

Si 衬底上 SiC 薄膜的快速生长

李家业[†] 赵永梅 刘兴昉 孙国胜 王 雷 赵万顺 罗木昌 曾一平 李晋闽

(中国科学院半导体研究所, 北京 100083)

摘要: 用垂直式低压化学气相沉积(LPCVD)系统,在(111)和(100)Si衬底上快速外延生长了SiC.用Nomarski光学显微镜和X射线衍射(XRD)分析了SiC外延膜.探讨了生长速度与反应气体流量的关系,HCl在反应过程中的作用机理,以及在快速生长条件下外延膜的结晶和取向关系.

关键词: 3C-SiC; 快速生长; XRD

PACC: 6855; 8115

中图分类号: TN304.2⁺4

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2007)S0-0218-03

1 引言

碳化硅(SiC)属于第三代宽禁带(2.2~3.3eV)半导体,具有耐高温、耐化学腐蚀、耐强辐射、高热导率、高临界击穿电场、高电子饱和漂移速率等性质,这些特性使其在高温、高频、大功率器件方面具有巨大的应用潜力.随着SiC外延技术的不断进步,SiC外延膜质量不断提高,促进了SiC在器件方面的发展.对于大功率器件,要求器件有一个厚的、低缺陷密度的有源层,能够承受几千伏的电压或上百安(有时甚至上千安)的电流.因此,SiC厚膜外延技术成为制作大功率器件的关键技术.在低的外延速率下生长厚膜,不仅增加了生长时间,也增加了生长过程中的损耗^[1].现在,如何提高SiC外延膜的生长速率已经引起了世界上各研究小组的广泛关注.

目前,化学气相沉积(CVD)由于工艺简单、易于改善外延膜的均匀性,已经成为外延SiC普遍采用的技术^[2].CVD使用的源气体为硅烷(SiH₄)和丙烷(C₃H₈)或者硅烷(SiH₄)和乙烯(C₂H₄),载气是H₂.为了提高生长速率,需要加大源气体的流量.由于SiH₄流量的增加,气相中的Si成核,并且沉积在外延表面上,可能导致台阶的出现,3D岛状生长,甚至出现Si的沉淀物(如Si滴),使外延层表面形貌变差,破坏外延层的质量^[3].本实验采用垂直低压化学气相沉积(vertical low-pressure CVD)法在Si衬底上快速外延SiC膜,为了抑制气相中Si的成核,引入了氯化氢(HCl)气体.还探讨了SiC膜的快速生长工艺,为后面进行的SiC衬底上同质快速外延做准备.

2 实验

本实验采用的是垂直式LPCVD系统.衬底是50mm的(100)或(111)Si衬底.SiH₄和C₃H₈作为源气体,H₂作为载气.实验使用RF加热,生长温度为1300℃,生长室的压力为5333Pa,反应时间为1h.H₂的流量固定为3slm,SiH₄和C₃H₈的流量分别为3~30sccm,6~90sccm.SiC外延采用两步生长法^[4],即SiC衬底的碳化与SiC的外延生长两个步骤.首先对SiC衬底表面进行除氧,除氧温度为1100℃,时间为5min.除氧结束后降温至室温,通入C₃H₈,再升温至1300℃进行碳化,碳化时间为1min.碳化后不降温,通入SiH₄和HCl进行外延生长.生长结束后,在氢气氛围下降至室温.表1列出了各样品生长时的具体的工艺参数.

表1 各样品生长时工艺参数
Table 1 Growth conditions of samples

样品号	Si衬底	SiH ₄ /sccm	C ₃ H ₈ /sccm	HCl/sccm	生长时间/h
1	(100)	3	6	4	3
2	(100)	4	10	4	1
3	(111)	5	10	4	1
4	(111)	10	20	4	1
5	(100)	15	45	6	1
6	(100)	30	90	6	1/6

利用Nomarski光学显微镜对外延层的表面形貌进行了观察.用HNO₃和HF的混合液对外延膜进行腐蚀,并观察腐蚀后的表面形貌.用Nikon数字光学显微镜对外延层的断面进行了分析,并对外延层的厚度进行了测量,得到外延膜的生长速度.对外延层的结晶性用X射线衍射(XRD)进行了分析.

[†] 通信作者. Email: jyli501@red.semi.ac.cn

2006-11-30收到,2006-12-09定稿

3 结果与讨论

图 1 给出了外延 SiC 膜的表面形貌. 从图中可以看出, 快速外延得到的 SiC 膜表面比较平整, 但是局部有一些小丘状缺陷. 用 HNO₃ 和 HF 配成的腐蚀液对样品进行腐蚀, 发现大部分的小丘状缺陷很快被腐蚀掉, 留下一个个腐蚀坑. 可以推断, 小丘状的缺陷是 Si 滴. 这是由于在生长过程中, SiH₄ 的流量过大, 造成气相中的 Si 成核, 并沉积到外延层中.

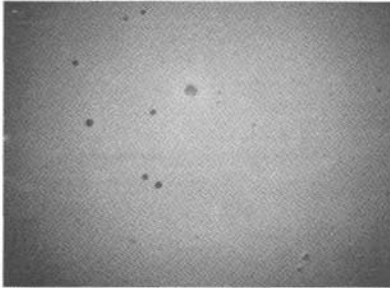


图 1 SiC 的表面形貌图

Fig. 1 Nomarski micrograph of epitaxial SiC

图 2 给出了生长速率与 SiH₄ 流量的关系. 随着 SiH₄ 流量的增加, 生长速率提高; 进一步增加 SiH₄ 的流量, 生长速率增加的速度变慢. 当 SiH₄ 流量为 30sccm, C₃H₈ 流量为 90sccm, HCl 流量为 6sccm 时, 生长速率最高, 达到 24μm/h. 为了抑制气相中 Si 的成核, 在反应开始时, 就通入了 HCl 气体. 对于 HCl 在反应过程中的作用机理, 有两种看法: (1) HCl 把气相中 Si 的团簇分解成为对外延生长有利的含 Si 的相, 如: SiCl₂ 等, 加快了 SiC 的外延; (2) HCl 优先刻蚀生长面上结晶质量差的区域, 而对结晶质量好的区域刻蚀速率较慢, 最终得到质量良好的外延膜^[3]. 从机理上可以看出, 如果机理 (2) 在反

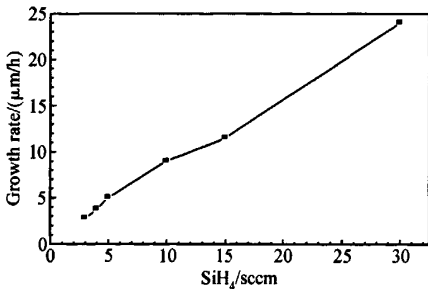


图 2 生长速率与 SiH₄ 流量的关系

Fig. 2 Dependence of silane flow rate versus growth rate

应中占主要地位, 那么外延速率随着 HCl 流量的增加会降低. 为了探讨究竟是哪种机理在反应中起主要作用, 我们进行了如下实验. 在样品 2 的工艺条件基础上, 固定其他工艺参数, 仅改变 HCl 的流量为 2 和 0sccm, 结果测得相应外延速率为 4 和 4.3μm/h. 该结果说明, 在本系统中, 机理 (2) 在反应过程中起主要作用. 当进一步增加 SiH₄ 的流量, 提高生长速率时, 由于晶格常数失配 (20%) 和热膨胀系数失配 (8%) 较大, 外延膜中有较大的应力存在, 导致整个样品在生长过程中发生翘曲, 甚至断裂. 如何解决应力问题, 将在后续工作中进行.

图 3 给出了样品 4 的 XRD 图谱. 样品 4 是生长在 Si (111) 衬底. 在 XRD 谱中, 在 2θ = 35.6° 处出现了强的 SiC (111) 面的特征衍射谱线, 其半高宽 (FWHM) 为 0.73°. 在其他位置没有出现别的 SiC 面的谱线. 说明 SiC 外延膜是沿 <111> 方向优先取向, 与衬底的取向一致, 并且是单晶结构.

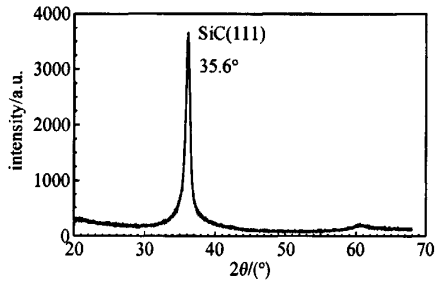


图 3 样品 4 的 XRD 图谱

Fig. 3 XRD pattern of sample 4

图 4 给出了样品 6 的 XRD 图谱. 样品 6 是生长在 Si(100) 衬底. 在图中也可以明显看到 Si 衬底的 (400) 峰. 由于生长时间短, 外延膜比较薄, Si 衬底的衍射峰对外延膜的衍射峰影响比较大, 在图中可以看到 Si 衬底的 (220), (311) 等峰. 但是, 在图上 2θ = 35.6° 位置显示出了 SiC 的 (111) 峰, 而在 2θ = 41.4° 位置没有出现 SiC 的 (200) 峰. 说明该样品上的 SiC 外延膜是沿 <111> 择优取向的, 与衬底的取向不一致. 在以前进行的非快速生长实验中, 外延膜的择优取向方向都是与衬底的一致^[4], 而在快速生长条件下发生了变化. 其原因可以用台阶控制外延来解释^[5]. 虽然 Si 衬底是正晶面的, 但是仍有一定的错切割角, 使得衬底表面存在一定数量的台阶, 在生长速率比较慢的条件下, 沉积到衬底表面台面处的原子有足够的时间扩散到台阶处, 使得外延膜的结构继承了衬底的结构, 在 XRD 图中表现为外延膜与衬底的取向一致, 即在这种生长条件下, 是台阶控制的外延生长; 而在快速生长条件下, 气相中的原子

沉积到衬底表面台面处间隔的时间比较短,原子来不及扩散到台阶处,只能在台面上成核进行生长,由于 SiC(111)面的表面能最低^[6],首先形成了(111)面,于是在 XRD 图上就看到了 SiC 的(111)峰.

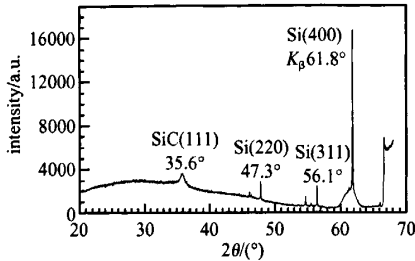


图 4 样品 6 的 XRD 图谱
Fig. 4 XRD pattern of sample 6

4 结论

用垂直式 LPCVD 系统,在 Si(111)和(100)衬底上进行了 SiC 的快速外延生长.用 Nomarski 光学显微镜对表面形貌进行了观察,发现 SiC 外延膜的表面比较平整,局部区域有 Si 滴的出现,说明添

加的 HCl 有效地抑制了气相中 Si 滴的成核.随着 SiH₄ 流量的增加,SiC 外延膜生长速率提高,并且基本上呈线性变化趋势.XRD 图谱显示在快速生长条件下,SiC 外延膜不再沿衬底择优取向,生长时首先形成表面能最低的面,即(111)晶面.

参考文献

- [1] Masahara K, Takahashi T, Kushibe M, et al. High-rate epitaxial growth of 4H-SiC using a vertical-type, quasi-hot-wall CVD reactor. *Materials Science Forum*, 2002, 389~393, 179
- [2] Myers R L, Shishkin Y, Kordina O, et al. High growth rates (>30 $\mu\text{m}/\text{h}$) of 4H-SiC epitaxial layers using a horizontal hot-wall CVD reactor. *J Cryst Growth*, 2005, 285, 486
- [3] Myers R, Kordina O, Shishkin Z, et al. Increased growth rate in a SiC CVD reactor using HCl as a growth additive. *Materials Science Forum*, 2005, 483~485, 73
- [4] Sun Guosheng, Wang Lei, Luo Muchang, et al. Improved epitaxy of 3C-SiC layers on Si(100) by new CVD/LPCVD system. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2002, 23(8): 81
- [5] Kimoto T, Nishino H, Yoo W S, et al. Growth mechanism of 6H-SiC in step-controlled epitaxy. *J Appl Phys*, 1993, 73(2): 726
- [6] Schmitt J, Troffer T, Christiansen K, et al. Formation of pyramidal pits at the interface of 3C-SiC and Si(001) substrates grown by gas source MBE. *Materials Science Forum*, 1998, 264~268, 247

Fast Epitaxy of 3C-SiC Grown on Si Substrate

Li Jiaye[†], Zhao Yongmei, Liu Xingfang, Sun Guosheng, Wang Lei, Zhao Wanshun,
Luo Muchang, Zeng Yiping, and Li Jinmin

(*Novel Semiconductor Material Laboratory, Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083, China*)

Abstract: Fast epitaxy of 3C-SiC grown on substrate Si(100) and Si(111) was carried out by using the vertical low-pressure CVD system. SiC epilayers were characterized by Nomarski microscope and X-ray diffraction. The correlation between growth rate of 3C-SiC and the flow rate of precursors, mechanism of HCl in growth process, and crystallinity and orientation of 3C-SiC epilayers were investigated and discussed.

Key words: 3C-SiC; fast epitaxy; X-ray diffraction

PACC: 6855; 8115

Article ID: 0253-4177(2007)S0-0218-03

[†] Corresponding author. Email: jyli501@red.semi.ac.cn

Received 30 November 2006, revised manuscript received 9 December 2006