

## 4H-SiC 晶体中的层错研究

赵 宁<sup>1</sup>, 刘春俊<sup>1</sup>, 王 波<sup>1,2</sup>, 彭同华<sup>1,2</sup>

(1. 北京天科合达半导体股份有限公司, 北京 102600; 2. 新疆天科合达蓝光半导体有限公司, 石河子 832000)

**摘 要:** 采用物理气相传输法(PVT法)在 4 英寸(1 英寸=25.4 mm)偏<1120>方向 4°的 4H-SiC 籽晶的 C 面生长 4H-SiC 晶体。用熔融氢氧化钾腐蚀 4H-SiC 晶体, 并利用光学显微镜研究了晶体中的堆垛层错缺陷的形貌特征和生长过程中氮掺杂对 4H-SiC 晶体中堆垛层错缺陷的影响。结果显示, 4H-SiC 晶片表面的基平面位错缺陷的连线对应于晶体中的堆垛层错, 并且该连线的方向平行于<1100>方向。相对于非故意氮掺杂生长的 4H-SiC 晶体, 氮掺杂生长的 4H-SiC 晶体中堆垛层错显著偏多。然而, 在氮掺杂生长的 4H-SiC 晶体的小面区域, 虽然氮浓度高于其他非小面区域, 但是该小面区域并没有堆垛层错缺陷存在, 推测这主要是由于 4H-SiC 晶体小面区域特有的晶体生长习性导致的。

**关 键 词:** SiC; 基平面位错; 堆垛层错; 氮掺杂

中图分类号: TN34 文献标识码: A

## Stacking Faults in 4H-SiC Single Crystal

ZHAO Ning<sup>1</sup>, LIU Chun-Jun<sup>1</sup>, WANG Bo<sup>1,2</sup>, PENG Tong-Hua<sup>1,2</sup>

(1. Beijing Tankeblue Semiconductor Co. Ltd, Beijing 102600, China; 2. Xinjiang Tankeblue Semiconductor Co. Ltd, Shihezi 832000, China)

**Abstract:** Thenitrogen doped and unintentional nitrogen doped 4H-SiC single crystals were grown by PVT method on the C-terminated 4H seeds offcut by 4° from the *c*-face towards the <1120> axis, respectively. Optical microscope was used to investigate the characteristic of stacking fault defects and the effects of nitrogen doped on stacking fault defects in 4H-SiC single crystals etched by molten KOH etching. The result shows that the lines of the basal plane dislocation defect of the 4H-SiC wafer surface are corresponding to stacking fault defects in 4H-SiC single crystals, and the direction of the lines is parallel to <1100>. There are more stacking fault defects in 4H-SiC single crystals doped with nitrogen than that of unintentional nitrogen doped 4H-SiC single crystals. This phenomenon is consistent with published literatures in which high concentrations of nitrogen caused the formation of stacking fault defects in 4H-SiC single crystals. However, there is no stacking fault defect in the facet area for nitrogen doped 4H-SiC single crystals, although the nitrogen concentration in the facet area is higher than that in the other area, which is presumably due to specific crystal growth habit in the facet area of 4H-SiC single crystal.

**Key words:** SiC; basal plane dislocation; stacking faults; nitrogen-doped

收稿日期: 2017-06-14; 收到修改稿日期: 2017-08-26

基金项目: 国家高技术研究发展计划(2014AA041402); 北京市科技新星计划(Z141103001814088); 新疆兵团重点领域创新团队

National High Technology Research and Development Program of China (2014AA041402); New Star Project of Beijing Science and Technology(Z141103001814088); Xinjiang Corps Key Areas of Innovation Team Program

作者简介: 赵 宁(1986-), 男, 硕士. E-mail: zhaoning10086@foxmail.com

通讯作者: 彭同华, 研究员. E-mail: pengtonghua1115@sina.com

碳化硅(SiC)是目前发展较为成熟的宽禁带半导体材料之一,具有宽禁带、高击穿电场、高饱和电子漂移速度和高导热性等优异性能,是制作高温、高频、大功率和低损耗器件的优良材料<sup>[1-2]</sup>。目前,已有多种 SiC 器件问世并逐步得到应用,如 P-i-N 二极管、肖特基二极管、MOSFET、光导开关<sup>[3]</sup>等。但是,目前 SiC 单晶材料仍然存在一些缺陷,如微管、多型、位错、堆垛层错等<sup>[4-7]</sup>,这在很大程度上限制了 SiC 材料的应用<sup>[8-9]</sup>。微管作为碳化硅晶体的特有缺陷,经过行业多年深入研究,已清楚其产生和演变机理,目前科锐(Cree)公司已能够提供零微管的碳化硅衬底<sup>[10]</sup>。堆垛层错作为 SiC 晶体中的一种面缺陷,在 SiC 衬底外延过程中会繁衍到外延层中,从而降低外延层的质量并影响最终 SiC 器件的性能。Liu 等<sup>[11]</sup>对在 PVT 法生长过程中通氮气掺杂的 4H-SiC 晶片进行了研究,在晶片中心区域观察到堆垛层错,他认为堆垛层错的形成是由于电子从导带到量子阱态的跃迁造成的。Kuhr 等<sup>[12]</sup>研究了高温退火对 4H-SiC 晶体中堆垛层错的影响,高温退火后晶体中的堆垛层错密度大幅增加,理论和实验结果表明重掺杂氮会导致 4H-SiC 晶体中自发形成堆垛层错。Kato 等<sup>[13]</sup>研究了在 4H-SiC 晶体生长过程中重掺杂氮对堆垛层错的影响,结果表明重掺杂氮的生长区域会产生堆垛层错,未掺杂氮的生长区域不会产生堆垛层错。Kato 还发现堆垛层错产生于晶体生长初期,主要是由晶体生长初期速率较低,氮掺杂浓度相对较高导致的。Okojie 等<sup>[14]</sup>研究了 SiC 衬底外延生长过程中堆垛层错的产生机理,认为是衬底与外延层间氮掺杂浓度差异引起的应力导致堆垛层错的产生。道康宁(Dow Corning)公司研究发现当碳化硅衬底中的氮浓度超过一定水平时,衬底表面的划痕处在高温退火时会形成堆垛层错<sup>[15]</sup>。实际产业化过程中,导电型 4H-SiC 晶体需要引入氮掺杂来调控晶体的导电性,为了控制导电型 4H-SiC 晶体中的堆垛层错缺陷,堆垛层错缺陷形成机理以及氮掺杂浓度对晶体中堆垛层错缺陷的影响值得进一步深入研究。

本工作用熔融 KOH 腐蚀 SiC 晶片,并用光学显微镜研究了 4H-SiC 晶体中堆垛层错缺陷的形貌特征;然后研究了非故意掺杂氮与掺杂氮、晶体中氮浓度较高的小面区域与非小面区域对堆垛层错缺陷的影响,并对相应机理进行了分析。

## 1 实验方法

首先采用物理气相传输法(即 PVT 法)在 4 英寸

偏 $\langle 1120 \rangle$ 方向  $4^\circ$  的 4H-SiC 籽晶的 C 面进行晶体生长,获得两根 4H-SiC 晶体,生长气氛分别为氩氮混合气(其中氮浓度 2%)和纯氩气,生长的晶体分别标记为晶体(N)和晶体(Ar)。将晶体(N)的籽晶切掉,然后分别沿平行和垂直于(1100)方向进行纵向和横向切片,得到厚度分别为 0.8 mm 的(1100)切片和 0.4 mm 的(0001)切片;晶体(Ar)沿垂直于(1100)方向进行横向切片,得到厚度为 0.4 mm 的(0001)切片。图 1(I)为晶体(N)的(1100)切片结构示意图,图 1(II)为晶体(N)的(0001)切片示意图,图 1(III)为晶体(Ar)的(0001)切片示意图。对所得(1100)切片的 Si 面和两个平行于(1100)的侧面及(0001)切片的 Si 面进行化学机械抛光,抛光后的切片在  $500^\circ\text{C}$  熔融态的 KOH 中腐蚀 20 min,采用光学显微镜观测堆垛层错的形貌。

## 2 结果与讨论

图 1(I)的面 DCGH 是(1100)切片的 Si 面。图 2 是(1100)切片在  $500^\circ\text{C}$  熔融态的 KOH 中腐蚀 20 min 后 Si 面 Q 位置的光学显微镜照片。从图 2 中可见 7 条相互平行的条纹(下文称平行条纹),条纹上分布着贝壳形的基平面位错,平行条纹的方向垂直于(1100)。图 2 中贝壳形为基平面位错。图 2 中平行条纹为堆垛层错,是由相邻基平面位错在热应力的作用下滑移而产生的<sup>[14,16]</sup>。一般认为 SiC 晶体中的

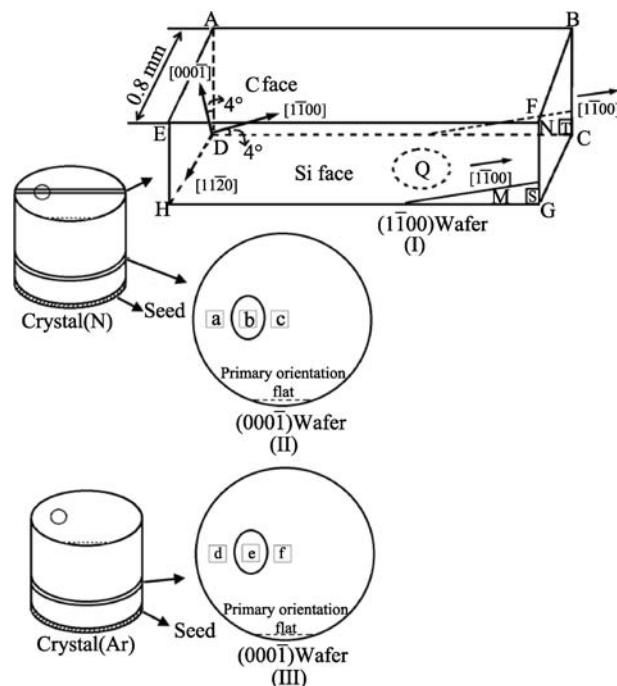


图 1 平行和垂直于(1100)方向的晶体切片示意图

Fig. 1 Schematic of wafers sliced from grown crystals parallel and perpendicular to the (1100)

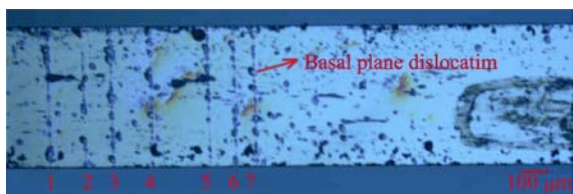


图 2 (1100)切片在 500℃熔融态的 KOH 中腐蚀 20 min 后 Si 面 Q 位置的光学显微镜照片

Fig. 2 OM image of the position Q of Si-face of the (1100) wafer etched in the molten KOH at 500℃ for 20 min

堆垛层错形成能很小, 约为  $14.7 \text{ mJ/m}^2$ , 这就造成在 SiC 晶体中很容易产生堆垛层错<sup>[17]</sup>。

图 3(a)是(1100)切片侧面 EFGH 观测位置 M 的 S 观测点的光学显微镜照片, 可见大量有一定偏斜角度的平行条纹, 平行条纹长短不一, 经测量, 平行条纹与切片 Si 面的夹角为  $4^\circ$ , 即平行于(0001)面。然后在另一侧面 ABCD 选取与 S 观测点对称的 T 观测点, 图 3(b)是该观测位置的光学显微镜照片。与图 3(a)相同, 可见大量有一定偏斜角度的平行条纹, 平行条纹长短不一, 经测量, 平行条纹与切片 Si 面的夹角为  $4^\circ$ , 即平行于(0001)方向。

将图 3(a)与图 3(b)做对称处理, 可见两图中平行条纹为对称关系, 即该平行条纹贯穿于晶体中, 该缺陷为 SiC 晶体中的堆垛层错, 如图 3 所示, 其方向平行于(0001)。

图 4(a)是(1100)切片 Si 面 DCGH 的 CG 侧的光学显微镜照片, 图 4(b)是切片侧面 ABCD 的 BC 侧的光学显微镜照片, 将两张光学显微镜照片沿(1100)切片的棱 CD 拼接得到图 4(c)。从图 4(c)可见, 红色虚线箭头与红色虚线框均指示(1100)切片 Si 面的平行条纹与切片侧面平行条纹相连, 表明二者存在对应关系, 即切片 Si 面上的平行条纹是 SiC 晶体中堆垛层错与 Si 面的交线, 堆垛层错沿平行于(0001)方向生长延伸, 如图 5 所示。

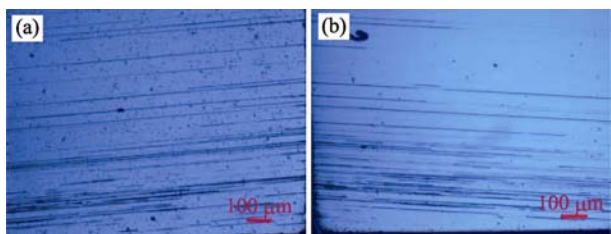


图 3 (a)腐蚀后的(1100)切片观测点 S 的光学显微镜照片和 (b)腐蚀后的(1100)切片与观测点 S 对称的观测点 T 的光学显微镜照片

Fig. 3 (a) OM image of the point S of side face of the etched (1100) wafer and (b) OM image of the point T which is symmetrical to the point S of side face of the etched (1100) wafer

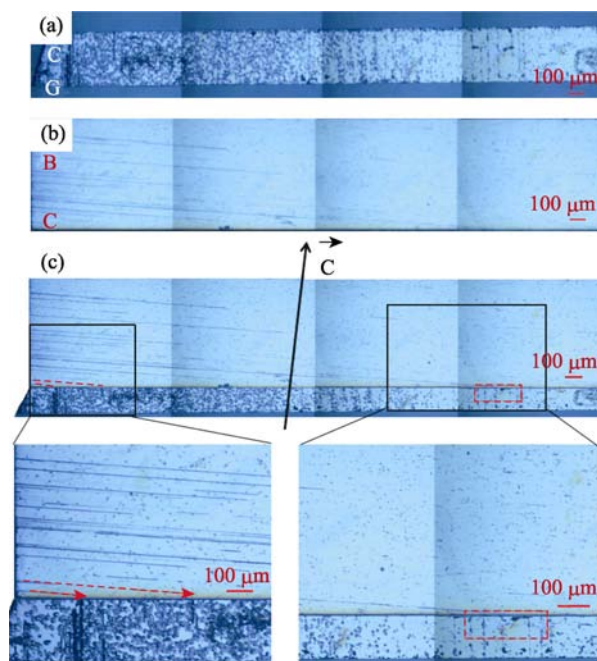


图 4 (a)腐蚀后的(1100)切片 DCGH 面的 CG 侧的光学显微镜照片, (b)腐蚀后的(1100)切片侧面 ABCD 的 BC 侧的光学显微镜照片和(c)图(a)与图(b)的拼接照片

Fig. 4 (a) OM image of the end CG of DCGH face of the etched (1100) wafer, (b) OM image of the end BC of ABCD face of the etched (1100) wafer and (c) stitching OM image of (a) and (b)

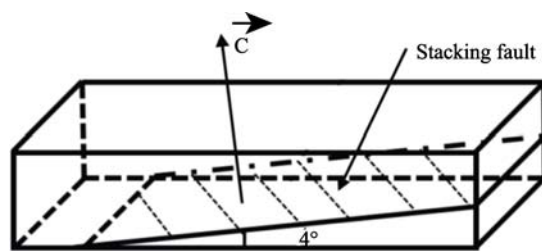


图 5 SiC 晶体中堆垛层错的特征

Fig. 5 Characteristic of stacking fault in SiC crystal

图 6(a)~(c)和(d)~(f)分别为 KOH 腐蚀后晶体(N)和晶体(Ar)的(0001)切片的光学显微镜照片, 图 6(a)~(c)和(d)~(f)分别对应图 1 (II)中的位置 a~c 和图 1 (III)中的位置 d~f, 其中位置 b 和 e 分别处于切片小面区域, 碳化硅晶体的小面是极性面(0001)作为生长面在晶体生长过程中表现出来的。如图所示, 图 6(a)和(c)中存在大量堆垛层错缺陷, 密度分别为  $5.4 \times 10^2 / \text{cm}^2$  和  $6.7 \times 10^2 / \text{cm}^2$ ; 图 6(d)和(f)中存在少量堆垛层错缺陷, 密度均为  $2.6 \times 10^1 / \text{cm}^2$ , 而小面位置图 6(b)和(e)中均未见堆垛层错缺陷。

非小面区域氮掺杂晶体的堆垛层错缺陷密度远高于非故意氮掺杂的晶体; 但是在氮掺杂晶体的小面区域并没有发现堆垛层错缺陷。通常认为, SiC 晶体中氮掺杂浓度的增加容易导致晶体中产生堆垛层

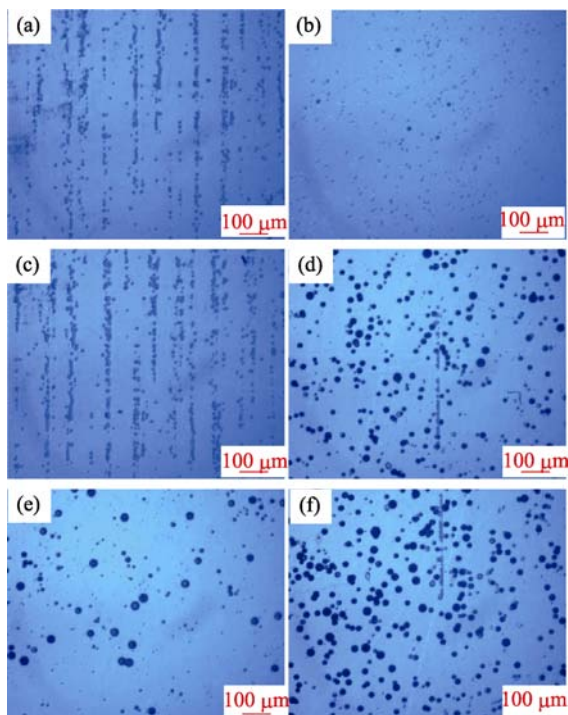


图6 腐蚀后的(0001)切片不同位置的光学显微镜照片  
Fig. 6 OM images of the different positions of the etched (0001) wafer

错缺陷,故掺氮生长的晶体(N)非小面区域的堆垛层错密度远大于未掺氮生长的晶体(Ar)<sup>[13,18]</sup>。PVT法生长的SiC晶体存在一个生长小面,由于生长机制的不同<sup>[19]</sup>,晶体中小面区域氮浓度明显高于非小面区域的氮浓度。不同于通常文献报道的氮浓度高容易导致堆垛层错增多的规律<sup>[13,18]</sup>,本实验结果显示:虽然晶体小面区域的氮浓度高于非小面区域,但是在小面区域并未见堆垛层错缺陷。这主要是由于SiC晶体小面区域和非小面区域的生长习性不同导致的,现有研究表明,SiC晶体小面区域的微观台阶结构不同于非小面区域,小面处台阶高度低于非小面区域,通常为1个单胞高度,台阶的宽度大于非小面区域<sup>[19]</sup>。Takahashi等<sup>[20]</sup>通过原子结构模型分析认为,4H-SiC的(1100)面是由(3304)和(3304)亚原子层组成的。在(3304)和(3304)亚原子层的一个Si-C层内,其Si-C键存在两种不同且能量相近的配置。堆垛层错的产生就是上述位置在生长过程中出现错排导致的。SiC台阶结构的高度方向对应的主要为(1100)面,在小面区域主要为1个单胞高度的台阶流动生长模式,SiC晶格堆垛顺序比较容易从晶体台阶侧向传递出来。但是,在非小面区域存在台阶束的聚集,台阶高度达到几个到数百个单胞高度,台阶侧面存在大量的两种不同且能量相近的配置<sup>[20]</sup>,容易导致SiC晶格堆垛顺序出现错排,从而引起堆

垛层错缺陷。因此,由于SiC晶体小面区域特殊的生长习性导致尽管小面区域的氮浓度高于非小面区域,但是在小面区域并未出现堆垛层错缺陷。

### 3 结论

通过对4H-SiC晶体中堆垛层错缺陷形貌特征的研究,发现4H-SiC晶片表面的基平面位错缺陷的连线对应于晶体中的堆垛层错缺陷,且该连线的方向平行于<1100>方向。非小面区域氮掺杂生长的晶体堆垛层错密度高于非故意氮掺杂生长的晶体。尽管氮掺杂生长的SiC晶体的小面区域的氮浓度高于非小面区域,但是在晶体小面区域并不存在堆垛层错缺陷,这主要是由于SiC晶体的小面区域和非小面区域不同的生长习性导致的。

### 参考文献:

- [1] 彭同华,刘春俊,王波,等.宽禁带半导体碳化硅单晶生长和物性研究进展.人工晶体学报,2012,(s1):234-241.
- [2] PENG T H, YANG H, JIAN J K, *et al.* Factors affecting the formation of misoriented domains in 6H-SiC single crystals grown by PVT method. *J. Cryst. Res. Technol.*, 2009, **44**(4): 357-362.
- [3] CHANG SHAO-HUI, LIU XUE-CHAO, HUANG WEI *et al.* Preparation and properties of lateral contact structure SiC photoconductive semiconductor switches. *Journal of Inorganic Materials*, 2012, **27**(10): 1058-1062.
- [4] ZHANG FU-SHENG, CHEN XIU-FANG, CUI YING-XIN *et al.* Defects in Ge doped SiC crystals. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, **31**(11): 1166-1170.
- [5] WANG B, PENG T H, LIANG J K, *et al.* Characterizations and formation mechanism of a new type of defect related to nitrogen doping in SiC crystals. *Appl. Phys. A*, 2014, **117**(3): 1563-1569.
- [6] LIU C J, CHEN X L, PENG T H, *et al.* Step flow and polytype transformation in growth of 4H-SiC crystals. *J. Cryst. Growth*, 2014, **394**(3): 126-131.
- [7] SUN W, SONG Y T, LIU C J, *et al.* Basal plane dislocation-threading edge dislocation complex dislocations in 6H-SiC single crystals. *Mater. Express*, 2015, **5**(1): 63-67.
- [8] PENG T H, LOU Y F, JIN S F, *et al.* Debye temperature of 4H-SiC determined by X-ray powder diffraction. *Powder Diff.*, 2009, **24**(4): 311-314.
- [9] LIU C J, PENG T H, WANG S C, *et al.* Formation mechanism of type 2 micropipe defects in 4H-SiC crystals. *Crystengcomm*, 2013, **15**(7): 1307-1313.
- [10] LEONARD R T, KHLEBNIKOV Y, POWELL A R, *et al.* 100 mm 4H-SiC wafers with zero micropipe density. *Mater. Sci. Forum*, 2008, **600-603**: 7-10.
- [11] LIU J Q, CHUNG H J, KUHR T, *et al.* Structural instability of 4H-SiC polytype induced by n-type doping. *Appl. Phys. Lett.*, 2002, **80**(12): 2111-2113.
- [12] KUHR T A, LIU J Q, CHUNG H J, *et al.* Spontaneous formation of stacking faults in highly doped 4H-SiC during annealing. *J. Appl. Phys.*, 2002, **92**(10): 5863-5871.



- [13] KATO T, MIURA T, WADA K, *et al.* Defect and growth analysis of SiC bulk single crystals with high nitrogen doping. *Mater. Sci. Forum*, 2007, **556–557**: 239–242.
- [14] OKOJIE R S, ZHANG M, PIROUZ P, *et al.* Residual stresses and stacking faults in n-type 4H-SiC epilayers. *Mater. Sci. Forum*, 2004, **457–460**: 529–532.
- [15] YANGY, GUO J, GOUE O, *et al.* Experimental verification of the model for formation of double Shockley stacking faults in highly doped regions of PVT-grown 4H-SiC wafers. *J. Cryst. Growth*, 2016, **452**: 35–38.
- [16] KATSUNOM, NAKABAYASHI M, FUJIMOTO T, *et al.* Stacking fault formation in highly nitrogen-doped 4H-SiC substrates with different surface preparation conditions. *Mater. Sci. Forum*, 2008, **600–603**: 341–344.
- [17] GALECKAS A, LINNROS J, PIROUZ P. Recombination-induced stacking faults: evidence for a general mechanism in hexagonal SiC. *Phys. Rev. Lett.*, 2006, **96(2)**: 025502.
- [18] PIROUZ P, ZHANG M, HOBGOOD H M, *et al.* Nitrogen doping and multiplicity of stacking faults in SiC. *Philos. Mag.*, 2006, **86(29/30/31)**: 4685–4697.
- [19] HERRO Z G, EPELBAUM B M, WEINGÄRTNER R, *et al.* AFM investigation of interface step structures on PVT-grown (0001) Si 6H-SiC crystals. *J. Cryst. Growth*, 2004, **270(1/2)**: 113–120.
- [20] TAKAHASHI J, OHTANI N, KASTSUNO M, *et al.* Sublimation growth of 6H- and 4H-SiC single crystals in the [1100] and [1120] directions. *J. Cryst. Growth*, 1997, **181(3)**: 229–240.