

# Создание темплейтов для гомоэпитаксиального роста 3C-SiC методом прямого сращивания пластин карбида кремния различающихся политипов

© М.Г. Мынбаева, Д.Г. Амельчук, А.Н. Смирнов, И.П. Никитина, С.П. Лебедев, В.Ю. Давыдов, А.А. Лебедев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: mgm@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 30 августа 2022 г.

В окончательной редакции 9 ноября 2022 г.

Принята к публикации 10 ноября 2022 г.

Реализован подход прямого сращивания пластин SiC различающихся политипов, который позволяет переносить гетероэпитаксиальные слои кубического политипа 3C-SiC, выращенные химическим осаждением из газовой фазы, на пластину гексагонального политипа 6H-SiC с целью создания комбинированной подложки для проведения гомоэпитаксии. Результаты структурной характеристики показали, что качество сублимационной эпитаксии 3C-SiC на комбинированных подложках находится на современном уровне эпитаксии кубического карбида кремния методом химического осаждения из газовой фазы. Получено подтверждение того, что именно 3C-SiC слой, перенесенный на подложку 6H-SiC, играет роль кристаллической „затравки“, задающей рост кубического политипа.

**Ключевые слова:** карбид кремния, политипы, прямое сращивание, темплейты, сублимационная эпитаксия.

DOI: 10.21883/FTP.2022.11.54262.9953

## 1. Введение

Уникальное сочетание электронных и физических свойств карбида кремния (SiC), таких как широкая запрещенная зона, высокие значения скорости дрейфа электронов и лавинного пробоя, а также термическая и коррозионная стабильность, позволяют рассматривать этот материал в качестве основного кандидата для замещения кремниевых приборов на рынке современных устройств микроэлектроники [1–5].

Гексагональные политипы 6H-SiC и 4H-SiC находят применение в опто- и микроэлектронике высокой мощности. Монокристаллический материал политипа 6H применяется в основном в качестве подложечного материала для эпитаксиального роста структур сверхъярких светодиодов и лазеров на основе нитридных материалов. Высоковольтные силовые приборы, такие как диоды Шоттки и полевые транзисторы (field effect transistor (FET) и metal-oxide-semiconductor FET (MOSFET)) создают на основе 4H-SiC. Материал, представляющий собой кубический политип 3C-SiC, является наиболее перспективным с точки зрения возможности создания на его основе эффективных электронных приборов с высокой подвижностью электронов, в частности, для создания высокочастотных полевых транзисторов типа MOSFET, где, согласно оценкам, подвижность в канале может достигать значения  $380 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$ , что недостижимо для гексагональных политипов [6]. Существующие технологии роста объемного SiC методом физического транспорта паров (модифицированный метод Лели, или метод ЛЭТИ) обеспечивают возможности роста

монокристаллов только гексагональных политипов. Проведение качественной эпитаксии 3C-SiC на подложках гексагональных политипов по настоящее время представляет собой технологическую проблему. В силу несоответствия кристаллографической симметрии в условиях гетерополитипной эпитаксии в выращиваемых слоях наблюдается формирование большого количества неогерентных двойниковых границ [7]. К числу типичных дефектов можно также отнести прорастающие краевые и винтовые дислокации, а также дислокации в базовой плоскости. Последние служат причиной формирования дефектов упаковки, которые относят к так называемым „device-killing defects“, так как они являются причиной деградации приборов на основе SiC [8–10].

В настоящее время для эпитаксиального роста 3C-SiC в основном используют подложки из монокристаллического кремния, обладающего сходной кубической кристаллической структурой. В качестве ростовых методов используют химическое осаждение из газовой фазы (ХОГФ, chemical vapour deposition (CVD)), реже — молекулярно-пучковую эпитаксию. Это обусловлено в первую очередь тем, что указанные методы дают возможность проводить эпитаксию 3C-SiC при относительно низких температурах, что позволяет обойти ограничение, накладываемое температурой плавления Si ( $1410^\circ\text{C}$ ). Технологии гетероэпитаксии 3C-SiC на Si также имеют и экономическое преимущество, которое заключается в доступности пластин кремния большой площади с широким набором кристаллических ориентаций. При этом у таких технологий существует и ряд известных проблем. К ним в первую очередь можно

отнести несоответствие параметров кристаллической решетки 3C-SiC и Si ( $\sim 20\%$ ) и несоответствие коэффициентов теплового расширения ( $\sim 8\%$ ). Указанные рассогласования служат причиной образования кристаллографических дефектов, а также изгиба эпитаксиальных структур вследствие возникающих термических напряжений. Несмотря на прогресс в развитии технологий ХОГФ 3C-SiC на Si, задача снижения концентрации структурных дефектов, специфических для кубического политипа SiC, таких как дефекты упаковки, двойники и двойниковые границы, все еще остается актуальной.

Комплексным решением всех выше обозначенных проблем может быть создание альтернативной комбинированной подложки (темплейта) методом переноса затравочного слоя 3C-SiC на пластину из карбида кремния гексагонального политипа. Отметим, что в настоящее время подобные технологии переноса („wafer bonding“) широко применяются в эпитаксиальных и приборных технологиях материалов, для которых не существует согласованной подложки [11–14]. В данной работе сообщается о создании прототипа комбинированной подложки путем прямого сращивания эпитаксиальных слоев 3C-SiC, выращенных методом ХОГФ на кремнии, и пластин монокристаллического 6H-SiC. Эффективность предложенного подхода подтверждена результатами сублимационной гомоэпитаксии на полученных 3C-SiC/6H-SiC темплейтах.

## 2. Эксперимент и его обсуждение

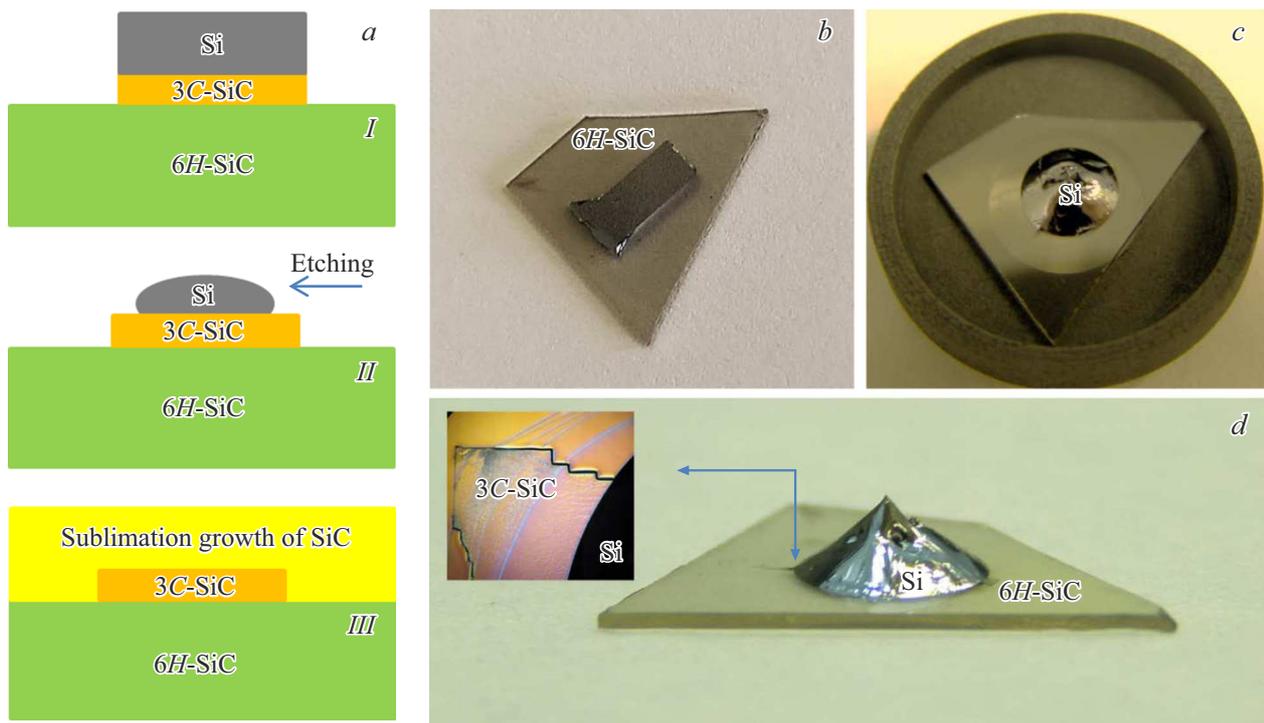
### 2.1. Процесс изготовления

Технологические процессы сращивания и последующего эпитаксиального роста проводились на установке высокочастотного индукционного нагрева [15]. Для сращивания были использованы выращенные ХОГФ структуры 3C-SiC/Si с эпитаксиальным слоем толщиной 40 мкм и монокристаллические пластины 6H-SiC (производства ООО „Нитридные Кристаллы“, Санкт-Петербург) [16]. Сращивание пластин проводилось в вакууме  $3.0 \cdot 10^{-2}$  Торр при температуре  $1500^\circ\text{C}$  без использования промежуточных адгезионных слоев и без приложения внешнего механического давления. Температура сублимационной эпитаксии составляла  $1700\text{--}1800^\circ\text{C}$ , вакуум в ростовой камере поддерживался на уровне  $5 \cdot 10^{-6}\text{--}6 \cdot 10^{-6}$  Торр. Время роста составляло 1–2 ч. Исследования, направленные на определение структурного качества выращенных слоев, проводились с использованием методов рентгеновской дифракции и комбинационного рассеяния света (КРС). Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометре ДРОН-3 с использованием двухкристального спектрометра на излучении  $\text{CuK}\alpha_1$  в симметричных брэгговских отражениях. В качестве монохроматора использовался бездефектный кристалл 6H-SiC, выращенный методом Лэли. Исходные структуры 3C-SiC/Si были исследованы в качестве образцов сравнения. Исследования образцов

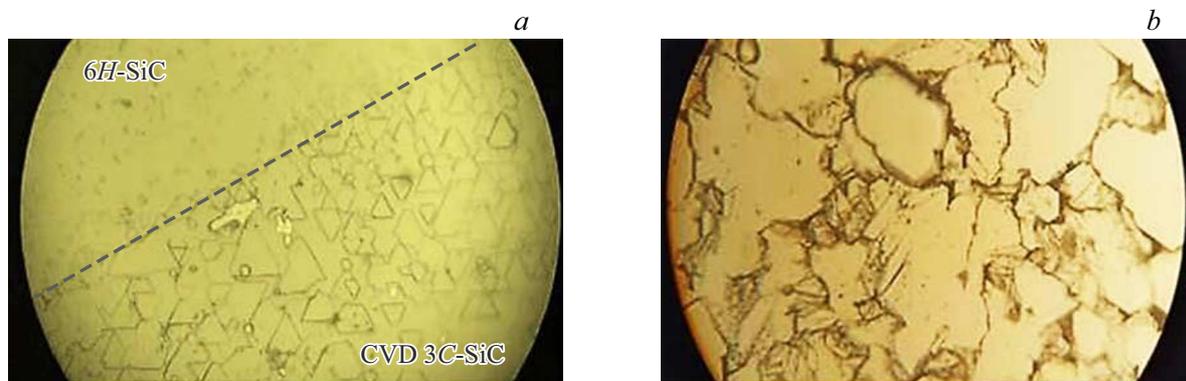
методом КРС проводились с помощью спектрометра LabRAM HR Evo UV-VIS-NIR-Open (пр-во Horiba, Франция), оснащенного конфокальным микроскопом. Спектры КРС были записаны в геометрии обратного рассеяния при комнатной температуре. В качестве источника возбуждения использовался Nd:YAG-лазер с длиной волны 532 нм. Фокусировка лазерного луча в пятно диаметром до 1 мкм проводилась с помощью 100× объектива Olympus ( $\text{NA} = 0.9$ ).

На рис. 1, *a* представлена схема всего технологического процесса. На рис. 1, *b–d* показаны фотографии образца до (рис. 1, *b*) и после отжига (рис. 1, *c* и *d*). Как можно видеть из рисунков, отжиг привел к расплавлению кремниевой подложки и формированию крупной куполообразной капли расплава. На вставке рис. 1, *d* приводится микроскопическое изображение в контрасте Номарски, на котором можно видеть часть эпитаксиального слоя 3C-SiC на пластине SiC у края капли отвердевшего расплава Si (на рисунке обозначено стрелками). После удаления кремния в травителе на основе смеси азотной и плавиковой кислот было установлено, что перенесенный ХОГФ-слой 3C-SiC имеет механически прочный контакт с подложкой из карбида кремния. На данный момент экспериментальных данных, подтверждающих формирование какого-либо адгезионного слоя между сращиваемыми пластинами, не получено. В качестве возможных вкладов в установление контакта можно рассматривать вклады паровой и жидкой фазы кремния. В частности, контакт может быть образован за счет установления вторичных химических связей с участием Si из паровой фазы, в результате его диффузии по границе сращиваемых поверхностей, а также под действием ван-дер-ваальсовых сил взаимодействия, возникающих в условиях гидростатического давления, создаваемого жидкой фазой расплава [17,18].

На рис. 2 представлена микрофотография поверхности ХОГФ-слоя 3C-SiC, перенесенного на подложку, полученная после удаления расплава Si (рис. 2, *a*), и микрофотография поверхности эпитаксиального слоя, выращенного сублимационным методом (рис. 2, *b*). На рис. 2, *a* можно видеть островковый характер структуры, сформировавшейся на начальном этапе роста 3C-SiC на гетероподложке; эта структура образована мелкими двойниковыми образованиями преимущественно треугольной формы [19]. На микрофотографии поверхности сублимационного слоя можно видеть, что его структура образована существенно более крупными блоками, за счет чего значительно уменьшена интегральная протяженность разделяющих их структурных границ (рис. 2, *b*). Наблюдаемый характер микроструктуры сублимационного слоя SiC свидетельствует в пользу того, что островковая структура подложки определяет развитие его крупноблочной структуры в соответствии с моделью, основанной на принципе саморегуляции роста кристаллов, первоначально предложенной А. ван дер Дрифтом (дальнейшее обсуждение см. далее) [20–22].



**Рис. 1.** *a* — последовательность проводимых операций (I–III): I — размещение образца 3C-SiC/Si на поверхности пластины 6H-SiC, II — проведение отжига в вакууме и удаление Si, III — сублимационный рост SiC на подложке с перенесенным слоем 3C-SiC; *b* — фотографическое изображение, иллюстрирующее исходное взаимное расположение экспериментальных образцов; *c* — фотография образца, полученного в результате отжига; *d* — фотография того же образца (вид сбоку). На вставке — увеличенное изображение части образца с ХОГФ-слоем 3c-SiC у края капли Si.



**Рис. 2.** Микрофотографии ( $\times 500$ ): *a* — поверхности образца 6H-SiC с перенесенным слоем 3C-SiC, вблизи его края (обозначен пунктирной линией), изображение получено после удаления кремниевой подложки; *b* — поверхности сублимационного слоя 3C-SiC.

## 2.2. Рентгеновская дифракция

Оценка структурного совершенства исследуемых образцов ХОГФ-слоев и сублимационных слоев проводилась на основе анализа формы и ширины на половине высоты (FWHM) рентгеновских кривых качания, записанных в геометрии  $\omega$ -сканирования.

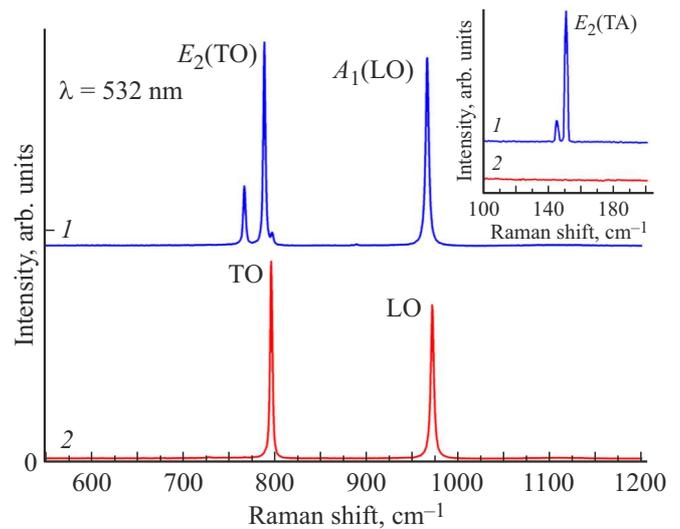
Для ХОГФ-слоя полученные кривые имели симметричную гауссову форму с угловым положением мак-

симума, соответствующим монокристаллической структуре 3C-SiC. FWHM кривых, записанных на ростовой поверхности структуры 3C-SiC/Si, составляла 245 угл. сек; со стороны гетерограницы (см. рис. 2, *a*) — 300 угл. сек. Такое различие в значениях FWHM кривых отражает известный факт более низкого качества кристаллической структуры ХОГФ-слоев вблизи границы с гетероподложкой [23]. Исследования, проведенные на серии гомоэпитаксиальных слоев, показали, что качество

сублимационной эпитаксии на комбинированных подложках сравнимо с качеством ХОГФ-эпитаксии 3C-SiC на монокристаллических пластинах кремния. FWHM кривых качания в основном составляли 120–170 угл. сек (в единичных случаях, когда кривые не имели симметричной формы, наблюдалось их интегральное уширение до 345 угл. сек). Объяснение этому факту может быть дано исходя из наблюдаемого характера смачивания поверхности комбинированной подложки кремниевым расплавом. Как видно на рис. 1, *d*, контактный угол (угол смачивания) составляет  $\sim 45^\circ$ . Это указывает на то, что расплав Si и подложка вступают в реакционное взаимодействие с SiC [24]. В настоящее время процесс взаимодействия карбида кремния с расплавами является предметом интенсивных исследований, но его механизм остается невыясненным. Однако недавно было показано, что на границе раздела твердой и жидкой фаз может происходить растворение („травление“) поверхности пластин SiC по всей площади контакта, или взаимодействие может носить выраженный селективный характер, когда наиболее интенсивное растворение происходит в местах выхода структурных дефектов на поверхность SiC, граничащую с расплавом [25,26]. Отметим, что различные методы селективного травления (сухого, жидкостного, *ex situ* и *in situ*) успешно применяются в ростовых технологиях нитрида галлия с целью достижения эффекта ограничения распространения дефектов, содержащихся в подложках, в эпитаксиальные слои. В частности, было показано, что предростовая обработка подложек позволяет эффективно снизить концентрацию прорастающих дислокаций на 2 порядка величины [27–29]. Таким образом, можно предполагать, что вследствие взаимодействия кремниевого расплава с поверхностью затравочного кристалла 3C-SiC произошли изменения, которые привели к нивелированию влияния его дефектной структуры. Также селективное взаимодействие могло привести к структурированию поверхности перенесенного кристалла 3C-SiC, в результате чего нуклеация блоков, формирующих эпитаксиальный слой, происходила на совершенных кристаллических плоскостях двойников (см. рис. 2, *a*).

### 2.3. Спектры КРС

Исследования методом КРС применяются в технологиях SiC в качестве основного метода диагностики для определения поли типа образцов, наличия в них других поли типичных включений и свидетельств поли типичных превращений, возможных под влиянием различных внешних воздействий. Известно, что в спектрах КРС 3C-SiC существуют две характерные линии, соответствующие поперечной оптической моде (ТО) на частоте  $796.2\text{ см}^{-1}$  и продольной оптической моде (ЛО) на частоте  $972.7\text{ см}^{-1}$  [30,31]. В спектрах гексагональных поли типов наблюдаются поперечные акустические фононы (ТА), которым соответствуют несколько пиков в диапазоне частот 140–150 и 240–270  $\text{см}^{-1}$ , несколько



**Рис. 3.** Спектры КРС, измеренные в области сублимационного слоя, выращенного на части пластины 6H-SiC без затравочного кристалла 3C-SiC (1) и в области слоя на подложке со структурой 3C-SiC/6H-SiC (2).

пиков ТО в диапазоне  $760\text{--}800\text{ см}^{-1}$  и пики, соответствующие ЛО-фононам в диапазоне  $965\text{--}975\text{ см}^{-1}$  (для 6H-SiC —  $967\text{ см}^{-1}$ ) [30,31].

На рис. 3 приведен спектр КРС (кривая 1), измеренный в геометрии обратного рассеяния  $z(xx)\bar{z}$  (здесь ось  $z$  направлена перпендикулярно плоскости подложки) на части эпитаксиального слоя, выращенного в области подложки без затравочного слоя 3C-SiC. В этом случае спектр соответствует гексагональному поли типу 6H-SiC, где наблюдаются четыре характерные особенности: ЛО фонная мода симметрии  $A_1$  ( $965\text{ см}^{-1}$ ), две фонные моды ТО симметрии  $E_2$  ( $788$  и  $766\text{ см}^{-1}$ ), а также две моды на частоте  $144$  и  $150\text{ см}^{-1}$  (см. вставку на рис. 3), которые соответствуют поперечным акустическим фононам  $E_2(\text{TA})$ . Также на рис. 3 представлен спектр КРС для слоя, выращенного на ХОГФ-слое 3C-SiC (кривая 2). В спектре присутствуют узкие пики разрешенных ТО и ЛО фонных мод с частотами  $794$  и  $\sim 968\text{ см}^{-1}$  соответственно. Это подтверждает, что анализируемая область соответствует кубическому поли типу. Таким образом, можно утверждать, что именно слой 3C-SiC, перенесенный на пластину 6H-SiC, играет роль кристаллической „затравки“, задающей рост материала кубического поли типа.

### 3. Заключение

В рамках проведенного исследования был успешно реализован подход прямого сращивания образцов SiC различных поли типов. Переносом гетероэпитаксиальных ХОГФ-слоев 3C-SiC на пластину 6H-SiC были созданы комбинированные структуры 3C-SiC/6H-SiC, пригодные к использованию в качестве подложек для проведения

гомоэпитаксии карбида кремния кубического политапа. Полученные результаты показали перспективность дальнейшего развития технологии прямого срашивания для получения полноразмерных темплейтов.

### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 20-02-00117 „Разработка технологии формирования слоев кубического карбида кремния высокого структурного совершенства“).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] T. Kimoto, J. Cooper. *Fundamentals of Silicon Carbide Technology: Growth, Characterization, Devices and Applications* (John Wiley & Sons, Ltd., Singapore, 2014).
- [2] J. Millan, P. Godignon, X. Perpina, A. Perez-Tomas, J. Rebollo. *IEEE Trans. Power Electron.*, **29**, 2155 (2014).
- [3] A. Lidow, M. de Rooij, J. Strydom, D. Reusch, J. Glaser. *GaN Transistors for Efficient Power Conversion* (John Wiley & Sons, Ltd., 2019).
- [4] F. Roccaforte, P. Fiorenza, G. Greco, R.L. Nigro, F. Giannazzo, A. Patti, M. Saggio. *Phys. Status Solidi A*, **211**, 2063 (2014).
- [5] D.G. Senesky, B. Jamshid, K.B. Chen, A.P. Pisano. *IEEE Sens. J.*, **9** (11), 1472 (2009).
- [6] S. Nishino, J.A. Powell, H.A. Will. *Appl. Phys. Lett.*, **42**, 460 (1983).
- [7] X. Li, H. Jacobson, A. Boulle, D. Chaussende, A. Henrye. *ECS J. Solid State Sci. Technol.*, **3**, 75 (2014).
- [8] H. Das, S. Sunkari, J. Justice, D. Hamann. *Mater. Sci. Forum*, **1062**, 406 (2022).
- [9] J.P. Bergman, H. Lendenmann, P.A. Nilsson, U. Lindefelt, P. Skytt. *Mater. Sci. Forum*, **299**, 353 (2001).
- [10] P.C. Chen, W.C. Miao, T. Ahmed. *Nanoscale Res. Lett.*, **17**, 30 (2022).
- [11] S.H. Christiansen, R. Singh, U. Gosele. *Proc. IEEE*, **94** (12), 2060 (2006).
- [12] C. Wang, J. Xu, S. Guo, Q. Kang, Y. Wang, Y. Wang, Y. Tian. *Appl. Surf. Sci.*, **471**, 196 (2019).
- [13] Q. Kang, C. Wang, F. Niu, S. Zhou, J. Xu, Y. Tian. *Ceram. Int.*, **46**, 22718 (2020).
- [14] J. Xu, Wang, D. Li, J. Cheng, Y. Wang, C. Hang, Y. Tian. *Ceram. Int.*, **45**, 4094 (2019).
- [15] N.S. Savkina, A.A. Lebedev, A.M. Strelchuk. *Mater. Sci. Eng. B*, **77**, 50 (2000).
- [16] S.Yu. Karpov, A.V. Kulik, I.A. Zhmakin, Yu.N. Makarov, E.N. Mokhov, M.G. Ramm, M.S. Ramm, A.D. Roenkov, Yu.A. Vodakov. *J. Cryst. Growth*, **211**, 347 (2000).
- [17] T. Perham, Report of University of North Texas Libraries, UNT Digital Library.
- [18] Z.L. Liau. *Appl. Phys. Lett.*, **77** (5), 651 (2000).
- [19] R. Tu, Z. Hu, Q. Xu, L. Li, M. Yang, Q. Li, J. Shi, H. Li, S. Zhang, L. Zhang, T. Goto, H. Ohmori, M. Kosinova, B. Basu. *J. Asian Ceram. Soc.*, **7**, 312 (2019).
- [20] V. Radmilovic, U. Dahmen, D. Gao, C.R. Stoldt, C. Carraro, R. Maboudian. *Diamond. Relat. Mater.*, **16** (1), 74 (2007).
- [21] E. Spiecker, V. Radmilovic, U. Dahmen. *Acta Materialia*, **55**, (10), 3521 (2007).
- [22] A. van der Drift. *Philips Res. Rep.*, **22**, 267 (1967).
- [23] F. La Via, V. Zimbone, C. Bongiorno, A. La Magna, G. Fissicaro, I. Deretzis, V. Scuderi, C. Calabretta, F. Giannazzo, M. Zielinski, R. Anzalone, M. Mauceri, D. Crippa, E. Scalise, A. Marzegalli, A. Sarikov, L. Miglio, V. Jokubavicius, M. Syväjärvi, R. Yakimova, P. Schuh, M. Schöler, M. Kollmuss, P. Wellmann. *Materials (Basel)*, **14** (18), 5348 (2021).
- [24] H. Iyer, Y.Xiao, D. Durluk, K. Tafaghodi, K. Leili; B. Mansoor. *JOM: The journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, **73** (1), 244 (2021).
- [25] Y. Jousseume, F. Cauwet, G. Ferro. *J. Cryst. Growth*, **593**, 126783 (2022).
- [26] S. Kawanishi, H. Shibata, T. Yoshikawa. *Materials (Basel)*, **15** (5), 1796 (2022).
- [27] M. Lee, D. Mikulik, M. Yang, S. Park. *CrystEngComm*, **19**, 2036 (2017).
- [28] W. Luo, L. Li, Z. Li, X. Xu, J. Wu, X. Liu, G. Zhang. *Appl. Surf. Sci.*, **286**, 358 (2013).
- [29] J.L. Weyher, H. Ashraf, P.R. Hageman. *Appl. Phys. Lett.*, **95** (3), 031913 (2009).
- [30] H. Okumura, E. Sakuma, J.H. Lee, H. Mukaida, S. Misawa, K. Endo, S. Yoshida. *J. Appl. Phys.*, **61** (3), 1134 (1987).
- [31] S. Nakashima, H. Harima. *Phys. Status Solidi A*, **162**, 39 (1997).

Редактор А.Н. Смирнов

### Templates for homoepitaxial growth of 3C-SiC obtained by direct bonding of silicon carbide wafers of various polytypes

M.G. Mynbaeva, D.G. Amelchuk, A.N. Smirnov, I.P. Nikitina, S.P. Lebedev, V.Yu. Davydov, A.A. Lebedev

loffe Institute,  
194021 St. Petersburg, Russia

**Abstract** An approach of direct bonding of SiC wafers of differing polytypes has been implemented in order to create a template for cubic 3C-SiC homoepitaxy. Heteroepitaxial 3C-SiC layers grown by chemical vapor deposition were transferred onto a hexagonal 6H-SiC wafer. The results of structural characterization showed that the quality of 3C-SiC sublimation epitaxy on the templates is comparable to the level of epitaxy of cubic silicon carbide by chemical vapor deposition method. It was confirmed that the 3C-SiC layer transferred onto the 6H-SiC substrate plays the role of a crystalline „seed“ that determines cubic polytype of the overgrown SiC layer.