

06

Электронно-микроскопическое исследование структуры SiC/Si(111), полученной методом твердофазной эпитаксии

© Л.М. Сорокин, Н.В. Веселов, М.П. Щеглов, А.Е. Калмыков,
А.А. Ситникова, Н.А. Феоктистов, А.В. Осипов, С.А. Кукушкин

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург
E-mail: lev.sorokin@mail.ioffe.re

Поступило в Редакцию 8 июля 2008 г.

Представлены первые результаты электронно-микроскопического исследования тонких слоев карбида кремния, выращенных на кремнии новым методом твердофазной эпитаксии. Показано, что на начальном этапе роста эпитаксиальных слоев формируется переходная область, состоящая из участков различных политипов SiC. Эта область находится на границе раздела: подложка–монокристаллический слой карбида кремния преимущественно со структурой 3С-политипа. Установлено, что в приповерхностном слое подложки кремния формируются поры с интервалом размеров от долей микрона до десятков нанометров, которые способствуют росту эпитаксиальных монокристаллических слабо напряженных слоев карбида кремния.

PACS: 61.05.-a, 68.37.-d, 68.37.Lp

Благодаря высокой температурной и радиационной стабильности, значительной величине напряжения электрического пробоя, большой ширине запрещенной зоны [1] и химической стойкости карбид кремния является одним из самых востребованных материалов электроники. Помимо этого, карбид кремния является более перспективным материалом для подложки (или буферного слоя) при выращивании нитрида галлия и нитрида алюминия, чем сапфир [2].

В связи с необходимостью интегрирования SiC в современную кремниевую технологию представляется особенно важным развитие метода гетероэпитаксии карбида кремния на кремнии.

На данный момент существуют два основных метода осаждения слоев SiC на подложках Si: молекулярно-лучевая эпитаксия [3,4] и метод осаждения из газовой фазы [5,6]. Ни один из этих методов не дает возможности получать качественные пленки SiC для создания на их основе приборов силовой электроники или их использования в качестве буфера при выращивании нитрида галлия. Более того, в процессе выращивания SiC этими методами, как правило, получаются слои карбида кремния только кубической модификации (3C-SiC), в то время как потребности электроники требуют получения гексагональных политипов (4H-SiC, 6H-SiC и др.). В связи с этим весьма остро стоит нерешенная до настоящего времени проблема получения монокристаллических слоев карбида кремния, различных политипов, на основном материале микроэлектроники — кремнии. Настоящим прорывом в этом направлении было появление работ [7,8], в которых теоретически и экспериментально были заложены основы нового метода твердофазной эпитаксии — получения монокристаллических слоев SiC различных политипов на кремнии. Это оригинальная, заведомо более экономичная технология получения гетероструктур. В ней реализован метод осаждения карбида кремния на кремнии посредством химического взаимодействия монокристаллического Si с газовой фазой CO. Основной отличительной особенностью данного метода [8] от других является то, что при взаимодействии монокристаллического Si и газа CO один из атомов углерода присоединяется к одному атому кремния, образуя молекулу SiC. Одновременно с этим соседний атом Si переходит в газообразное состояние в виде SiO и удаляется из приповерхностного слоя кремния. Таким образом, образуются два центра дилатации, а именно, молекула SiC, приводящая к расширению кристаллической решетки Si, и вакансия, которая вызывает локальное „сжатие“ решетки. Как показано в работе [8], это приводит к полной релаксации упругой энергии, что обеспечивает ненапряженный рост слоя SiC. Более того, вакансии, оставаясь в подложке, диффундируют и, коагулируя друг с другом, образуют под поверхностью слоя SiC поры. Поскольку реакция между Si и CO протекает в твердой фазе и, как показано в [8], скорость этой реакции определяется скоростью диффузии газов в твердой фазе, то данный метод позволяет выращивать однородные пленки на больших площадях подложек. Это существенно отличает данный метод от стандартных, использующих для роста пленок только газовые смеси. Эпитаксиальную ориентацию слоев SiC задает вся кристаллическая структура Si. В [8]

показано, что, меняя параметры роста слоев, можно получать не только кубическую модификацию SiC, но и его гексагональные полиморфы.

В качестве подложки использовались пластины монокристаллического Si КДБ-10 с отклонением на $\sim 4^\circ$ от плоскости (111). На поверхность пластин предложенным в [7] методом осаждался SiC. Условия осаждения подбирались таким образом, чтобы вероятность образования кубического 3C-SiC была максимальной.

Для получения планарного электронно-микроскопического изображения (PVTМ) образцы утонялись стандартным химико-динамическим методом в растворе CP-8 со стороны подложки (кремния). Для получения поперечного изображения структур SiC/Si образцы готовились также стандартным способом (резка пластинок толщиной 0.5 mm с ориентацией (110), их склеивание, механическая шлифовка, ионное травление). Использовались электронные микроскопы JEM7A (100 kV) и JEM 2100F (200 kV).

Одним из наиболее интересных результатов данной работы явилось обнаружение пор в кремниевой подложке на границе с эпитаксиальным слоем (рис. 1, *a*), подтверждающее теоретическое рассмотрение роста слоев SiC на кремнии. Темные области изображения PVTМ представляют собой наложение оставшегося после химико-динамического травления тонкого слоя кремния (подложки) и эпитаксиального слоя SiC. Структура слоя SiC (светлые области изображения) видна через поры в кремнии. Большие поры (*A*, рис. 1, *a*) имеют форму усеченных треугольников (трапеций и неправильных шестиугольников), поры меньшего размера (*B*) обладают менее правильной формой. Поскольку поры образуются вследствие флуктуационного зарождения [8], то одни из них успевают приобрести равновесную огранку, а другие нет. Мелкие, не имеющие равновесной огранки (поры *B*), в процессе роста растворяются, а более крупные (поры *A*), приобретая огранку, соответствующую кристаллографической ориентации поверхности кремния, растут. Средняя площадь пор *A* $0.1-0.2 \mu\text{m}^2$, пор *B* — $0.05 \mu\text{m}^2$. Поры занимают около 20% межфазной границы. Как показано в [8], именно поры, зарождающиеся в пересыщенном вакуумии кремнии, приводят к реакции упругих и термических напряжений, образующихся из-за различия постоянных решеток Si и SiC и разницы в их коэффициентах термического расширения. Именно это, как будет показано ниже, и дает возможность получать на заключительном этапе структурно совершенные эпитаксиальные слои. Однако на начальной стадии роста, пока идет

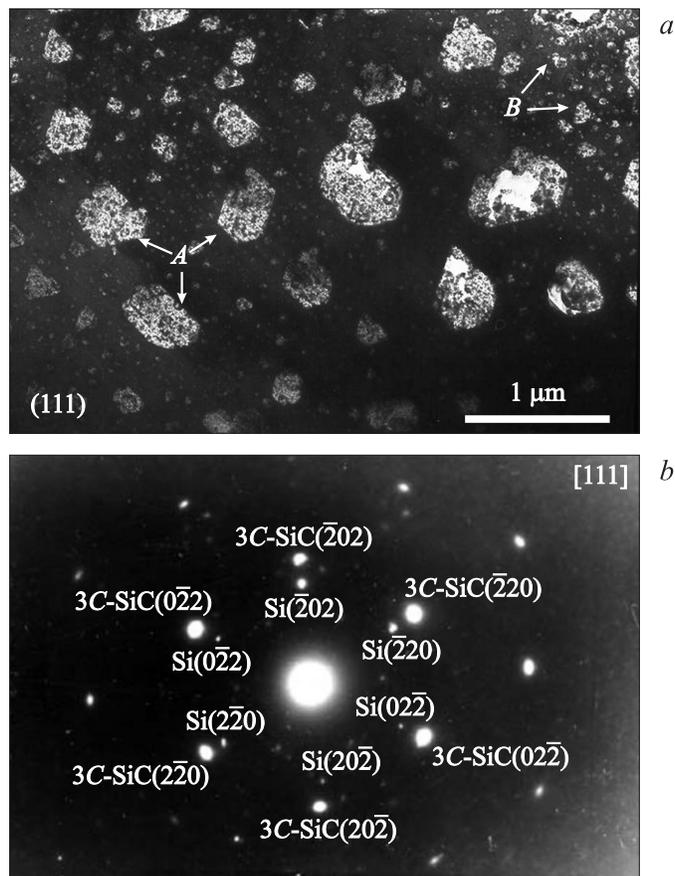


Рис. 1. *a* — планарное электронно-микроскопическое изображение структуры SiC/Si; *A* и *B* — соответственно большие и малые поры в кремнии (подложке), через которые просматривается эпитаксиальный слой SiC; *b* — микродифракционная картина, полученная с участка структуры SiC/Si (рис. 1, *a*).

флуктуационный процесс зарождения островков SiC и вакансий, слой SiC включает в себя 3*C*-, 4*H*- и 6*H*-политипы. После слияния зародышей формируется слой SiC в основном только одного политипа, как следует из приведенных ниже экспериментальных данных. Точечный характер

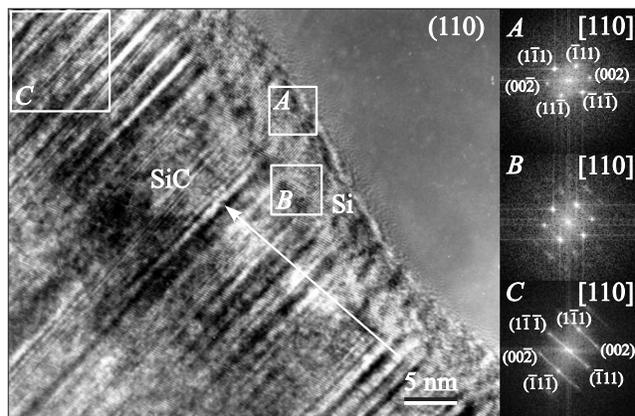


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение поперечного среза образца. Вставки *A*, *B*, *C* — FFT-преобразования соответствующих областей изображения. Стрелкой указано направление роста [111] эпитаксиального слоя.

микродифракционной картины с этого участка (рис. 1, *b*) свидетельствует о монокристаллической структуре приграничного слоя кремния и эпитаксиального слоя SiC. На ней присутствуют четко выраженные две группы рефлексов, каждая из которых образует правильный шестиугольник (гексагон). Внутренний шестиугольник обусловлен отражениями типа 220 кремния, внешний — отражениями типа 220 кубического карбида кремния (3C), как это следует из расшифровки микродифракционных картин, исходя из параметров решетки кремния ($a = 0.543 \text{ nm}$) и кубического SiC ($a = 0.435 \text{ nm}$). Симметричное расположение рефлексов от подложки и слоя карбида кремния (однотипные рефлексы 220 располагаются на прямой, проходящей через след первичного пучка электронов) свидетельствует об эпитаксиальном росте слоя карбида кремния в параллельной ориентации с подложкой (111)SiC. Слабой интенсивности рефлексы внутри кремниевого гексагона были однозначно индентифицированы как рефлексы, относящиеся к политипу 4H-SiC.

На рис. 2 представлено электронно-микроскопическое изображение высокого разрешения (XHRM) поперечного среза (110) структуры SiC/Si(111). Изображение можно условно разделить на две области: первая — узкая вблизи края образца, вторая — оставшаяся часть изображения. Первая часть — это изображение монокристаллического

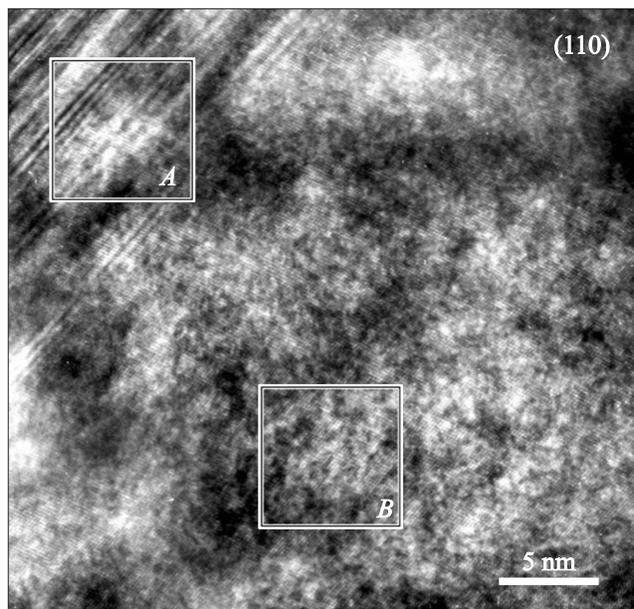


Рис. 3. XHRM-изображение эпитаксиального слоя вдали от межфазной границы Si–SiC.

кремния, об этом можно судить, измеряя межплоскостные расстояния ($d_{111} = 0.313 \text{ nm}$) как по изображению, так и по картине FFT (Fast Fourier Transformation), приведенной на вставке А. На остальной части рис. 2 видны дефекты упаковки в виде чередующихся темных и светлых полос. Эти дефекты — включения гексагональных фаз ($4H$, $6H$), обусловленные нарушением последовательности укладки плотноупакованных слоев в кубическом карбиде кремния.

На вставке В рис. 2 представлена картина FFT с границы раздела кремний–карбид кремния с областью с дефектами упаковки. Видны едва заметные тяжи, перпендикулярные полосчатой структуре (дефектам упаковки).

Ниже, на вставке С, приведена картина FFT с участка С. На FFT видны тяжи, появляющиеся вследствие дефектов упаковки. Эти тяжи перпендикулярны направлению полосчатой структуры (рис. 2). На

основании измерений межплоскостных расстояний как по изображению, так и FFT-картине, рефлексы на вставке *C* интерпретируются как рефлексы от кубической модификации карбида кремния ($d_{111} = 0.251$ nm). На рис. 3 приведено ХНРЕМ-изображение участка образца, удаленного от границы раздела. Видна область *A* с чередующимися полосами (дефектами упаковки) и область *B* — бездефектная область. Измеренные межплоскостные расстояния бездефектной части изображения позволяют однозначно интерпретировать эту область как 3C-SiC ($d_{111} = 0.251$ nm). На этой части изображения дислокации не были выявлены. Совершенство эпитаксиального слоя в целом подтверждается и рентгеновской дифрактометрией. Полуширина кривой качания, измеренная для отражения (111)3C-SiC при записи интенсивности по двухкристальной схеме, лежала в диапазоне 30–40', что не уступает лучшим слоям, выращенным методом молекулярно-лучевой эпитаксии.

Таким образом, в работе показана принципиальная возможность получения монокристаллических достаточно совершенных слоев SiC, выращенных на подложках Si методом твердофазной эпитаксии. Установлено наличие пор в подложке Si, за счет которых происходит релаксация упругих напряжений, вызванных несоответствием параметров решеток. Такой процесс релаксации напряжений приводит к росту слоя карбида кремния с дефектами упаковки только вблизи границы раздела. Дальнейший рост приводит к образованию приповерхностного монокристаллического слоя со структурой кубического политипа SiC.

Список литературы

- [1] *Kordina O.* et al. // *J. Cryst. Growth.* 1995. V. 154. P. 303.
- [2] *Wakahara A.* et al. // *J. Cryst. Growth.* 2002. V. 236. P. 21.
- [3] *Morales F.M.* et al. // Strain relaxation and void reduction in SiC on Si by Ge predeposition. Inst. Phys. Conf. Proceedings on the royal microscopical society conference. Oxford University, 11–14 April 2003.
- [4] *Zekentes K.* et al. // *J. Cryst. Growth.* 1995. V. 157. P. 392.
- [5] *Morales F.M.* et al. // Beta to alpha transition and defects of SiC on Si grown by CVD. Inst. Phys. Conf. Proceedings on the royal microscopical society conference. Oxford University, 11–14 April 2003.
- [6] *Stackl A.J.* et al. // *Appl. Phys. Lett.* 1993. V. 63. P. 3347.
- [7] *Кукушкин С.А., Осипов А.В., Феоктистов Н.А.* Способ получения изделия, содержащего кремниевую подложку с пленкой из карбида кремния на ее поверхности. Заявка на патент РФ № 2008102398, приоритет 22.01.2008.
- [8] *Кукушкин С.А., Осипов А.В.* // *ФТТ.* 2008. Т. 50. В. 7. С. 1188–1195.