

Si 衬底上外延 3C-SiC 薄层的 XPS 分析^{*}

雷天民 陈治明 余明斌 马剑平

(西安理工大学 西安 710048)

胡宝宏 王建农

(香港科技大学 香港 九龙 清水湾)

摘要 采用 HFCVD 技术, 通过两步 CVD 生长法, 以较低生长温度, 在 Si(111) 和 Si(100) 衬底上同时外延生长 3C-SiC 获得成功。生长源气为 CH₄+ SiH₄+ H₂ 混合气体, 热丝温度约为 2000℃, 碳化和生长时基座温度分别为 950℃ 和 920℃, 用 X 射线衍射(XRD) 和 X 射线光电子能谱(XPS) 等分析手段研究了外延层的晶体结构、组分及化学键能随深度的变化。XRD 结果显示出 3C-SiC 薄层的外延生长特征, XPS 深度剖面图谱表明薄层中的组分主要为 Si 和 C, 且 Si/C 原子比符合 SiC 的理想化学计量比, 其三维能谱曲线进一步证明了外延层中 Si2p 和与 Cls 成键形成具有闪锌矿结构的 3C-SiC。

关键词: XPS, 3C-SiC, 外延

EEACC: 5020, 2520F

文章编号: 0253-4177(2000)03-0303-05

X-Ray Photoelectron Spectroscopy Study of 3C-SiC Thin Films Grown on Si Substrates^{*}

LEI Tian-min, CHEN Zhi-ming, YU Ming-bin and MA Jian-ping

(Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

HU Bao-hong and WANG Jian-nong

(The Hong Kong University of Science & Technology, Clear Water Bay, Kowloon, Hong Kong)

Received 2 October 1998, revised manuscript received 21 November 1998

Abstract 3C-SiC epilayers have been grown on Si (111) and (100) substrates simultaneously at

* 国家自然科学基金资助项目(批准号: 69876030) [Project Supported by National Natural Science Foundation of China Under Grant No. 69876030].

雷天民 男, 1958 年出生, 副教授, 在职博士生, 主要从事半导体材料方面的研究工作。

陈治明 男, 1945 年出生, 教授, 博士生导师, 主要从事半导体材料与器件方面的研究工作。

1998-10-02 收到, 1998-11-21 定稿

temperature lower than 1000°C by HFCVD method using SiH₄+ CH₄+ H₂ source gasses. The thin films were characterized by X-ray diffraction (XRD) and X-ray photoelectron Spectroscopy (XPS) etc. XRD results reveal the epitaxial growth feature of 3C-SiC on Si substrates. XPS depth profile indicated that the compositions of the epilayer were Si and C, and the Si/C atomic ratio to be stoichiometric. The 3D XPS further showed that Si-C bonds were formed in the epilayer.

Key Words: XPS, 3C-SiC, Epitaxy

EEACC: 5020, 2520F

Article ID: 0253-4177(2000)03-0303-05

1 引言

随着半导体器件设计理论与制造技术的发展, 硅器件的工作性能愈来愈趋近于由其材料特性决定的理论极限。碳化硅以其杰出的物理和电学性能, 作为一种宽禁带、高热导率和高临界击穿电场等的新型半导体材料重新受到重视^[1,2]。其中, 在众多SiC多型体中惟一具有立方晶体结构且电子迁移率最高的3C-SiC(又称 β -SiC), 以其适于被用来制作高温、高频、大功率器件且能在同属立方晶系的Si衬底上外延生长等优势, 更受到关注^[3~5]。

本文报道了我们采用HFCVD技术, 以较低的碳化和生长温度, 同时在Si(111)和Si(100)衬底上外延生长3C-SiC的工作。并用XRD、XPS等分析手段研究了外延层的晶体结构、组分及化学键能等性质。

2 实验

采用HFCVD技术在Si衬底上外延生长3C-SiC的实验装置已在文献[6]中描述。为了提高衬底表面热场分布的均匀性, 我们在钼基座表面设置了一个深度为3mm的长方形槽, 衬底可以置于其中。衬底为Si(111)和(100)抛光晶片, 经过严格清洁处理后置于反应室。用机械泵、分子泵对系统抽真空, 当压强达 2×10^{-3} Pa后, 通入氢气, 在氢气保护下对衬底加热至1000~1200°C并维持5~10min, 以对衬底表面作进一步的清洁处理。随后降低衬底温度至室温并通入CH₄(100%, 1sccm)和H₂(40sccm)混合气体, 待流量及反应室压强稳定后再快速升温至碳化温度, 并维持2min, 对Si衬底表面进行碳化处理, 然后稍降低衬底温度(约30~50°C)并通入SiH₄(10%, 5sccm)进行外延生长, 反应室压强为 4.0×10^2 Pa。

为了研究外延薄层的性能, 用XRD(Cu靶K α 线40kV 40mA)对样品进行了晶体结构分析, 用XPS(AI mono 350.0W 0.0μ 45.0° 187.85eV)测量了样品的组分及化学键能随深度的变化。

3 结果与讨论

图1为在相同条件下, 同时在Si(111)和Si(100)衬底上制备的两个样品的X射线衍射谱。作为对比, 图中同时给出了Si(111)和Si(100)衬底的XRD结果。从图谱(a)中可以看出, 样品有两个衍射峰, 分别位于 $2\theta=28.4^\circ$ 和 $2\theta=35.6^\circ$ 处, 可以看出, 28.4° 处的衍射峰源于Si(111)衬底, 而位于 35.6° 处的衍射峰源于外延层衍射。分析表明此峰为3C-SiC(111)衍射峰。对于图谱(b), 样品中同样有两个衍射峰, 其中一个与Si(100)衬底的Si(400)衍射峰的位置相对应, 另一衍射峰位于 $2\theta=41.5^\circ$ 处, 分析表明此峰为3C-SiC(200)衍射峰。两个样品中除了与衬底对应衍射峰外, 各有一个衍射峰且其结晶取向与衬底取向平行, 显示了薄层按衬底取向外延生长的特征。

为了研究外延层的组成以及原子组分比和化学成键状况, 我们对980228B(100)样品进行了XPS分

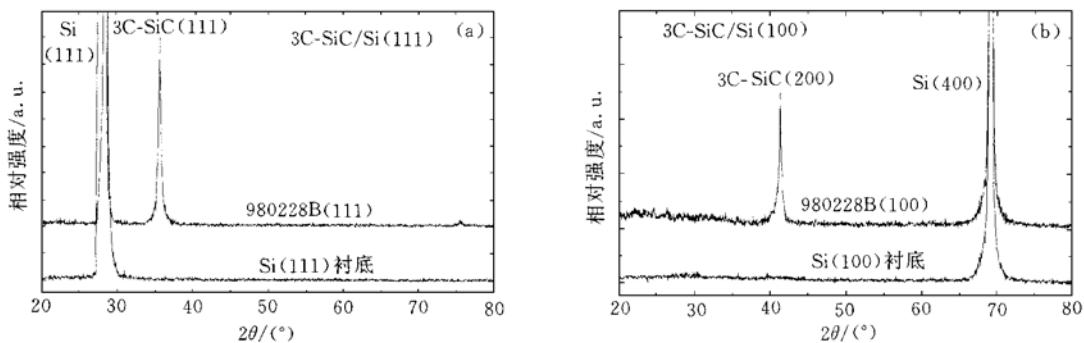


图1 实验样品的X射线衍射谱

FIG. 1 The X-ray Diffraction Spectrum of the Experimental Sample

析。图2为XPS深度剖面图谱,展示了薄层的组成及原子浓度百分比随溅射时间的变化关系。实验采用 Ar^+ 离子对样品进行溅射剥离,由于无标准SiC样品,故采用Si标定溅射剥离速率为 $2.5\text{nm}/\text{min}$,参照薄层厚度的测量结果,剥离时间设定为250min。从图谱可以看出,外延层主要由C与Si组成,另有微量的N和O,其中表面处的O含量较内层略高。表面处的O含量略高是由于样品长期暴露在空气中而被氧化所致。O含量随溅射时间的锐减表明薄层表面的氧化层很薄,从而反映了3C-SiC外延层具有较强的抗氧化性。值得注意的是,自数分钟至约200分钟的溅射时间内,3C-SiC外延层中C与Si的原子浓度都接近50%,说明外延层中的Si/C原子比符合SiC的理想化学计量比。从图谱还可以看出,溅射剥离200min后,样品中C原子浓度的百分比急剧下降至本底杂质水平,同时外延层中的Si含量迅速增加到近100%,说明样品已被溅射剥离至Si衬底。从溅射时间和溅射剥离速率可估算出变化区域的厚度约30nm,我们分析该区域为Si衬底表面所形成的碳化层。Si、C组分比的突变说明碳化效果良好。另外,可以看出外延层中的N、O本底杂质水平与Si衬底中的本底杂质水平相当,因此我们认为外延层中微量杂质的出现并非起因于薄层生长过程,而是与测量系统的噪声有关。

图3为同一样品的Si2p、C1s和O1s三维XPS能谱,这些能谱可以更直观的反映出样品中各种原子的化学成键及变化。从Si2p的XPS能谱中可以看出,该能谱随剥离时间的延续出现了三个明显不同的区域,各个区域能谱峰的位置不同,反映了其化学成键不同。表面区域的Si2p能谱峰位于102eV附近,与Si—O键能位置相对应,说明样品表面由于氧化而导致Si—O键形成。随着剥离时间增加,Si2p能谱峰右移至100.5eV附近,与Si—C键键能位置相对应,而且Si2p能谱峰固定在此位置直到剥离时间约为200min后又开始变化,再继续剥离,Si2p能谱峰右移并固定在99.3eV处,为衬底Si—Si键的位置。Si2p能谱峰的变化表明在外延层中仅有Si—C键形成。对于C1s的XPS能谱,其变化也比较明显,表面区域的C1s能谱峰由两峰组成,分别位于286eV和282.5eV附近,前者与C—O键的位置对应,后者与C—Si键的位置对应。C—O键的出现,体现了样品表面氧化的痕迹。随着剥离时间增加,与C—O键位置对应的能谱峰消失,而与C—Si键对应的C1s能谱峰固定在282.5eV附近,且同样持续到剥离时间约为200min后该峰消失,说

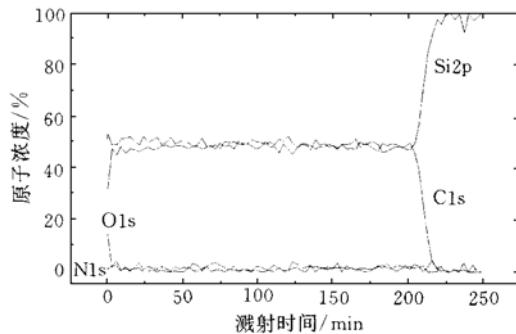


图2 980228B(100)样品的XPS深度剖面图谱

FIG. 2 XPS Depth Profile of Sample 980228B(100)

明了外延层中形成了稳定的 C—Si 键。而 O1s 能谱峰只出现在样品表面，位于 534eV 处，该峰系样品表面被氧化所致。在上述结果中，外延层的 Si2p 和 C1s 能谱峰的位置与文献[7]报道的 3C-SiC 结果一致，进一步说明了外延层中 Si2p 与 C1s 成键形成具有闪锌矿结构的 3C-SiC。

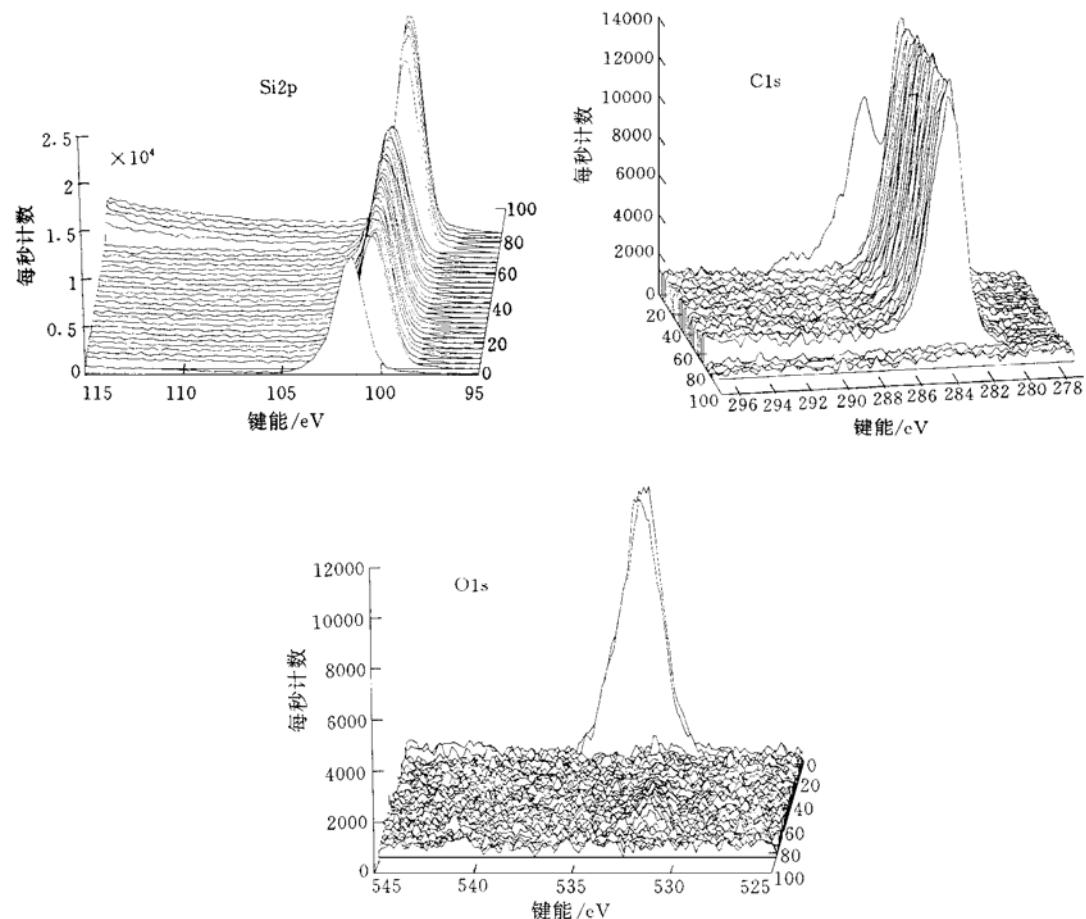


图 3 980228B(100) 样品的 XPS 能谱
FIG. 3 The XPS Spectrum of Sample 980228B(100)

4 结论

采用 HFCVD 技术，通过两步 CVD 生长法，以低于 1000°C 的较低温度，在 Si(111) 和 Si(100) 衬底上同时外延生长 3C-SiC 获得成功。XRD 结果显示出 3C-SiC 薄层的外延生长特征，XPS 深度剖面图谱表明薄层中的组分主要为 Si 和 C，且 Si/C 原子比符合 SiC 的理想化学计量比，其三维能谱曲线进一步证明了 C1s 与 Si2p 成键形成具有闪锌矿结构的 3C-SiC。

致谢 在材料检测实验中，得到香港科技大学材料测制中心的大力支持与帮助，在此深表感谢。

参 考 文 献

- [1] Jun-Dar Hwang *et al.*, J. Appl. Phys., 1995, **34**: 1447~ 1450.
- [2] R. F. Davis *et al.*, Proceeding of the IEEE, 1991, **79**: 677~ 700.
- [3] S. Yoshida *et al.*, Bull Electrotech. Lab., 1994, **58**: 3~ 9.
- [4] W. Just *et al.*, Materials and Engineering, 1992, **B11**: 317~ 319.
- [5] Yasuo Hirabayashi *et al.*, J. Cryst. Growth, 1993, **128**: 369~ 374.
- [6] 雷天民, 等, 半导体学报, 1997, **18**: 317~ 320[LEI Tianmin *et al.*, Chinese Journal of Semiconductors, 1997, **18**: 317~ 320(in Chinese)].
- [7] C. D. Stinespring *et al.*, J. Appl. Phys., 1989, **65**(4): 1733~ 1742.