

SiC 单晶生长初期表面台阶及微管特性

仲光磊, 胡国杰, 王鹤静, 谢雪健, 杨祥龙, 彭 燕, 陈秀芳, 胡小波, 徐现刚

(山东大学新一代半导体材料研究院, 晶体材料国家重点实验室, 济南 250100)

摘 要: 晶体生长初期成核阶段的籽晶表面变化对后续晶体生长质量具有重要影响。采用光学显微镜对 SiC 生长初期的表面和微管形貌进行观察。在 8×10^4 Pa、1 800~2 100 °C 生长条件下, 籽晶表面出现了原子迁移产生的台阶。同时发现微管会严重干扰正常台阶流的运动, 并且微管处会形成一个圆形凹坑。在 2×10^4 Pa、2 150~2 300 °C 生长条件下, 发现籽晶表面中心已经形成了多个 SiC 晶核, 籽晶边缘附近的部分微管已经产生明显应力区, 且应力主要在紧贴微管并朝向边缘的区域, 证明了台阶流是由中心向边缘移动的。此外, 对加工后的衬底表面进行 AFM 观察, 发现其表面同样存在取向不同的台阶, 这可能与晶体生长初期的台阶形貌有关。

关键词: 微管; 碳化硅; 单晶; 台阶流; 晶体生长

中图分类号: TB34 文献标志码: A 文章编号: 0454-5648(2022)08-2239-06

网络出版时间: 2022-07-05



Surface Steps and Micropipes Characteristics in Initial Stage of SiC Single Crystal Growth

ZHONG Guanglei, HU Guojie, WANG Hejing, XIE Xuejian, YANG Xianglong, PENG Yan,
CHEN Xiufang, HU Xiaobo, XU Xiangang

(Shandong University, Institute of novel semiconductors, State Key Laboratory of Crystal Materials, Jinan 250100, China)

Abstract: The growth of crystal in the initial stage have an impact on the quality of crystal in the subsequent growth. In this paper, the surface and micropipes morphology of SiC in the initial stage of growth was investigated by optical microscopy. At 8×10^4 Pa and 1 800–2 100 °C, the growth step appears on the seed crystal surface due to the atomic migration. Also, the micropipes seriously disturb the movement of normal step flow, and a circular pit occurs around the micropipes. And no polytype transformation occurs at the micropipes. At 2×10^4 Pa and 2 150–2 300 °C, multiple SiC nuclei are formed in the center of the seed crystal surface. Obvious stress regions appear near the crystal edge due to the existence of micropipes. The stress is mainly in the region close to the micropipes and towards the crystal edge, indicating that the step flow moves from the center to the edge. In addition, SiC substrate was also characterized by atomic force microscopy, indicating that atom steps with different orientations appear on the substrate surface, which may originate from the step morphology of the crystal grown in the initial stage.

Keywords: micropipe; silicon carbide; single crystals; stage flow; crystal growth

收稿日期: 2022-01-11。 修订日期: 2022-02-03。

基金项目: 国家自然科学基金青年基金项目(52022052, 51902182, 62004118); 山东省自然科学基金项目(ZR2019JQ01, ZR2019BEM011, ZR2019BEM030); 山东省重点研发计划项目(2019JMRH0901, 2019JMRH0201); 山大基本业务项目(2019JCG010, 2020GN080), 山东大学“仲英青年学者”人才项目(彭燕)。

第一作者: 仲光磊(1995—), 男, 博士研究生。

通信作者: 谢雪健(1992—), 男, 研究员;

杨祥龙(1990—), 男, 副教授。

Received date: 2022-01-11. Revised date: 2022-02-03.

First author: ZHONG Guanglei (1995—), male, Doctoral candidate.

E-mail: zhongguanglei@mail.sdu.edu.cn

Correspondent author: XIE Xuejian (1992—), male, Professor;

YANG Xianglong (1990—), male, Associate Professor.

E-mail: xiexj@sdu.edu.cn; yangxl2016@sdu.edu.cn

碳化硅(SiC)是第三代半导体材料, 具有较大的禁带宽度、较高的热导率以及较高的饱和电子迁移率等优良的物理性质, 常被用于高温、高频、抗辐射、节能、通信等领域。制作出的 SiC 基电子器件具有尺寸小、正向导通电阻小、开关损耗低、响应频率高等优点。因此 SiC 具有很高的应用价值, 已经应用的领域有 5G 通信、智能电网、轨道交通、雷达探测等, 特别是 SiC 基 MOSFET 在电动汽车中的应用, 比 Si 基 IGBT 在电动汽车中的整体工作效率高 90%, 会为 SiC 带来很好的市场效益^[1-2]。

虽然碳化硅电力电子器件在极端物理环境领域的性能表现远高于 Si 基电力电子器件, 但 SiC 基电力电子器件在适用领域并未完全取代 Si 基电力电子器件, 主要原因之一是碳化硅衬底的生产成本较高, 单晶的成品率低。影响单晶质量的主要因素有晶体的结晶质量、是否存在其它多型体、微管和位错等。这些缺陷的产生与否与晶体生长初期成核阶段密切相关。SiC 不同多型体的根本区别是 Si、C 原子层中原子排列的结构及周期性不同^[3]。D. D. Avrov 等^[4-5]研究发现抑制宏观宽台阶的形成可以提高晶型的稳定性, 并且宏观台阶的形成与气相成分中的 Si/C 比及生长温度有关。相比于宽的宏观台阶, 窄宏观台阶的情况下, 台阶密度更大, 因此沉积到衬底台阶上的原子可获得充足的原子排列信息, 抑制多型的产生。此外, 微管缺陷的存在会导致器件的失效。微管是具有较大伯格矢量的超级螺位错, 其形成原因主要有籽晶继承和籽晶表面出现硅滴和碳夹杂物^[6-9]。在碳化硅的生长工艺中, 生长初期成核阶段的籽晶表面情况对后续生长的晶体质量会产生重要影响。因此, 开展预生长阶段及生长前期的表面形貌及微管特性研究, 对提高晶体质量及降低微管密度具有重要的意义。

本工作利用光学显微镜对预生长阶段 SiC 晶体的表面台阶形貌及微管特性进行了研究。通过分析不同生长阶段的台阶与微管的相互作用, 为提高晶体晶型稳定和抑制微管产生提供一定指导。

1 实验

1.1 样品制备

将 4H-SiC 籽晶的(000 $\bar{1}$)面(C 面)作为生长面, 放入石墨坩埚中, 在压力约 8×10^4 Pa、顶部测温 1 800~2 100 °C 的条件下, 生长 3~5 h, 称其为样品 A。

将同类 4H-SiC 晶片的(0001)面(Si 面)作为生长面, 然后在生长温度 2 150~2 300 °C, 生长压力在约

2×10^4 Pa 条件下, 生长 6~10 h, 称该样品为样品 B。

利用物理气相传输法(PVT)生长 SiC 晶锭, 将晶锭进行切磨抛处理, 得到 SiC 衬底, 并对衬底 Si 面进行化学机械抛光(CMP), 获得原子级台阶的 SiC 衬底, 将该样品称为样品 C。

1.2 样品表征

采用光学显微镜(OLYMPUS MX61)观察样品 A 和样品 B 的生长面的台阶和微管形貌, 并对样品 A 表面的微管利用激光共聚焦显微镜(LEXT, OLS4100)和拉曼光谱仪(LabRAM HR800)进行三维表面形貌和晶型表征。

采用原子力显微镜(AFM, Dimension Icon), 用轻敲模式对化学机械抛光后的 4H-SiC 衬底样品 C 的(0001)面中心及边缘四点进行测试, 观察 SiC 衬底不同位置原子台阶变化。测试过程中固定 SiC 衬底的位置及方向, 移动 AFM 探针, 测试范围为 $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ 。

2 结果与讨论

2.1 预生长阶段 C 面籽晶原子的迁移

对样品 A 利用光学显微镜观察籽晶表面的形貌, 发现衬底上的原子已经发生迁移形成台阶, 并且存在 2 种台阶结构: 一种是在籽晶边缘比较规则的平行台阶; 一种是在籽晶中心无规则的台阶, 如图 1 所示。平行台阶又分为距边缘 5 mm 内的较密台阶, 介于边缘和中心的较疏台阶, 如图 2 所示。籽晶中心与边缘台阶形貌的不同主要与籽晶表面的温度分布有关。由于籽晶边缘温度较高, 此处的原子获得的活化能更高, 有利于窄台阶的形成; 而籽晶中心由于温度较低, 仅形成低密度、无规则的台阶形貌。这与 Avrov 等^[4]报道的可以通过提高温度来进行降低台阶特征参数值(台阶宽度)的现象一致。

同时, 在该衬底可以明显得看到生长初期的微管情况, 微管会严重干扰正常台阶流的形成, 并且微管处会形成一个圆形凹坑, 如图 3 所示。在该生长条件下, 圆形凹坑深度约 $0.37 \mu\text{m}$, 圆形凹坑直径约为 $154.94 \mu\text{m}$ 。Wook Bahng 等^[9]对同质外延生长 SiC 的初期表面形貌进行观察, 也发现微管处圆形凹坑的存在, 其对圆型凹坑的形成解释为源气体对微管的刻蚀和微管附近区域表面生长共同作用的效果。对微管中心 A, 边缘 B 和外围 C 进行拉曼测试, 结果如图 4 所示。发现各位置的 Raman 峰位基本相同, 表明微管形成的凹坑不会影响晶型的稳定。但是,

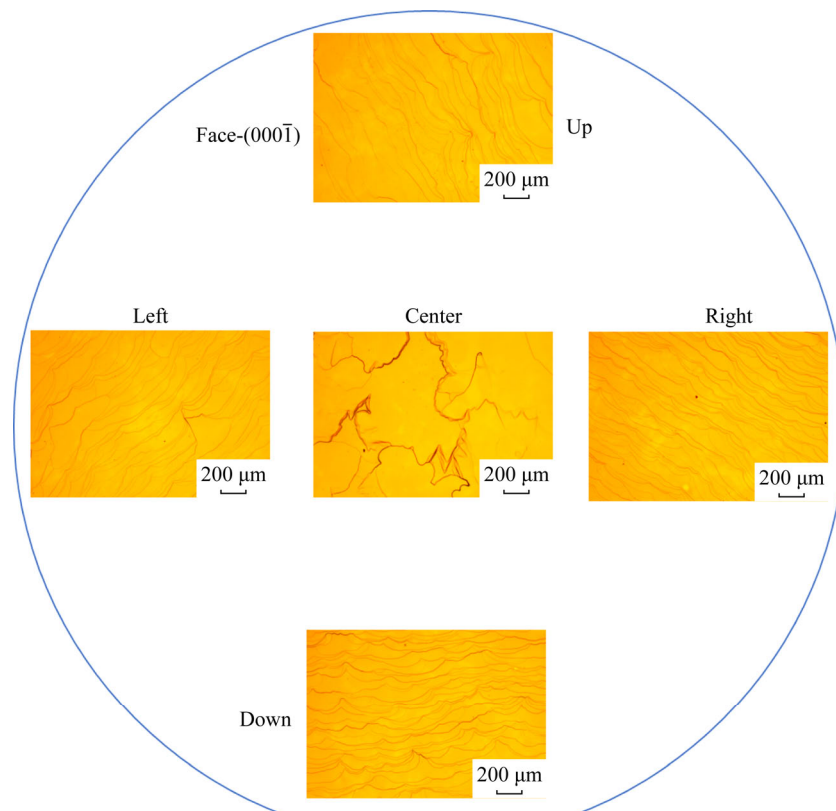
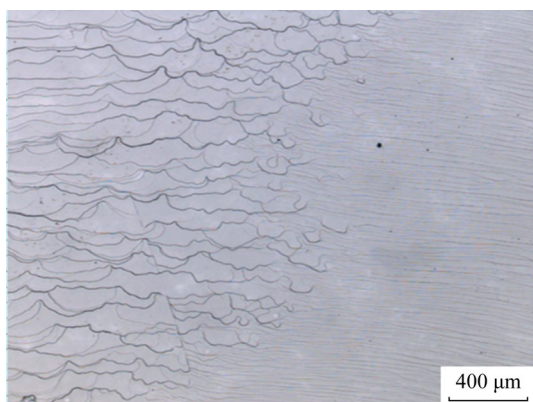
图 1 8×10^4 Pa、1 800~2 100 °C 生长 3~5 h 时 SiC 籽晶表面形貌Fig. 1 Surface morphology of the SiC seed crystal at 8×10^4 Pa and 1 800–2 100 °C for 3–5 h

图 2 边缘平行台阶流的疏密分界线

Fig. 2 Density dividing line of parallel step flow at the edge of SiC seed

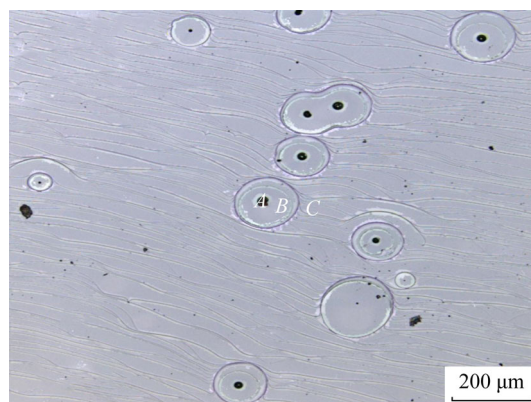


图 3 微管导致台阶流向的畸变

Fig. 3 Distortion of step flow caused by micropipes

微管的中心 A 处会形成 488 cm^{-1} 的峰。 488 cm^{-1} 的峰是游离的碳峰位, 因此, 微管中心会发生碳化形成碳单质。另外, Sanchez 等通过研究得到微管腔的内部填充碳^[10]。初期微管的圆坑区域仅中心的黑色区 A 包含较多的碳单质, 其余位置不包含碳单质。

2.2 前期生长阶段 Si 面形貌

将 4H-SiC 晶片 Si 面作为生长面, 生长温度 2 150~2 300 °C, 生长压力约 2×10^4 Pa, 晶体生长 6~10 h。对样品 B 的表面形貌利用光学显微镜进行

观察, 籽晶的中心已经形成了多个成核点, 各成核点的台阶会产生明显的相交线, 如图 5 所示。因此, 生长初期各成核点的台阶流不相互影响。边缘各处的微管会将其附近的台阶吸引到微管的黑色露头处, 并且在台阶流的下游畸变区内部形成较“平滑”的应力区域, 如图 6 所示。同时发现, 边缘区域所形成的微管均是具有相反 Burgers 矢量(Burgers vector)群的微管类型。该晶片边缘没有发现形成具有相同伯格矢量群的微管类型。因此推测, 由于微管是一个微型管道, SiC 台阶流外扩到微管处会

导致台阶流正常外扩受阻,引起台阶流发生畸变,更容易生成具有相反伯格矢量群的微管类型。对

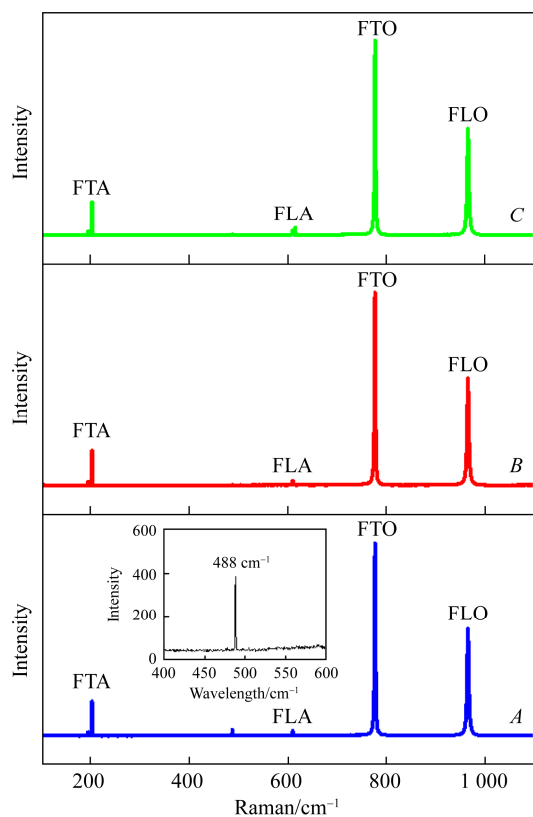


图4 微管形成的圆形凹坑及附近的A、B、C三处的拉曼峰位(插图为A区域拉曼的局部放大图)

Fig. 4 Raman peaks at circular pit formed by micropipes with A, B points and nearby C point (The illustration is an enlarged view of Raman at point “A”)

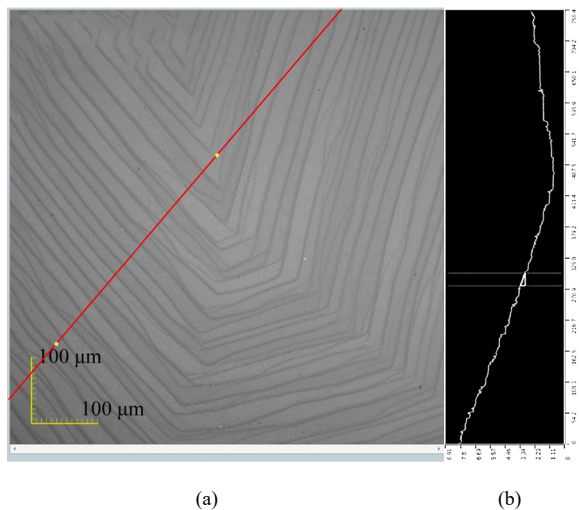
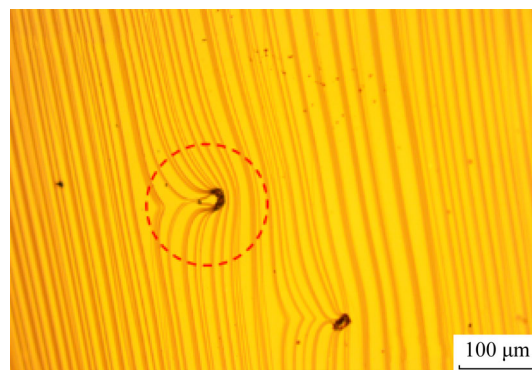
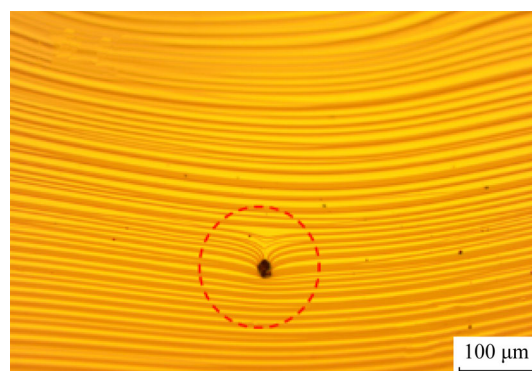


图5 (a) 样品B表面中心3个成核点的交界; (b) 图5a红线处表面台阶形貌侧视图

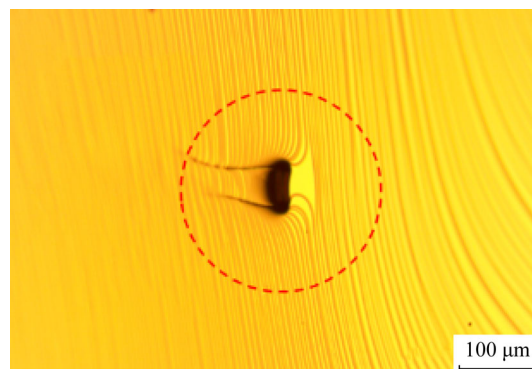
Fig. 5 (a) Junction of three nucleation points in the center of the sample B; (b) Side view of surface morphology at the red line of Fig. 5a



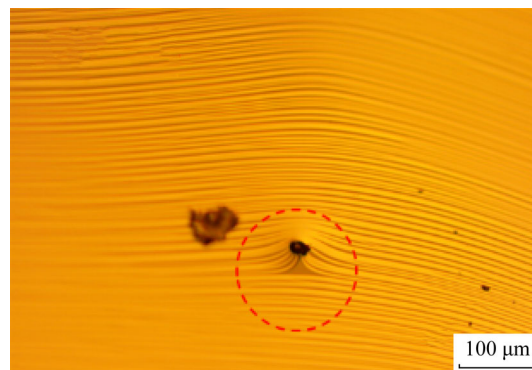
(a) Left



(b) Up



(c) Right



(d) Down

图6 对样品B的(a)左边缘(b)上边缘(c)右边缘(d)下边缘的微管附近台阶进行观察(微管被虚线圈出)

Fig. 6 Observe the steps near the micropipes at the (a) left edge (b) upper edge (c) right edge (d) lower edge of the sample B (micropipes are circled by dotted lines)

图 6c 中微管附近区域进行三维形貌观察, 发现生长温度 2 150~2 300 °C, 压力 2×10^4 Pa, 生长 6~10 h 的晶体表面台阶流是波浪状, 微管处由于对台阶流外扩的阻碍作用, 产生一个凸起, 如图 7 所示。

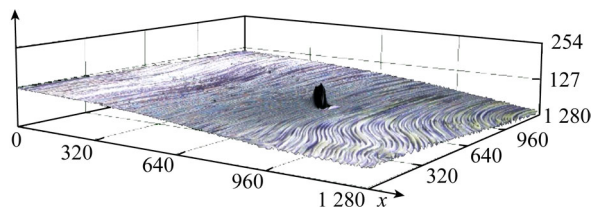


图 7 对图 6c 微管附近表面的三维表面形貌图

Fig. 7 Three-dimensional surface topography of the surface near the micropipe in Fig. 6(c)

2.3 抛光衬底的 Si 面台阶形貌

为了研究抛光后晶体表面的原子台阶与生长阶段台阶流的相关性。选用一块利用 PVT 法生长的 SiC 晶锭, 并对其进行切割和化学机械抛光, 获得的晶片作为样品 C。通过对样品 C 的 Si 面进行 AFM 测试, 发现 SiC 衬底不同区域台阶的宽度和走向也不相同, 结果如图 8 所示。文献[10]对 SiC 和蓝宝石衬底进行了表面台阶形貌研究, 其对 CMP 后的

SiC 衬底不同位置的原子台阶的方向和宽度归结为 SiC 晶体的硬度较高, SiC 衬底在加工过程中表面的不同位置的晶向相对 c 轴出现偏差导致不同区域台阶的密度和走向不同。其还有另一种可能, 源自生长过程中其晶体本身的台阶方向, 这和晶体生长初期的表面宏观台阶取向规律类似。因此, AFM 测试得到的籽晶表面台阶的形貌可能起源于晶体的生长初期的台阶形貌。

表面台阶夹角 θ 可以对应于晶体表面的偏角。由于台阶的 θ 角度的大小不一, 可以反映出在不同位置的 SiC 衬底 Si 面的偏向是大小不一的, 结构模型如图 9 所示。对 Si 面的台阶进行尺寸测量, 并利用公式(1)求夹角 θ , 如表 1。由于碳化硅加工过程存在偏差, AFM 测量得到的 θ 值在可接受范围内, 其中左边区域 AFM 图的偏角和中心区域 AFM 的台阶偏角均为 0.085° , 但其台阶宽度和走向却不同, 因此台阶流的宽度和走向可能不仅仅与晶向的偏差有关。经过式(1)的理论计算, 当偏角 θ 为 0.09° 时, 台阶理论宽度 159 nm, 与 AFM 测量得出的台阶宽度为 199 nm 基本一致。

$$\tan \theta = \frac{h}{w} \quad (1)$$

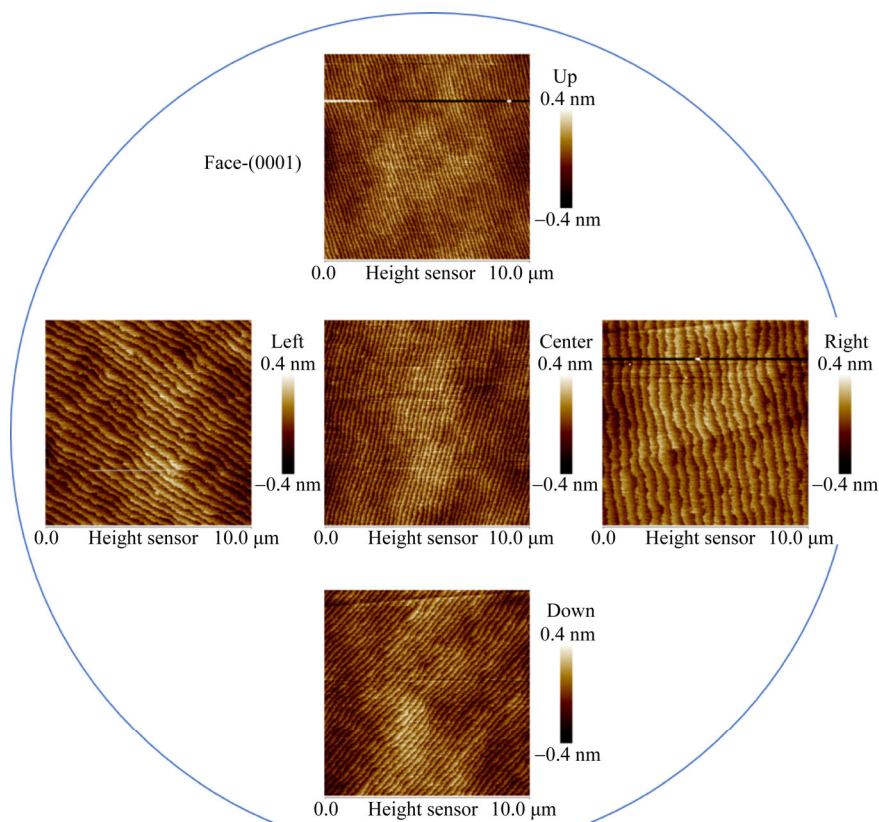


图 8 CMP 后的 4H-SiC 的(0001)面(Si 面)原子级台阶

Fig. 8 Atomic-level steps of (0001) face of 4H-SiC after CMP

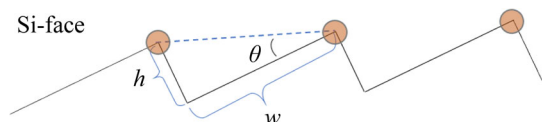


图9 Si面原子台阶的理论结构模型

Fig. 9 Theoretical structure model of atomic steps on Si surface

表1 CMP后Si面不同位置的台阶

Table 1 Steps at different positions of Si surface after CMP

Orientation	Position	h/nm	w/nm	$\tan\theta$	$\theta/(\text{°})$
$\langle 1\bar{1}00 \rangle$	Up	0.360	188	0.001 914	0.110
$\langle 1\bar{1}00 \rangle$	Center	0.323	219	0.001 475	0.085
$\langle 1\bar{1}00 \rangle$	Down	0.325	199	0.001 633	0.094
$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	Left	0.355	240	0.001 479	0.085
$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	Center	0.323	219	0.001 475	0.085
$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	Right	0.309	560	0.000 552	0.032

3 结论

采用光学显微镜对 SiC 生长初期的表面和微管形貌进行观察。在采用 4H-SiC 籽晶的 C 面作为生长面, 8×10^4 Pa、1 800~2 100 °C 生长条件下, 晶体原生面出现了原子迁移产生的台阶。同时发现微管会严重干扰正常台阶流的运动, 并且微管处会形成一个圆形凹坑, 凹坑深度约 0.37 μm , 并且未出现多型转化。在采用 4H-SiC 籽晶的 Si 面作为生长面, 2×10^4 Pa、2 150~2 300 °C 生长条件下, 发现籽晶表面中心已经形成了多个 SiC 晶核, 籽晶边缘附近的部分微管已经产生明显应力区, 且应力主要在紧贴微管并朝向边缘的区域, 证明了台阶流是由中心向边缘移动的。同时, 由于微管阻碍台阶流的外扩产生一个凸起。对加工后的衬底表面进行 AFM 观察, 发现其表面同样存在取向不同的台阶, 这可能与晶

体生长初期的台阶形貌有关, 需要进一步研究。

参考文献:

- [1] 但昭学, 郑泰山. 第三代半导体器件在新能源汽车(EV/HEV)上的应用[J]. 机电工程技术, 2016, 45(2):41–45.
DAN Zhaoxue, ZHEN Taishan. Mecha Electr Eng Technol (in Chinese), 2016, 45(2): 41–45.
- [2] 王学梅. 宽禁带碳化硅功率器件在电动汽车中的研究与应用[J]. 中国电机工程学报, 2014, 34(3): 371–379.
WANG Xuemei. Proceed CSEE (in Chinese), 2014, 34(3): 371–379.
- [3] DAULTON T L, BERNATOWICZ T J, LEWIS R S, et al. Polytype distribution of circumstellar silicon carbide: Microstructural characterization by transmission electron microscopy[J]. Geochim Cosmochim AC, 2003, 67(24): 4743–4767.
- [4] AVROV D D, LEBEDEV A O, TAIROV Y M. Polytype inclusions and polytype stability in silicon-carbide crystals[J]. Semiconductors, 2016, 50(4): 494–501.
- [5] AVROV D D, DOROZHNIKIN S I, LEBEDEV A O, et al. Optimization of structural perfection of 4 H-polytype silicon carbide ingots[J]. Semiconductors, 2009, 43(9): 1248–1254.
- [6] PIROUZ P. On micropipes and nanopipes in SiC and GaN[J]. Philos Mag A, 1998, 78(3): 727–736.
- [7] LIU J, GAO J, CHENG J, et al. Model for micropipe formation in 6H-SiC single crystal by sublimation method[J]. Mater Lett, 2005, 59(18): 2374–2377.
- [8] YANG J W, SONG H P, JIAN J K, et al. Characterization of morphological defects related to micropipes in 4H-SiC thick homoepitaxial layers[J]. J Cryst Growth, 2021, 568/569: 126182.
- [9] WOOK B H, HUI J C, IN H K, et al. Selective Etching of Micropipes during Initial Homoepitaxial Growth Stage on nearly on-axis 4H-SiC Substrates[C]//International Conference on Silicon Carbide and Related Materials. Pittsburgh, Pennsylvania, USA, 2006.
- [10] SANCHEZ E K, KUHR T, HEYDEMANN V D. Formation of thermal decomposition cavities in physical vapor transport of silicon carbide[J]. J Electron Mater, 2000, 29(3): 347–335.
- [11] ZHOU Y, PAN G, SHI X, et al. Effects of ultra-smooth surface atomic step morphology on chemical mechanical polishing (CMP) performances of sapphire and SiC wafers[J]. Tribol Int, 2015, 87: 145–150.