

승화법에 의한 6H-SiC 단결정 성장 : (I) 성장결함생성기구

김화목, 강승민*, 주 경*, 심광보, 오근호

한양대학교 세라믹공학과, 서울, 133-791

*영도기술연구소, 서울, 134-012

6H-SiC single crystal growth by the sublimation method : (I) the formation mechanism of growth defects

Hwa Mok Kim, Seung Min Kang*, Kyoung Joo*, Kwang Bo Shim and Keun Ho Auh

Department of Ceramic Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

**YoungDo Research Institute, Seoul 134-012, Korea*

요 약 승화법에 의한 단결정 성장장치를 자체 제작하여 직경 약 30 mm, 길이 약 10 mm 의 6H-SiC 단결정을 성장하였다. 최적의 성장조건은 원료온도 2150~2250°C, 기판온도 1950~2050°C, 원료부와 기판과의 온도차 약 200°C, 성장압력 50~200 torr이었고, 성장속도는 300~700 $\mu\text{m/hr}$ 이었다. 성장된 결정의 표면을 광학현미경으로 관찰하여 성장결함 생성기구를 현상학적으로 고찰하였고, 특히 표면에서 관찰되는 micropipes의 생성원인을 규명하였다.

Abstract The 6H-SiC single crystals were grown using a self-designed crystal grower by the sublimation method. The grown crystals were typically 30 mm in diameter and 10 mm in length. Optimum growth conditions were established as follows : the temperature of the raw material was 2150~2250°C, the temperature of the substrate was 1950~2050°C, the temperature difference between the raw material and substrate was about 200°C, growth pressure was 50~200 torr and growth rate was 300~700 $\mu\text{m/hr}$. Optical microscopy was used for observing the surface of the 6H-SiC single crystal grown and the phenomenological approach was performed on the formation mechanism of the defects in

the 6H-SiC crystal. Especially, the micropipes in the as-grown surface were examined to determine the formation mechanisms of the micropipes.

1. 서 론

지금까지 반도체 산업의 중심 재료였던 실리콘(Si)을 기본으로 하는 소재는 사용하는 목적과 환경에 따라서 그 한계가 있고 새로운 목적에 맞는 소재 개발의 필요성이 높아지고 있다[1]. SiC의 경우, 전자 이동도가 Si보다 작으나, 밴드갭이 Si의 2~3배 정도 크고, 동작한계온도는 650°C 정도로 Si의 경우 200°C 이하에 비해서 훨씬 더 높고, 화학적 및 기계적으로 강하다는 잇점으로 극한환경에서 사용할 수 있는 소자제작을 가능케 할 재료로 기대되고 있다[2]. 즉, 최근 원자력과 우주산업 등에서 수요가 높아지고 있고 SiC를 기본으로 하는 고온용 소자는 이러한 목적에 가장 부합되는 소재이다.

SiC 단결정 육성은 긴 세월동안의 인고가 있었으나[3-7], 최근 개량된 결정성장법에 대한 연구개발이 진행됨에 따라, 대구경 벌크 단결정 성장이 가능하게 되었다. H.M. Hobgood등에 의하면 구경 60 mm의 단결정 성장의 가능성을 보고한 바 있고[8], 성장된 6H 및 4H-SiC 단결정을 이용한 여러 가지 소자가 시험 제작되었다. 그러나, SiC 단결정에는 성장기법상 피할 수 없는 여러 종류의 결함이 존재하고, 그 중에서도 micropipes가 다이오드의 breakdown 전압강하나 역방향 결핍전류증가 등 특성저하에 큰 영향을 미친다[9]. 따라서, SiC 단결정 성장연구에 있어서 micropipes의 밀도감소가 최우선의 과제로 되어있다. 이러한 micropipes는 C 축 방향으로 결정성장이 이루어짐에 따라 대개 성장개시에, 혹은 결정성장 조건과 종자

기판의 전처리에 따라서 발생하기도 하는데, 그 숫자는 대체로 $10^2 \sim 10^3 \text{ cm}^{-2}$ 이고[10, 11], 현재 micropipes 밀도가 가장 적은 것은 3.5 cm^{-2} (4H-SiC의 경우)로 보고되고 있다[12].

본 연구에서는 승화법에 의해 6H-SiC 단결정을 성장하기 위한 승화성장장치를 자체 제작하여 이러한 결정성장결함을 최소한으로 줄이는 최적 성장조건을 확립하고자 하였고, 단결정의 as-grown 표면을 광학현미경으로 관찰함으로써 표면에서 관찰되는 micropipes의 생성기구를 규명하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 성장장치

승화법을 이용하여 자체 제작한 성장장치의 개략도를 Fig. 1에 나타내었다. 주파수 5 kHz, 출력 40 kW인 RF generator를 이용하여 발열체인 graphite 도가니를 가열하는 방식으로 설계하였으며, 반응관인 석영관은 수냉식 재킷으로 감싸져 냉각되고, 그 외부에 RF 코일이 장착되어, 석영반응관 내부에 위치해 있는 graphite felt로 단열된 graphite 도가니를 가열하게 된다. 반응관내의 분위기 및 압력을 유지시키기 위해 Ar gas를 사용하였으며, 이를 rotary vacuum pump를 이용하여 배기시켰다. 또한, 도가니 상부와 하부의 온도를 측정하기 위하여 optical pyrometer를 이용하여 도가니 상부(기판)의 온도와 도가니 하부(원료)의 온도를 측정하

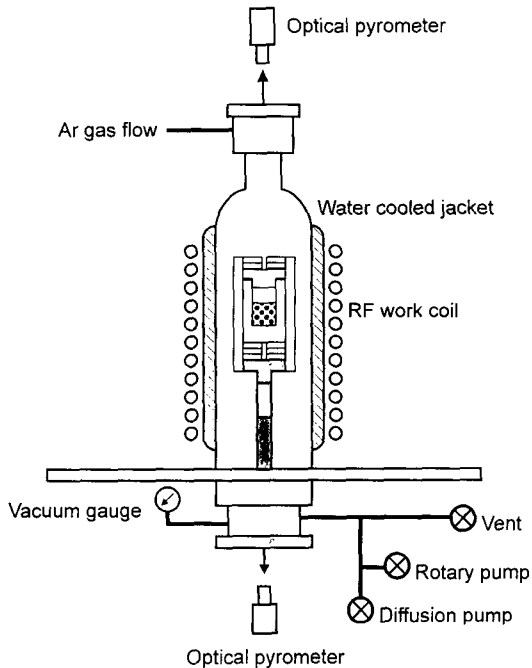


Fig. 1. The schematic diagram of self-designed sublimation crystal grower.

면서 결정성장실험을 행하였다.

2.2. 성장조건

수차례의 반복된 성장실험으로 성장장치를 수정·보완한 후, 성장변수(원료온도, 기관 온도 및 성장압력)를 조절함으로써 최적성장 조건을 확립하였다. 고순도 SiC 분말(99.8%, 미국 a사)을 초기원료로 사용하였으며, 최적성장조건으로서 원료온도는 2150~2250℃, 기관온도는 1950~2050℃, 성장압력은 50~200 torr, 기관에서 원료상부까지의 거리는 25 mm 로 실험적으로 확립되었다. 기관결정으로는 승화법으로 성장시킨 SiC 단결정을 절단한 (0001)면 wafer로 사용하였다.

2.3. 결정표면의 관찰

성장된 결정의 표면을 Nomalski 미분간섭 현미경으로 관찰하였다. Nomalski 미분간섭 현미경은 위상차가 있는 광파를 사용하는 것으로 물체의 깊이 방향으로 요철부분 한쪽의 경사와 다른 한쪽의 경사부분에서 명암이 반전된다. 이 효과에 의해서 3차원적 구조를 갖는 결함의 입체적인 관찰이 가능하였다. 또한, 오목함과 볼록함의 판정은 핀트를 상하로 조절함으로써 가능하였고, 통상은 반사모드로 결정면의 모양을 관찰하였다.

한편, 성장된 결정에 빛을 비춰서 벌크결정의 표면 양상을 관찰하였는데, 이 현미경을 이용하여 결정의 투명도와 결정의 색을 구별할 수 있었다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 2는 성장한 6H-SiC 단결정 ingot을 보여주고 있는데, 결정의 크기는 대체로 직경이 약 30 mm, 길이가 약 10 mm이었다. 최적의 성장조건은 Table 1에 나타내었다. Fig. 3은 승화법에 의해 성장된 6H-SiC 단결정의 X-ray Laue reflection 사진을 나타낸 것이다. 사진에서 처럼 6-fold symmetry가 나타난 것으로 보아, 성장된 결정이 기관결정의 방향인 c면(0001면)으로 성장되었음을 알 수 있다. Fig. 4는 6H-SiC 단결정의 성장후 표면의 모습을 보여주고 있는 것이다. Fig. 4 (a)와 같이 terrace 영역에 많은 micropipes가 존재하고, 그들은 서로 아주 작은 steps들로 연결되어 있음을 알 수 있다. 여기서, 하얗게 나타난 선이 이것을 말해주고 있다. Fig. 4 (b)는 승화에 의해 6H-SiC 단결정 성장과정중 micropipes 형성과 성장 steps사이의 관계를 잘 보여주고 있다. 단결정 성장은 steps 성장에 의해서 지배적으로

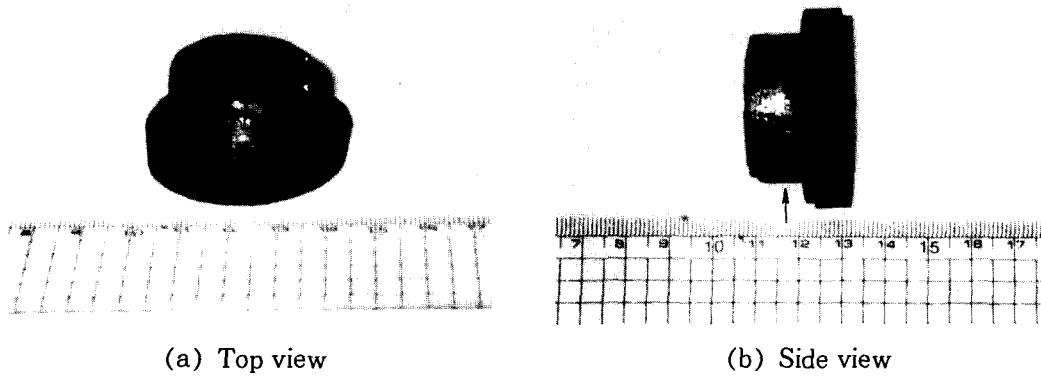


Fig. 2. The 6H-SiC single crystal grown by the sublimation method.

Table 1
Optimum grown condition of 6H-SiC single crystal

Source temperature (T_s)	Substrate temperature (T_{sub})	Temperature gradient (ΔT)	Pressure (P_{growth})	Growth rate (R_{growth})	Distance of source to sub. (D)
2150~2250 °C	1950~2050 °C	22 °C/cm	5~200 torr	300~700 μ m/hr	25 mm



Fig. 3. X-ray Laue pattern from the top surface of the 6H-SiC single crystal, showing the 6-fold symmetry.

진행되는데, 과잉 카본이나 과잉 실리콘등의 불순함유물이 진행하고자 하는 진로에 날아와 자리잡게 될 때 micropipes가 생성하기 시작한다. Fig. 5는 이러한 관계에서 검은 불순함유물 주변에서의 steps 성장이 진행되는 과정을 도식적으로 보여주고 있다. 일단 micropipes가 초기 형성되면 Fig. 6에서 도시된 과정에 의해서 긴 공공(longitudinal voids) 형태로 성장되면서 최종 결정성장 표면까지 진행되거나 또는 중간에서 소멸하게 된다. 즉, steps이 진행되면서 불순함유물과 마주치게 되면(Fig. 6(a)), 불순함유물은 pinning되고 전진해 왔던 steps은 불순함유물을 감싸 돌며(Fig. 6(b)), 불순함유물을 포획한 형태로 전진한다(Fig. 6(d)). 여기서, 불순함유물 상부의 steps은 완전하게 불순함유물을 포획하게 된다(Fig. 6(e)). 불순함유물을 포획한 step은 좌우의 아주 미세한

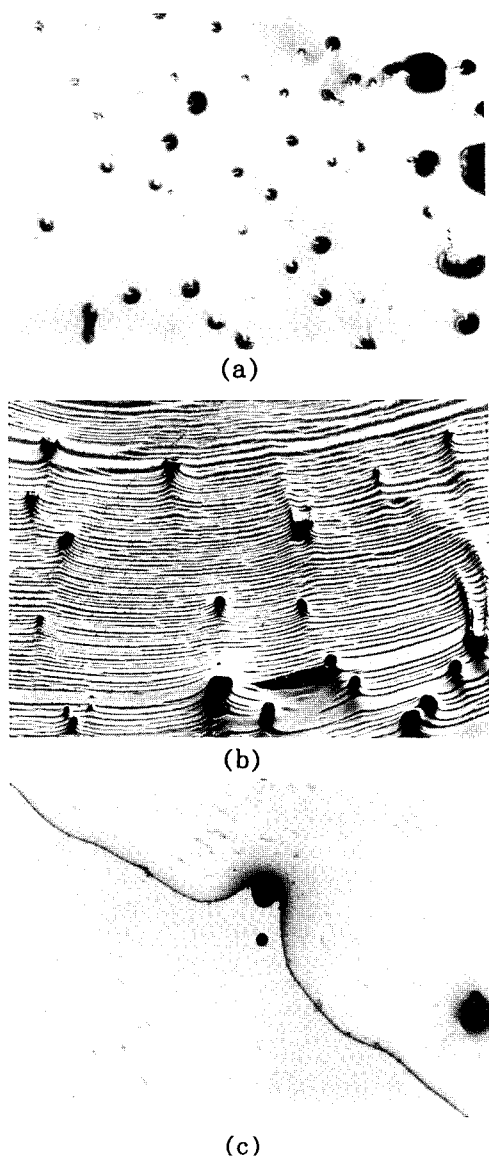


Fig. 4. Surface morphology of as-grown SiC crystal.

steps의 어긋남으로 인한 차이로(나선전위를 동반하는 소용돌이 성장의 경우)인하여 불순함유물을 밀어 올리는 형태로 진행하고(Fig. 6(c)), 불순함유물은 상부층으로 밀려 올라간다(Fig. 6(f)). 나선전위를 동반하는 소용돌이 성장에서 불순함유물을 포획한 steps이

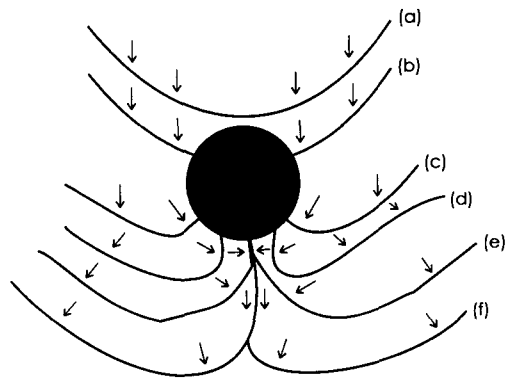


Fig. 5. Initiation of the micropipes formation by the inclusions during the step growth(top view).

불순함유물 좌우로 steps의 어긋남이 없는 경우에는 Fig. 5나 Fig. 6 (e)의 단계로 감싸 돌아가는 steps에 의해 좌우로부터 힘을 받아서 불순함유물은 상부층으로 밀려 올라간다. 이와 같이 밀려 올라간 불순함유물의 하부에는 빈공간을 남기게 되므로, 이러한 현상이 반복됨에 따라 micropipes가 형성되는 것이다. 이러한 설명은 Fig. 4 (b)와 Fig. 4 (c)에서 보여준 micropipes와 steps 성장의 관계를 명확히 해 준다.

4. 결 론

자체 제작한 승화성장장치를 이용하여 6H-SiC 단결정을 성장하였다. 최적성장조건은 원료온도가 2150℃~2250℃, 기판온도는 1950~2050℃, 원료부와 기판부의 온도차는 약 200℃, 성장압력은 50~200 torr, 그리고 성장속도는 300~700 μm/hr이었다. 성장된 SiC 단결정은 대체로 직경이 약 30 mm, 길이가 약 10 mm이었다.

성장된 결정의 표면을 광학현미경으로 관

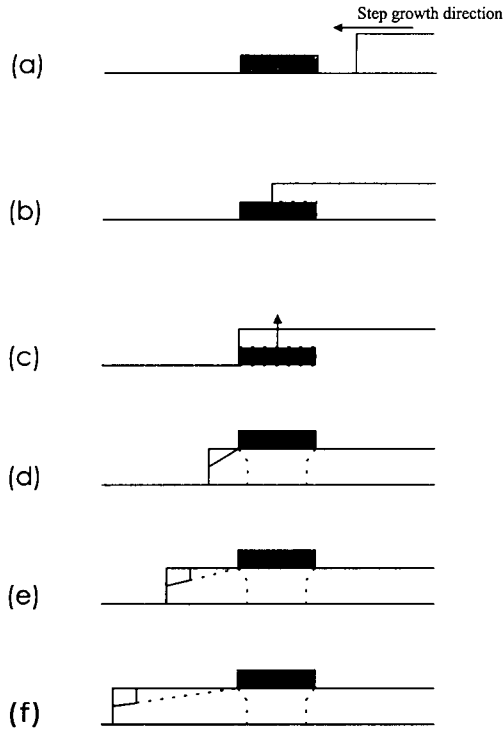


Fig. 6. Formation process of the micropipes during the step growth (side view).

찰한 결과, micropipes의 생성원인은 불순함 유물이 결정표면에 날아올라 붙어 있는 상태에서 step 성장이 진행됨에 따라 steps이 불순함유물을 감싸 돌며 성장하고, 이때, 불순함유물 좌우로 돌아서 성장하는 steps에 의해 불순함유물이 힘을 받아 위로 올라가게 되어, 이것이 반복됨에 따라 올라간 불순함유물 밑부분은 비어있는 상태가 되어 micropipes가 생성됨을 알 수 있었다.

참 고 문 헌

- [1] S. Lande, III - V's Review 9(1) (1996).
- [2] K. Bergman, ABB Review (1996).
- [3] A.G. Acheson, Engl. Pat. 17911 (1892).
- [4] J.A. Lely, Bar. Deut. Keram. Ges. 32 (1955) 229.
- [5] Yu.M. Tairov and V.F. Tsvetkov, J. Crystal Growth (Netherlands) 52 (1981) 146.
- [6] 강승민, 오근호, 한국결정성장학회지 5 (1995) 44.
- [7] 강승민, 오근호, 한국결정성장학회지 5 (1995) 50.
- [8] H.M. Hobgood, J.P. McHugh, J. Gregg, R.H. Hopkins and M. Skowronski, Inst. Phys. Conf. Ser. 137, Silicon Carbide and Related Materials (IOP, 1994) 7.
- [9] P.G. Neudeck and J.A. Powell, IEEE Electron Device Letters 15 (1994) 63.
- [10] D.L. Barrett, J.P. McHugh, H.M. Hobgood, R.H. Hopkins, P.G. McMullin, R.C. Clarke and W.J. Choyke, J. Crystal Growth 128 (1993) 358.
- [11] K. Koga, Y. Fujikawa, Y. Ueda and T. Yamaguchi, Amorphous and Crystalline Silicon Carbide IV, Springer Processing in Physics 71, (Springer-Verlag, Berlin, 1992) pp. 96-100.
- [12] C.H. Carter and V.F. Tsvetkov, Technical Digest of Int'l Conf. on SiC and Related Materials-ICSCRM- (Kyoto, Japan, 1995) 11.