

偏晶向(0001)Si-面衬底上 4H-SiC 的 LPCVD 外延生长

王 雷 孙国胜 高 欣 赵万顺 张永兴 曾一平 李晋闽

(中国科学院半导体研究所, 北京 100083)

摘要: 化学气相沉积(CVD)是微电子器件用 SiC 外延材料的主要生长技术. 为了获得高质量的 4H-SiC 外延材料, 在偏向 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向 8° 的 4H-SiC(0001)Si-面衬底上, 利用台阶控制生长技术进行 4H-SiC 的同质外延生长. 表面形貌是 SiC 外延材料质量好坏的一个重要参数, 为此研究了表面形貌与工艺参数的关系, 探讨了 4H-SiC 外延膜的表面缺陷形成原因. 利用 Raman 散射技术研究了非均匀 4H-SiC 外延材料的多晶型现象.

关键词: SiC; 化学气相沉积; 外延生长

PACC: 8160C; 6855; 0730

中图分类号: TN304.2⁺3

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2005)S0-0113-04

1 引言

SiC 作为宽禁带半导体, 在高温、大功率方面的巨大应用前景, 日益受到人们的关注. SiC 是一种典型的一维多晶型体(polytypes)半导体, 由 Si 原子层和 C 原子层组成的双原子层按照不同的序列堆垛而成, 最常见的几种 SiC 多晶型体是立方密排的 3C-SiC、六方密排的 6H-SiC 和 4H-SiC, 它们的禁带宽度分别为 2.39, 3.03 和 3.26 eV. SiC 器件的制造主要采用 6H-SiC 和 4H-SiC 同质外延材料, 其中 4H-SiC 具有最高的体迁移率、较小的各向异性, 更适合于功率 SiC 器件的制作. 偏晶向衬底上 SiC 的外延生长是由 Matsunami 等人^[1]首先提出的, 并建立了“台阶控制外延生长”模型, 这一生长技术是 SiC 最常用的外延方法, 其主要特点是外延层继承了衬底的晶型. 因此, 外延层与衬底具有完全相同的晶体结构, 这有利于外延层材料的晶型控制.

我们已报道了 6H-SiC 和 4H-SiC 衬底上 SiC 的同质外延生长^[2,3]. 本文主要报道有关 LPCVD 方法在偏晶向 4H-SiC 衬底上进行同质外延生长的表面形貌控制技术.

2 实验

偏晶向衬底上 4H-SiC 的同质外延生长是在自制的高温 SiC LPCVD 系统上进行的, 衬底材料是美国 Cree 研究公司生产的偏向 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向 8° 的 4H-SiC(0001)Si-面 n^+ 型衬底, 衬底的载流子浓度为 $5 \times 10^{18}/\text{cm}^3$, 面积为 $10\text{mm} \times 10\text{mm}$, (0001)Si-面单面抛光. 衬底的处理程序是: 依次在三氯乙烯、丙酮、无水乙醇中煮沸 10~15min, 用去离子水清洗并煮沸 10min. 在 $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_3\text{PO}_3 = 3 : 1$ 的溶液中加热 10min, 20min 后放入去离子水中清洗, 在装入反应室之前, 用 5% 的 HF 溶液除去表面的氧化层. 反应气体为 SiH_4 , C_2H_4 和 H_2 , 最佳流量分别为 0.5, 0.5~1 和 3000 sccm. n -型掺杂采用 NH_3 气体, 流量为 0.01~0.16 sccm, 生长温度控制在 1500°C , 在生长过程中压力维持在 $2.7 \times 10^3 \sim 5.3 \times 10^3 \text{ Pa}$, 生长时间为 1~15h. 用 Nomarski 光学显微镜、原子力显微镜(AFM)、X 射线衍射(XRD)、Raman 散射、低温光致发光(LTPL)、SIMS 等方法研究了 4H-SiC 外延材料的表面形貌、结构特性、光学特性以及故意掺杂控制等.

3 结果与讨论

3.1 偏晶向外延生长

对于 4H-SiC 偏晶向衬底, 表面形成了 $[0001]$ 方向的平台和 $[11\bar{2}0]$ 方向的台阶, 如图 1 所示. 根据偏晶向衬底上 SiC 的“台阶控制生长”模型, 如果原子在表面上的迁移长度大于平台长度, 或者生长表面的台阶密度足够高, 在平台上很少发生二维成核, 晶体生长大多发生在台阶拐角处(如图 1 中黑圆点所示), 箭头所指方向为 4H-SiC 台阶流动方向. 此时 4H-SiC 外延层继承了衬底的原子堆垛序列, 因此与衬底具有完全相同的结构特征.

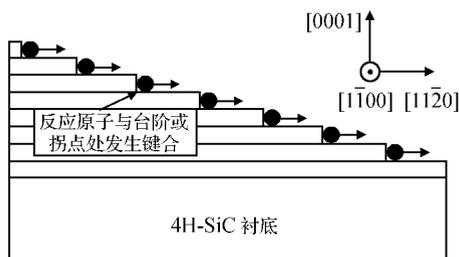


图 1 偏向 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向的 4H-SiC(0001) Si 面衬底上台阶结构与“台阶控制生长”

Fig. 1 Schematic diagram of step configurations on off-oriented 4H-SiC(0001) Si face towards $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ substrates and “step controlled epitaxy”

实验发现气相中 C/Si 原子比率对 4H-SiC 的表面形貌有比较大的影响, 为此, 在 C/Si 比率为 1~6 的范围内研究了表面形貌对 C/Si 比率的依赖关系. 结果表明, 当 C/Si 原子比为 1.0~2.0 时, 整个 4H-SiC 外延片表面光亮, 除了有几个明显的缺陷之外, 没有其他特征, AFM 测试表明, 在该条件下外延生长的 4H-SiC 的表面粗糙度(RMS)为 0.59nm, 并且随着外延膜厚度的增加, 材料表面的 RMS 减小, 当外延生长时间达到 15h 时, 表面粗糙度降低到 0.33nm.

3.2 Si 滴

在一定的生长条件下, 在原生长的 4H-SiC 表面上观察到了 Si 滴, 图 2 给出了有 Si 滴的 4H-SiC 外延材料的 Nomarski 光学显微图像. 在优化 C/Si 比率(1.0~2.0)下, 生长的 4H-SiC 表面没有 Si 滴, 表面质量高. 实验表明 SiC 的生长速率随 SiH_4 流量

的增加而线性增大, 说明 Si 原子或原子团是支配生长速率的关键因素. Si 的出现表明生长气氛中出现了过剩的 Si. Si 滴并不是出现在整个外延片上, 如果出现, 一般出现在气流的下游边缘附近. 这个结果可以作如下解释, 当反应气体到达衬底的上游边缘时, 气相中的 C/Si 原子比率是已设计的数值, 由于 C_2H_4 的裂解温度低于 SiH_4 , 所以两者在高温下的裂解比例随着反应气体在样品表面上的流动距离而发生变化, 如果事先设计的反应气体中 C/Si 原子比率不合适, 当混合气体到达样品的下游边缘时, 可能会出现严重的富 Si 现象, 这说明了 Si 滴出现的条件. 另一方面, 由于 Si 的晶格常数大于 SiC, 因而, 当出现上述条件时, Si 原子发生聚集而形成 Si 滴.

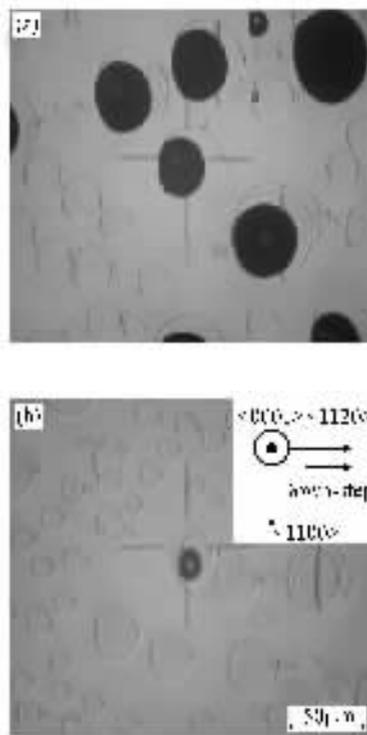


图 2 4H-SiC 外延材料表面上 Si 滴的 Nomarski 光学显微图像

Fig. 2 Nomarski micrographs of Si droplets on 4H-SiC epilayers

3.3 表面缺陷

在优化条件下生长的 4H-SiC 表面比较光亮, 基本无特征. 用光学显微镜观察时, 有孤立的表面缺陷存在, 如三角形缺陷和凹槽缺陷等. 图 3 给出了用 Nomarski 光学显微镜观察到的 4H-SiC 外延材料表面上的三角形缺陷和凹槽缺陷. 对于图 3(a)所示的三角形缺陷, 底边与气流方向(从左至右)垂直, 且

三角形比较大,高度大约有 $10\mu\text{m}$,顶角处有一个明显的缺陷,由于该缺陷是一个很深的坑洞(微管),因此,我们认为三角形缺陷来自于衬底缺陷.另一种缺陷是凹槽,如图 3(b)所示.这种缺陷不经常出现,却聚集在样品表面某一个位置,分布很不均匀,因此认为这种缺陷与衬底表面缺陷相联系,如衬底抛光时留下的划痕等.

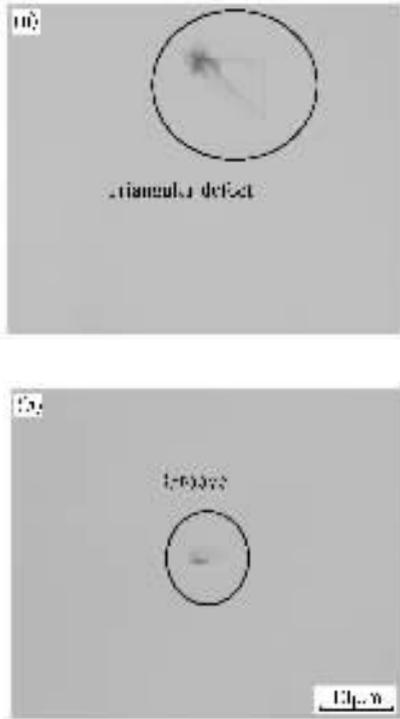


图 3 用 Nomarski 光学显微镜观察到的 4H-SiC 外延材料表面三角形缺陷(a)和凹槽缺陷(b)

Fig. 3 Nomarski optical images of the surface morphology of a 4H-SiC epilayer with isolated morphological defects (a) Triangular defect; (b) Groove defect

3.4 3C-SiC 囊括物的观察

当外延生长条件不合适时,在原生长 4H-SiC 的表面出现两个不同的区域,在靠近气流上游端的区域内,表面十分粗糙,如图 4(a)给出的 A 区的 Nomarski 光学显微图像,在其他区域内,表面比较光亮.在这两个区域,我们测量了它们的微区 Raman 散射光谱,如图 4(b)所示.为了更好地进行比较,图 4(b)中还给出了 3C-SiC 自由膜的 Raman 散射光谱.对于 A 区,从 Raman 光谱的 LO 模可以看出,除了 965cm^{-1} 峰,还有一个峰位于 972cm^{-1} ,而 B 区的 LO 模只有 965cm^{-1} 峰,而 972cm^{-1} 峰正是 3C-SiC 的 LO 模,这个结果说明 A 区中含有 3C-SiC 囊括物,而 B 区则是单一的 4H-SiC 晶型.另外, A

区 Raman 谱中 797cm^{-1} 峰的强度明显大于 B 区,这也说明 A 区的缺陷密度或晶格无序度大,从而导致表面粗糙.

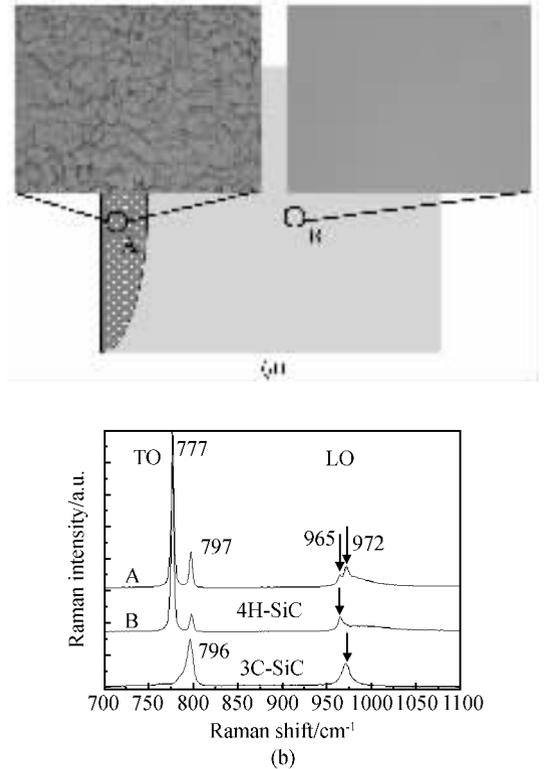


图 4 (a)4H-SiC 外延材料 A 和 B 区的 Nomarski 光学显微图像; (b)图 4(a)中 A 和 B 区的微区 Raman 散射谱以及 3C-SiC 自由膜的 Raman 光谱

Fig. 4 (a) Nomarski micrographs of 4H-SiC epilayer on sites A and B; (b) Raman scattering patterns of sites A and B on 4H-SiC and freestanding 3C-SiC

4 结论

用低压化学沉积方法在偏向 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向 8° 的 4H-SiC(0001)Si-面衬底上进行了 4H-SiC 的同质外延生长,研究了表面形貌与工艺参数的关系,获得了制备高质量 4H-SiC 外延材料的最佳工艺参数,探讨了 4H-SiC 外延膜的表面形貌及缺陷形成原因,实验表明 Raman 散射测试技术是无损伤研究 4H-SiC 外延材料质量的最佳检测技术.

参考文献

- [1] 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

- [2] Li J M, Sun G S, Zhu S R, et al. Homoepitaxial growth and device characteristics of SiC on Si-face (0001) 6H-SiC. *J Cryst Growth*, 2001, 227/228: 816
- [3] Sun Guosheng, Gao Xin, Zhang Yongxing, et al. Homoepitaxial growth and characterization of 4H-SiC epilayers by low-pressure hot-wall chemical vapor deposition. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2004, 25(12): 1549

LPCVD Homoepitaxial Growth on Off-Axis Si-Face 4H-SiC(0001) Substrates

Wang Lei, Sun Guosheng, Gao Xin, Zhao Wanshun, Zhang Yongxing, Zeng Yiping, and Li Jinmin

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

Abstract: Chemical vapor deposition (CVD) is the primary technique for the growth of SiC materials used to fabricate micro-electronic devices. In order to obtain high quality 4H-SiC epilayers, homoepitaxial growth is performed on 8° off-axis toward $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 4H-SiC(0001) Si-faced substrates, utilizing an idea of step-controlled epitaxial growth. Since surface morphology is an important parameter determining material quality, the relation between surface morphology and growth parameters, as well as the reasons of defect formation, is explored. Polytypies of nonuniform SiC epilayers is investigated using Raman scattering.

Key words: SiC; CVD; epitaxy

PACC: 8160C; 6855; 0730

Article ID: 0253-4177(2005)S0-0113-04