SAD)标定计算外延层的晶格常数.

2 实验

本工作是在自行研制的具有水平反应室的低压 HWCVD 生长系统中进行. 反应源气体为 H_2 稀释浓度均为 10% 的 SiH_4 和 C_3H_8 , 载气为高纯 H_2 . 外延衬底选用 6H-SiC 的(0001)Si 面. 外延开始前, 首先给反应室中通入流量为 2000sccm 的 H_2 , 并在 1250°C 下保持 10min 以对衬底表面作适当刻蚀, 来形成均匀、平行且高度较低的台阶 SiC 衬底表层^[15]. 表面处理结束后, 保持 H_2 流量不变, 同时再加入反应源气体开始外延生长. 实验中生长温度为 1250°C , 时间为 50min, SiH_4 和 C_3H_8 的流量分别为 10 和 4sccm(对应的 Si 和 C 的摩尔流量分别为 4.46×10^{-5} 和 5.36×10^{-5} mol/min), 生长过程中反应室压力控制在 450Pa 左右. 对生长的 SiC 外延薄膜采用 JSM-6700F 型 SEM 观察样品表面形貌, 采用 SPI3800-SPA-400 型 AFM 测试其表面粗糙度, 采用 JEM-3010 型 TEM 测试分析样品的晶体结构和界面状况.

3 结果与分析

经过多次实验摸索, 发现在本文给定的工艺条件下生长的 SiC 薄膜样品质量最好, 其表面光滑, 呈透明状.

* 国家自然科学基金(批准号:60576044), 高等学校博士学科点专项科研基金(批准号:20040700001)以及中国博士后科学基金(批准号:20070411137)资助项目

[†] 通信作者. Email:lltlintao@163.com

2007-12-29 收到, 2008-01-20 定稿

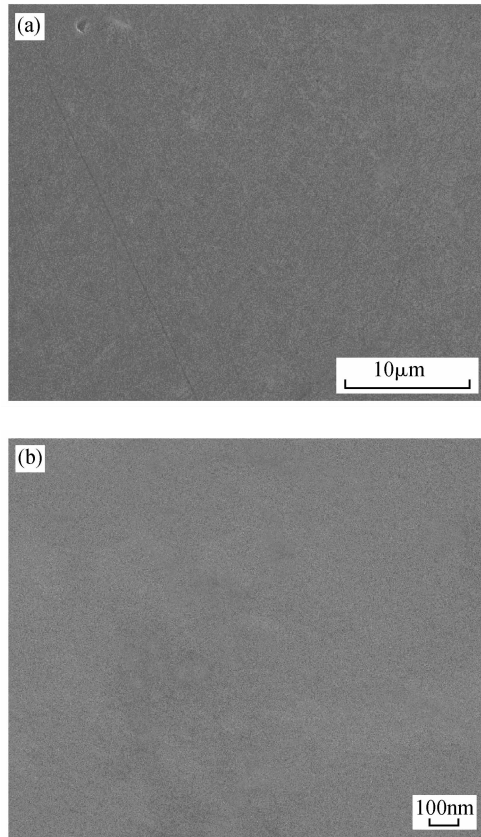


图 1 SiC 外延薄膜的 SEM 平视图 (a)放大倍数 2000; (b)放大倍数 50000

Fig.1 Plan-view SEM micrographs of the SiC epi-layer (a) Magnified 2000 times; (b) Magnified 50000 times

图 1 为 SiC 外延薄膜的 SEM 平视图,图 1(a)放大倍数为 2000,图 1(b)放大倍数为 50000. 结合两图观察可知 SiC 薄膜的表面平整、光滑,无岛状起伏. 在图 1(a)中还可观察到样品表面存在一些宽约 $1\mu\text{m}$ 的线状物和尺寸约为 μm 量级的坑状缺陷,这是衬底在进行磨抛处理时,引入的线状划痕和形状不规则的表面缺陷. 由于有些机械物理损伤较重,实验中对衬底采用的化学清洗和气体刻蚀处理尚不能完全去除这些表层损伤,因而在外延薄膜中还可以观察到这些晶体缺陷.

图 2 为 SiC 外延薄膜表面的 AFM 图. 计算得知样品表面的均方根粗糙度约为 0.7nm . 由于 AFM 测试所选区域的尺寸和图 1(b)中区域的尺寸相当,而两者的测试结果也基本相符,这说明生长样品的表面形貌较好. 与此前报道的结果相比^[16],SEM 和 AFM 测试结果表明,本工作中的 SiC 薄膜表面没有明显的岛状结构物质,薄膜生长遵循二维层状生长模式. 此外,实验中我们还发现,对于较低生长温度和较大反应源气体流量下制备的 SiC 样品,薄膜表面会出现多种类型的岛状形貌. 结合 TEM 测试结果发现,此时的薄膜生长呈现出 Stranski-Krastanov (SK) 生长模式,这是由于较低生长温度和较大反应源气体流量使得原子表面迁移率降低, SiC 成核受到限制,导致薄膜生长过程先是层状生长后又变为岛状生长,所以其表面形貌较差. 当本工作中提高了生长温度和降低了反应源气体流量后,扩散原子有

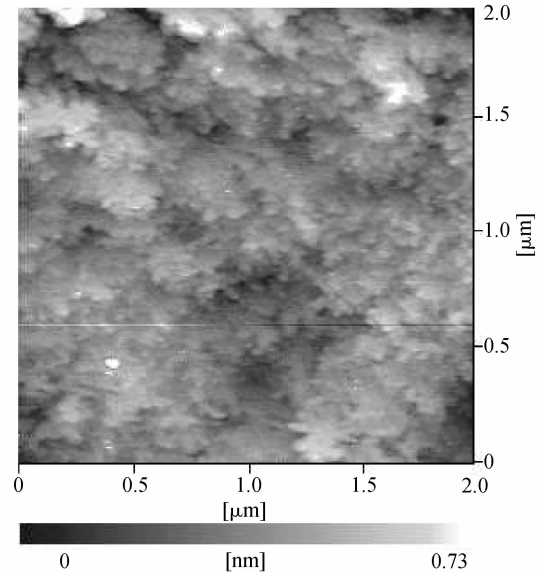


图 2 SiC 外延薄膜表面的 AFM 图

Fig.2 AFM image of the SiC epi-layer surface

着较高的能量和足够的扩散时间,它们能够较容易地扩散到远离初始位置的 SiC 成核点或岛边缘上,使得岛体积变大,岛密度减小,最终实现从 SK 模式转变为二维层状生长模式,宏观上表现为 SiC 薄膜表面平整、光滑.

图 3 为 SiC 外延薄膜的剖面 TEM 图. 图中左面浅灰色部分为 6H-SiC 衬底,中间深色部分为外延膜,右边白色区域为透射电镜制样的专用胶. 由图可知,薄膜表面平整、光滑,与前面的 SEM 结果吻合;同时可看出外延层致密均匀,外延层与衬底之间界面清晰. 测量得出外延膜厚度约为 50nm ,说明该生长工艺条件下,3C-SiC 薄膜的生长速率约为 $1\text{nm}/\text{min}$.

为了研究外延层与衬底间界面处的精细结构,对样品的界面处做了高分辨透射电镜 (HRTEM) 和 SAD 测试. 图 4 为 SiC 外延薄膜与衬底界面处的 HRTEM 图. 其中左边区域为 6H-SiC 衬底,右边区域为 SiC 外延层. 由于选用的是不带偏角的 6H-SiC 的 (0001) Si 面做外延生长面,图中明显看到衬底表面光滑、平直, C-Si 双原子

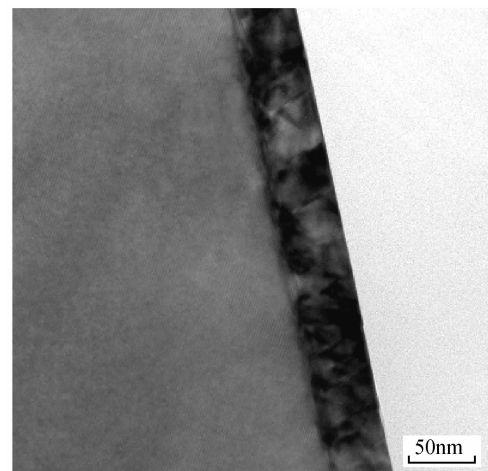


图 3 SiC 外延薄膜的剖面 TEM 图

Fig.3 Cross-section TEM image of the SiC epi-layer

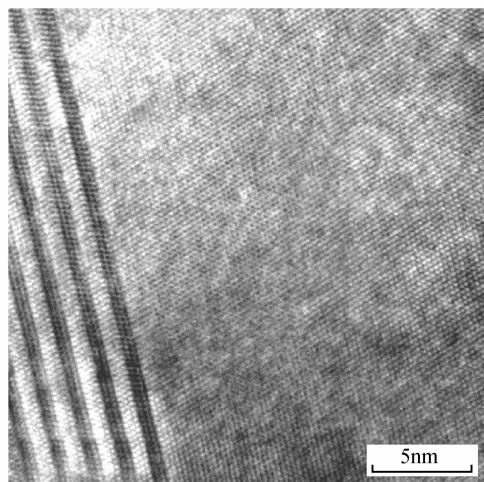


图 4 SiC 外延薄膜与衬底界面处的 HRTEM 图

Fig.4 High-resolution TEM image of the interface between the SiC epi-layer and the substrate

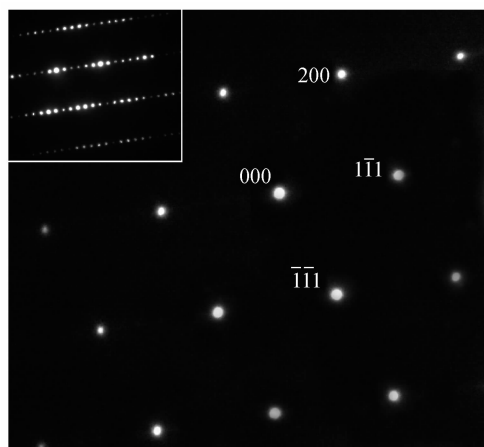


图 5 SiC 衬底和外延薄膜的 SAD 衍射花样 左上角的插图为 SiC 衬底的 SAD 结果.

Fig.5 Selected area electron diffraction pattern of the SiC epi-layer and the substrate The inset in the top left corner is the result of the SiC substrate.

层的排列方式为...ABCACB...。相比参考文献[3],由于本文采用的 6H-SiC 衬底表面没有任何因偏角引入的微台阶,因而就不能通过台阶控制生长技术来控制 SiC 外延层的晶型,以实现在 6H-SiC 衬底上的同质外延。同时再调整生长温度等工艺参数,便可抑制外延薄膜中 6H-SiC 相的出现,使其仅出现 3C-SiC 相。图中 SiC 外延层的高分辨图像显示外延层中 C-Si 双原子层的排列方式为...ABCABC...,是典型的 3C 结构。此外,还可看出外延层与衬底界面处光滑、连续;外延薄膜无异晶型,内部无明显失配位错、层错、双位边界等缺陷。

为了进一步确证 SiC 外延层的晶型^[17],我们对图 4 中的 SiC 衬底和外延薄膜分别进行了 SAD 分析。其 SAD 衍射花样如图 5 所示,其中左上角的插图为 SiC 衬底的 SAD 结果。两部分的衍射花样均是由尖锐的衍射斑点构成,说明两者都具有单晶特征。外延薄膜的衍射斑点呈平行四边形分布,由于外延薄膜只可能是两种单

晶结构(3C-SiC 和 6H-SiC)之一,因而需要经过标定分析来确定其具体的晶型。结合测试中所用仪器的相机常数,计算得到各主要斑点对应的晶面间距分别为 0.2519 和 0.2181nm,再考虑到夹角为 54.79° 和 70.78°,可推断外延层为闪锌矿结构。图 5 中还给出了一种各矢量端点对应的晶面指数的标定结果。根据标定结果可以求出其对应的晶带轴方向为[011],这和 SiC 衬底对应的晶带轴完全一致;此外还推算出 SiC 外延层的晶格常数为 0.4362nm,该结果与 3C-SiC 晶格常数标准数据 0.4359nm 吻合得很好。

4 结论

本文研究了低压 HWCVD 法在 6H-SiC 衬底(0001)Si 面上生长的 SiC 薄膜的结构特性。SEM 和 AFM 测试显示样品表面形貌较好,薄膜生长模式为二维层状生长模式;剖面 TEM 测试表明薄膜厚度为 50nm,外延层与衬底间界面清晰,无明显的晶格缺陷;高分辨率 TEM 测试和 SAD 标定结果表明外延层的晶体结构为 3C-SiC,晶格常数为 0.4362nm。

参考文献

- [1] Choyke W J, Matsunami H, Pensl G. Silicon carbide recent major advances. Berlin: Springer, 2004
- [2] Chen Zhiming, Wang Jiannong. Material physics fundamentals of semiconductor devices. Beijing: Science Press, 2003 (in Chinese) [陈治明, 王建农. 半导体器件的材料物理学基础. 北京: 科学出版社, 2003]
- [3] Matsunami H, Kimoto T. Step-controlled epitaxial growth of SiC: high quality homoepitaxy. Mater Sci Eng, 1997, R20:125
- [4] Nishino S, Powell J A, Will H A. Production of large-area single-crystal wafers of cubic SiC for semiconductor devices. Appl Phys Lett, 1983, 42(5):460
- [5] Pirouz P, Chorey C M, Powell J A. Antiphase boundaries in epitaxially grown β -SiC. Appl Phys Lett, 1987, 50(4):221
- [6] Ishida Y, Takahashi T, Okumura H, et al. Investigation of antiphase domain annihilation mechanism in 3C-SiC on Si substrates. J Appl Phys, 2003, 94(7):4676
- [7] Kusumori T, Muto H, Okada M, et al. Reduction in double-positioning boundaries in 3C-SiC epitaxial films fabricated on Si (111) substrates. Thin Solid Films, 2006, 513:307
- [8] Kitabatake M. SiC/Si heteroepitaxial growth. Thin Solid Films, 2000, 369:257
- [9] Hernandez M J, Ferro G, Chassagne T, et al. Study of surface defects on 3C-SiC films grown on Si(111) by CVD. J Cryst Growth, 2003, 253:95
- [10] Nagasawa H, Yagi K, Kawahara T. 3C-SiC hetero-epitaxial growth on undulant Si(001) substrate. J Cryst Growth, 2002, 237~239:1244
- [11] Li Jiaye, Zhao Yongmei, Liu Xingfang, et al. Uniformity investigation in 3C-SiC epitaxial layers grown on Si substrates by horizontal hot-wall CVD. Chinese Journal of Semiconductors, 2007, 28(1):1
- [12] Powell J A, Matus L G, Choyke W J, et al. Growth of improved quality 3C-SiC films on 6H-SiC substrates. Appl Phys Lett, 1990, 56(14):353
- [13] Chaudhuri J, Ignatiev K, Edgar J H, et al. Low temperature chemical vapor deposition of 3C-SiC on 6H-SiC high resolution X-ray

- diffractometry and synchrotron X-ray topography study. *Mater Sci Eng B*, 2000, 76: 217
- [14] Soueidan M, Ferro G, Nsouli B, et al. Effect of growth parameters on the heteroepitaxy of 3C-SiC on 6H-SiC substrate by chemical vapor deposition. *Mater Sci Eng B*, 2006, 130: 66
- [15] Soueidan M, Ferro G, Dazord J, et al. Surface preparation of α -SiC for the epitaxial growth of 3C-SiC. *J Cryst Growth*, 2005, 275: 1011
- [16] Li Lianbi, Chen Zhiming, Lin Tao, et al. Island-growth of SiCGe films on SiC. *Chin Phys*, 2007, 16(11): 3470
- [17] Heimann D, Wagner T, Bill J, et al. Epitaxial growth of β -SiC thin films on a 6H-SiC substrate using the chemical solution deposition method. *J Mater Res*, 1997, 12(11): 3099

A Structural Investigation of 3C-SiC Film Hetero-Epitaxial Grown on 6H-SiC Substrate *

Lin Tao[†], Li Qingmin, Li Lianbi, Yang Ying, and Chen Zhiming

(Department of Electronic Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

Abstract: 3C-SiC film was hetero-epitaxial grown on 6H-SiC substrate by the low temperature hot wall chemical vapor deposition method at 1250°C, using SiH₄ and C₃H₈ as gas sources. Results of scanning electron microscopy and atomic force microscopy show that the sample's surface is smooth without a visible island structure. The image of the cross-section transmission electron microscopy shows that the compact and uniform SiC epi-layer has a flat interface, and its thickness is about 50nm. High-resolution transmission electron microscopy shows that the substrate and epi-layer are well-arranged 6H-SiC and 3C-SiC structures, respectively, with a smooth transition and no polytype in the junction. The selected area electron diffraction pattern also shows that the epi-layer is 3C-SiC film with a zinc blende structure, and the calculated lattice constant is 0.4362nm.

Key words: SiC; chemical vapour deposition; hetero-epitaxial; transmission electron microscopy

PACC: 8115H; 7360F; 6150J

Article ID: 0253-4177(2008)05-0936-04

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 60576044), the Specialized Research Fund for the Doctoral Program of Higher Education of China (No. 20040700001), and the China Postdoctoral Science Foundation (No. 20070411137)

[†] Corresponding author. Email: llttlntao@163.com

Received 29 December 2007, revised manuscript received 20 January 2008

©2008 Chinese Institute of Electronics