

05;06

Получение и структурные исследования гетерокомпозиции на основе пористых слоев политипов SiC

© Л.М. Сорокин, Г.Н. Мосина, А.С. Трегубова, А.А. Лебедев,
Н.С. Савкина, В.Б. Шуман

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург

Поступило в Редакцию 22 июня 2004 г.

Исследовалась структура поперечных срезов гетерокомпозиции, состоящей из пористых слоев политипов карбида кремния (подложка 6H-SiC/пористый слой 6H-SiC/эпислой 3C-SiC/пористый слой 3C-SiC). Эпитаксиальные слои 3C-SiC политипа наращивались методом сублимации в вакууме на поверхности пористого слоя, полученного электрохимическим травлением подложки 6H-SiC политипа. Показано, что граница раздела эпислой 3C-SiC/пористый подслои 6H-SiC не содержит дефектного переходного слоя, а в выросшем эпитаксиальном слое 3C-SiC не выявлено дислокаций.

Известно, что карбид кремния является политипным материалом. Наиболее распространенными и изученными являются гексагональные политипы 4H-SiC и 6H-SiC. Поскольку промышленные монокристаллы карбида кремния содержат еще достаточно большое количество микропапов и дислокаций, получение на них высокого качества эпитаксиальных слоев, пригодных для приборных целей, остается весьма проблематичным.

Для современной электроники наиболее привлекательной является кубическая модификация карбида кремния (3C-SiC) благодаря высокой подвижности электронов и дырок в сравнении с другими политипами. Однако использование кубического карбида кремния для научных целей в полупроводниковой промышленности ограничено из-за отсутствия технологии выращивания этого материала в необходимом количестве и с требуемым качеством. Для различного рода исследований чаще используют монокристаллические эпитаксиальные слои 3C-SiC, выращенные либо на кремнии, либо на политипе 6H-SiC. Но в последнем случае возникают трудности получения резкой границы раздела между

политипами, что является необходимым условием получения гетеро-структур [1].

В последнее время целый ряд работ посвящен изучению оптических и электрофизических свойств пористых слоев, сформированных посредством электрохимического травления политипов 4H- и 6H-SiC. Эти слои имели повышенную фотолюминесценцию [2–5]

Если допустить, что при определенном режиме электрохимического травления может происходить удаление некоторых структурных дефектов, таких как, например, дислокации, микропапы и неоднородности состава, то возникает перспектива выращивания на такой поверхности эпитаксиального слоя с меньшим количеством дефектов, чем в подложке. Так, в [6,7] показано, что возможно получение монокристаллического эпитаксиального слоя на пористой поверхности 6H-SiC политипа. Обеднение пористого материала кремнием вблизи внутренней поверхности полостей не сказалось отрицательным образом на структуре эпитаксиального слоя — его состав отличался от стехиометрического незначительно, да и то вблизи границы раздела [8]. Кроме того, опубликовано несколько статей, касающихся структуры пористого 3C-SiC [9–11]. Однако во всех этих работах пористые слои формировались в слое 3C-SiC, выращенном на Si подложке. Сообщений об исследовании пористой структуры 3C-SiC, сформированной на SiC подложке, нами обнаружено не было. Кроме того, представляют интерес исследования структуры эпитаксиальной границы пористый 6H-SiC–эпитаксиальный слой 3C-SiC. Вблизи данной границы возможно образование микровключений политипа 3C-SiC (квантовых точек) внутри слоя 6H-SiC. Подобные структуры представляют значительный научный и практический интерес с точки зрения разработки новых оптоэлектронных приборов.

Целью работы было выращивание эпитаксиального слоя кубической модификации карбида кремния (3C-SiC) на пористой кремниевой поверхности 6H-SiC подложки с последующим его электрохимическим травлением.

Данная работа посвящена структурным исследованиям методами рентгеновской топографии и просвечивающей электронной микроскопии следующей композиции: подложка 6H-SiC (толщиной $\sim 250\mu$)/пористый слой 6H-SiC (толщиной $\sim 20\mu$)/эпитаксиальный слой 3C-SiC (толщиной 14μ)/пористый слой 3C-SiC (толщиной 7μ).

В данном эксперименте использовалась подложка Лели (6H-SiC) с низкой плотностью базисных дислокаций ($\sim 10^{-1} \text{ cm}^{-2}$), которая определялась по рентгеновским топограммам, полученным с использованием CuK_α излучения и (11 $\bar{2}$ 0) отражения в режиме прохождения.

Получение пористых слоев осуществлялось по следующей методике.

Первоначально на Si стороне подложки 6H-SiC с исходной концентрацией некомпенсированных доноров $8.5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ методом электрохимического травления в растворе $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} = 1:1:2$ в течение 15 min при плотности тока 20 mA/cm^2 был сформирован первый пористый слой. Толщина слоя, определенная на сканирующем электронном микроскопе по сколу подложки, составила $18.2 \pm 0.1 \mu\text{m}$. Гравиметрическая пористость равнялась $18.5 \pm 0.5\%$. На пористом слое методом сублимации в вакууме при температуре 1800°C и при избыточном давлении Si был выращен эпитаксиальный слой 3C-SiC. Его толщина, измеренная по интерференции, присутствующей в спектре отражения эпитаксиального слоя, составила $13.7 \pm 0.3 \mu\text{m}$. Затем эпитаксиальный слой был подвергнут электрохимическому травлению при той же плотности тока 20 mA/cm^2 , но в течение меньшего времени (5 min) для формирования второго пористого слоя.

Структурное совершенство эпитаксиального слоя оценивалось методом обратного отражения в CuK_α излучении. Анализ топограмм, полученных в отражениях (311) и (331), показал, что эпитаксиальный слой, выращенный на пористой Si поверхности 6H-SiC подложки, представляет собой структуру 3C-SiC, состоящую из двойниковых областей, разориентированных на 60° . Поэтому на рентгеновских топограммах они выявляются в противоположном контрасте (черном (B) или белом (A), рис. 1). Двойниковые области различаются по размеру, но можно выделить несколько двойников с площадью несколько квадратных миллиметров. В свою очередь двойниковые области состоят из мелких двойниковых ламелей и дефектов упаковки, типичных для эпитаксиальных 3C-SiC слоев (на данной топограмме эти дефекты видны в светлых областях). Впервые двойниковая структура эпитаксиальных слоев 3C-SiC была выявлена в [12].

Методом просвечивающей электронной микроскопии исследовались поперечные сечения (11 $\bar{2}$ 0) рассматриваемой композиции. Для получения необходимой плоскости реза (11 $\bar{2}$ 0) по отношению к гексагональной подложке гетерокомпозиция ориентировалась на рентгеновском

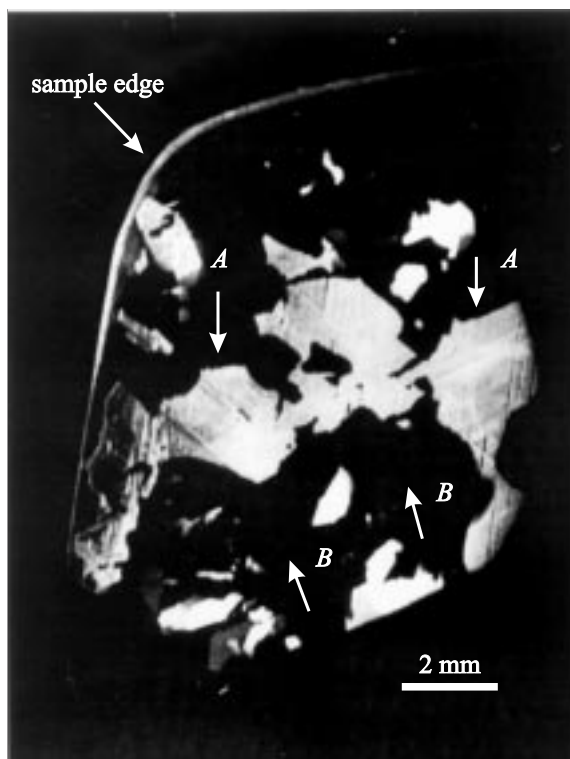


Рис. 1. Рентгеновская топограмма, полученная на отражение в асимметричном рефлексе (311) от эпитаксиального слоя 3C-SiC, выращенного на пористом слое подложки политапа (0001)6H-SiC. Светлые области (A) топограммы соответствуют участкам эпитаксиального слоя, находящимся в отражающем положении. Темные области (B) изображения — участки эпитаксиального слоя 3C-SiC, находящиеся в двойниковой ориентации по отношению к областям (A). Штриховая структура светлых областей обусловлена наличием дефектов упаковки в эпитаксиальном слое.

дифрактометре типа ДРОН-3 для определения в плоскости образца азимутального направления, вдоль которого алмазным диском осуществлялся рез. Дальнейшая подготовка образцов проводилась стандартным методом: склеивание двух срезов эпитаксиальными сторонами друг

к другу, последовательная шлифовка разными фракциями абразивного порошка до толщины 30–40 μ и утоньшение ионным пучком до образования перфорации.

Полученные результаты заключаются в следующем. Микродифракционные картины для участков поперечного среза с гексагональной и кубической структурой показывают, что, действительно, рез осуществлен по (11 $\bar{2}$ 0) плоскости гексагональной подложки. Продолжением этой плоскости в кубическом эпитаксиальном слое является (11 $\bar{2}$) плоскость, т.е. на (0001) поверхности подложки вырос эпитаксиальный слой с ориентацией (111).

Интерес представляет структура верхней части ($\sim 0.5 \mu$) пористого слоя 3C-SiC (рис. 2). Этот слой крайне неоднородный и имеет те же особенности, которые наблюдались как на поперечных срезах [13,14], так и на планарных объектах [14] на основе структуры подложка 6H-SiC/пористый слой 6H-SiC. Авторы этих публикаций предположили, что эти особенности являются местом начала активного взаимодействия электролита с поверхностью карбида кремния при приложенном напряжении. А появление этих особенностей связано, по-видимому, с наличием дефектов структуры на поверхности исходной подложки. Светлый контраст на снимках (рис. 2) отвечает пустотным каналам (порам), образующимся в результате электрохимического травления. Поры образуют веерообразную структуру. Внешние поры идут под малым углом к поверхности пористого слоя. Минимальный угол между внутренними порами составляет $\sim 60^\circ$. На глубине примерно 1.5 μ от поверхности внутренние поры резко меняют направление (верхние и нижние поры образуют угол $\sim 120^\circ$), формируя веер со сходящимися лучами с вершиной внизу. На глубине около 2.5 μ от поверхности поры снова меняют направление, но дальнейшее их распространение в глубину уже не определяется какой-то четкой направленностью. И только вблизи границы пористый слой 3C-SiC/эпитаксиальный слой 3C-SiC ($\sim 0.3 \mu$ от интерфейса) каналы выстраиваются вдоль [111] направления, перпендикулярного границе раздела и отвечающего линиям тока при анодном травлении.

Оставшийся (ниже пористого слоя) эпитаксиальный слой имеет достаточно однородную монокристаллическую структуру. Каких-либо дефектов в нем не обнаружено. Структура пористого слоя 6H-SiC, на котором вырос эпитаксиальный слой 3C-SiC, близка той, которая была

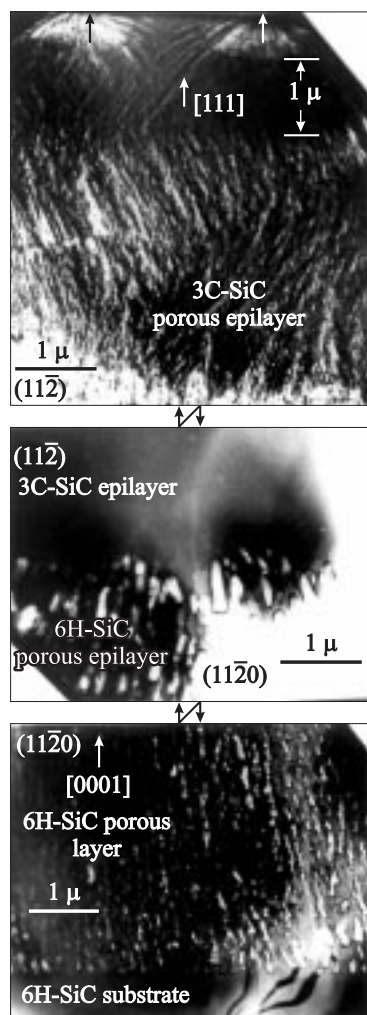


Рис. 2. Составной снимок из электронно-микроскопических изображений всех участков поперечного среза гетерокомпозиции (подложка, пористый слой, эпитаксиальный слой, второй пористый слой). Обратите внимание на зигзагообразное направление распространения пор (каналов) вверх на изображении эпитаксиального слоя 3C-SiC. Здесь стрелками обозначены области, которые являются местом преимущественного зарождения пор.

выявлена в [8]. Граница раздела — эпитаксальный слой 3C-SiC/пористый слой 6H-SiC не резкая, волнистая. Поры, вытянутые в направлении, перпендикулярном границе раздела, в пределах толщины $\sim 1-1.5\mu$ заметно больше в сравнении со средним размером пор в остальной части пористого слоя 6H-SiC. Эта особенность пористого слоя вблизи границы раздела обусловлена сублимационным травлением перед эпитаксиальным наращиванием. При этом часть пористого слоя сублимирует, а поры в оставшемся пористом слое, возможно, растравливаются, увеличиваясь в размере. В остальной части пористого слоя 6H-SiC поры достаточно строго направлены по [0001], т.е. перпендикулярно границе раздела пористый слой 6H-SiC/подложка 6H-SiC вдоль линий тока при первом анодном травлении. Граница раздела пористый слой 6H-SiC/подложка 6H-SiC очень резкая, и она наблюдается во всех электронно-микроскопических исследованиях таких границ.

Следует заметить, что в случае, когда эпитаксальный слой 3C-SiC наращивается на гексагональную подложку 6H-SiC без пористого слоя, трудно избежать появления промежуточного слоя, состоящего из чередующихся слоев двух политипов карбида кремния (6H-SiC и 3C-SiC) [15]. Известно, что для осуществления эпитаксиального роста политипа 3C-SiC на поверхности политипа 6H-SiC в ростовом реакторе создается избыток концентрации атомов кремния. Но даже небольшое нарушение этого условия может привести к неустойчивому росту политипа 3C-SiC, поскольку энергии образования данных политипов близки друг к другу. По-видимому, неоднородности на поверхности подложки будут также способствовать неустойчивому росту политипа 3C-SiC. Результатом может быть появление промежуточного слоя, состоящего в основном из прослойки 6H-SiC с зарощенными в ней равномерно распределенными островками политипа 3C-SiC. По-видимому, управляя соотношением концентраций атомов кремния и углерода в реакторе установки эпитаксиального роста методом вакуумной сублимации, возможно получение структур с квантовыми точками политипа 3C-SiC.

В заключение отметим, что главная особенность структуры 3C-SiC пористого слоя в отличие от 6H-SiC пористого слоя заключается в направлении распространения пор в глубь слоя. Если в 6H-SiC поры выстраиваются по направлению [0001] вдоль линий тока, то в 3C-SiC распространение пор в глубь образца первоначально идет не вдоль линий тока. В 3C-SiC имеются три физически равноценные атомные

плоскости типа {111}, которые располагаются не перпендикулярно к поверхности (111) эпитаксиального слоя и могут быть теми плоскостями, по которым будет идти преимущественное травление, а не вдоль нормали к границе.

Таким образом, в данной работе была показана возможность получения 3C-SiC эпитаксиального слоя высокого структурного совершенства на упоренной Si поверхности 6H-SiC кристалла. Микроскопическое исследование пористого 3C-SiC слоя показало, что характер распространения пор в глубь слоя отличается от такового в 6H-SiC: направление выстраивания пор в каналы вплоть до глубины 2–3 μ от поверхности резко отличается от направления линий тока, идущих нормально к поверхности раздела.

Работа частично выполнена при поддержке грантов РФФИ 03–02–16054а и 04–02–16632а.

Список литературы

- [1] *Lebedev A.A., Mosina G.N., Nikitina I.P., Savkina N.S., Sorokin L.M., Tregubova A.S.* // Technical Physics Letters. 2001. V. 27(12). P. 1052–1054.
- [2] *Shor J.S., Grimberg I., Weiss B.Z., Kutz B.D.* // Appl. Phys. Lett. 1993. V. 62. P. 2836.
- [3] *Matsumoto T., Takahashi J., Tamaki T., Futagi T., Mimura H.* // Appl. Phys. Lett. 1994. V. 64. P. 226.
- [4] *Konstantinov A.O., Harris C.I., Jansen E.* // Appl. Phys. Lett. 1994. V. 65. P. 2699.
- [5] *Konstantinov A.O., Henry A., Harris C.I., Jansen E.* // Appl. Phys. Lett. 1995. V. 66(17). P. 2250.
- [6] *Mynbaeva N.A., Savkina N.S. et al.* // Mat. Res. Simp. 2000. V. 587(C). Mat. Res. Society. 08.6.1.
- [7] *Savkina N.S., Ratnikov V.V., Rogachev A.Yu., Shuman V.B., Tregubova A.S., Volkova A.A.* // Semiconductors. 2002. V. 36(7). P. 758.
- [8] *Sorokin L.M., Savkina N.S., Shuman V.B., Lebedev A.A., Mosina G.N., Hutchison J.L.* // Technical Physics Letters. 2002. V. 28(11). P. 935–938.
- [9] *Takazava A., Tamura T., Yamada M.* // Jpn. J. Appl. Phys. 1993. V. 32(7). Part 1. P. 3148.
- [10] *Monguch T., Fujioka H., Ono K. et al.* // J. Electrochem. Soc. 1998. V. 145(7). P. 2241.
- [11] *Lysenko V., Barbier D., Champagnon B.* // Appl. Phys. Lett. 2001. V. 79(15). P. 2366.

- [12] *Andreev A.N., Smirnova N.Yu., Tregubova A.S., Scheglov M.P., Chelnokov V.E.* // Semiconductors. 1997. V. 31(3). P. 232–236.
- [13] *Shin W., Hikosaka T., Seo W.-S., Ahn H.S., Sawaki N., Koumoto K.* // J. Electrochem. Soc. 1998. V. 145. N 7. P. 2456–2460.
- [14] *Danisheskii A.M., Zamoryanskaya M.V., Sitnikova A.A., Shuman V.B., Suvorova A.A.* // Semicond. Sci. Technol. 1998. V. 13. P. 1111.
- [15] *Savkina N.S., Strel'chuk A.M., Sorokin L.M., Mosina G.N., Tregubova A.S., Solov'ev V.A., Lebedev A.A.* // Materials Science Forum. 2003. V. 433–436. P. 293–296.