

## 승화법에 의한 6H-SiC 단결정 성장 : (Ⅱ) 내부 결함 해석

김화목, 강승민\*, 주 경\*, 심광보, 오근호

한양대학교 세라믹공학과, 서울, 133-791

\*영도기술연구소, 서울, 134-012

## 6H-SiC single crystal growth by the sublimation method : (Ⅱ) the analysis of internal 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 다양한 미세결함분석기술(OM, TEM, AFM)을 이용하여 승화법에 의해서 성장된 6H-SiC 단결정 wafer의 내부미소결함을 분석하였다. Wafer내부에는 6각판상형의 석출물 및 micropipes들이 독립적으로 혹은 혼합적으로 존재하고 있음이 확인되었고, TEM 분석에 의한 비정질상의 검출로 이들은 불안정한 결정성장 인자나 비화학양론적  $Si_{1-x}C_x$  화합물 형성에 기인한다는 사실을 확인하였다.

Abstract The micro-defects in the SiC single crystals were characterized using a variety of the microscopic techniques (OM, TEM, AFM). It was observed that the hexagonal-plate precipitates and the longitudinal micropipes are present inside of SiC wafers. TEM results exhibited that there are amorphous phase in the SiC wafer and the phase were originated from the formation of the nonstoichiometric  $Si_{1-x}C_x$  phases during growth process.

### 1. 서 론

SiC 결정은 공유결합성이 강하고, 그 분해 온도가 2000°C 이상이며, 열적, 화학적, 기계

적으로 아주 안정한 물질이다. 이러한 이유로 SiC는 전통적으로 연마재나 내화재로 이용되어왔다. 한편 SiC는 전기적으로 밴드갭이 Si보다 2~3배 커서, 고온조건하에서 진

성영역에서도 정류특성을 보이므로 고온소자로 주목받고 있는 화합물 반도체이다.

최근 전자·반도체 소자의 급속한 발달에 따라, SiC 특성을 응용한 소자개발을 위해서 SiC 반도체 분야에서는 결함을 억제하고 고품질의 SiC 단결정 재료를 개발하는 기술이 필요하게 되었다. SiC의 제조방법에는 실리카와 카본의 혼합물을 탄소봉으로 통전가열하여 2000°C 이상에서 화학반응시켜 만드는 Acheson[1]법과 이러한 방법으로 얻은 결정을 다시 2000°C 이상에서 승화시켜, 재결정화하는 Lely법이 있다[4]. 그러나, 이러한 방법들은 큰 면적의 웨이퍼를 제작할 수 없고, 다형(polytype)의 형성을 제어하는 것이 가능하지 않기 때문에, 일반적으로 승화법이라고 부르는 modified Lely 성장방법이 착안되게 되었다[5]. 이 방법은 Acheson법에서 얻어진 결정을 종자기판으로 사용하여 원료 SiC 분말을 2000°C 이상으로 가열해서 승화시키고 종자기판위에서 재결정화 시키는 방법이다. 현재는 종자기판보다 큰 면적의 고순도 6H-SiC, 4H-SiC 웨이퍼가 상업적으로 시판되고 있으나, 아직도 경제성을 고려한 대형 및 무결함 SiC wafer를 얻는 것이 중요한 과제로 되어 있다. 특히, 제조공정상 도입되는 면결함(planar defect)이나 micropipe 등이 대표적인 결함으로, 이는 소자 제작에 있어서 특성열화의 원인[6]이 되기 때문에 이러한 결함들을 감소시키고, 보다 고품질의 웨이퍼를 제작할 필요성이 증가하게 되었다.

본 연구에서는 연구실에서 성장한 SiC 단결정의 내부 미세결함 형성요인을 규명하고 성장과정중 도입되는 미세결함을 제어하여 양질의 SiC 단결정을 얻고자 하였다. 이를 위해 다양한 미세결함분석기술(OM, TEM, AFM)을 이용하여 wafers내에 존재하는 2가지의 전형적인 결함, 즉, 면결함과 micro-

pipes를 분석하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. SiC 단결정 wafer

이전에 발표된 논문[7]에서 제시한 최적 성장조건으로 성장된 6H-SiC 단결정을 diamond cutter를 이용하여 성장면에 평행하게 1 mm 두께로 절단하였다. 절단된 결정의 표면을 30  $\mu\text{m}$  diamond paste로 단면연마기에서 황삭(lapping)을 한후, diamond paste의 입도 30  $\mu\text{m}$ →5  $\mu\text{m}$ →3  $\mu\text{m}$ 의 순서로 연마하였다. 최종 연마제로서 0.5  $\mu\text{m}$  diamond paste로 경면연마하여 직경 30 mm, 두께 0.5 mm인 6H-SiC 단결정 wafer를 제작하였다.

### 2.2. 광학현미경 관찰

연마된 wafer의 표면 및 내부결함의 양상을 광학현미경으로 관찰하였다. Wafer 표면 관찰에는 주로 반사모드로, 내부결함 관찰에는 투과모드로 wafer 내부에 존재하는 micropipes와 planar defects의 형상 및 형성양상을 관찰할 수 있었다.

### 2.3. 투과 전자현미경 관찰

TEM 관찰을 위해 6H-SiC 단결정 wafer를 직경 3 mm로 가공한 후, dimpler (Gatan사, Model 656)를 사용하여 시편의 가운데부분을 두께 1  $\mu\text{m}$  정도되게 dimpling하였다. Dimpling한 시편을 시편의 중앙부분에 미세한 구멍이 생길 때 까지 Ion miller (Gatan사, Model 600 DIF)를 이용하여 argon ion-

milling을 행하였다. 이때, 최적 milling조건으로 4 kV-1.0 mA에서 약 5시간 동안 양면을 제거하였다. 제작된 시편을 Jeol 2000 EX TEM (200 kV)로 분석함으로써 wafer내의 결함구조를 관찰하였으며, SADP(selected area diffraction pattern) 분석법을 이용하여 결함의 결정기하학적 분석을 행하였다.

### 3. 결과 및 고찰

성장된 6H-SiC 단결정 ingot으로부터 절단한 단결정 wafer는 Fig. 1에 나타냈는데, 직경은 30 mm로 6H 단결정 영역이 25 mm

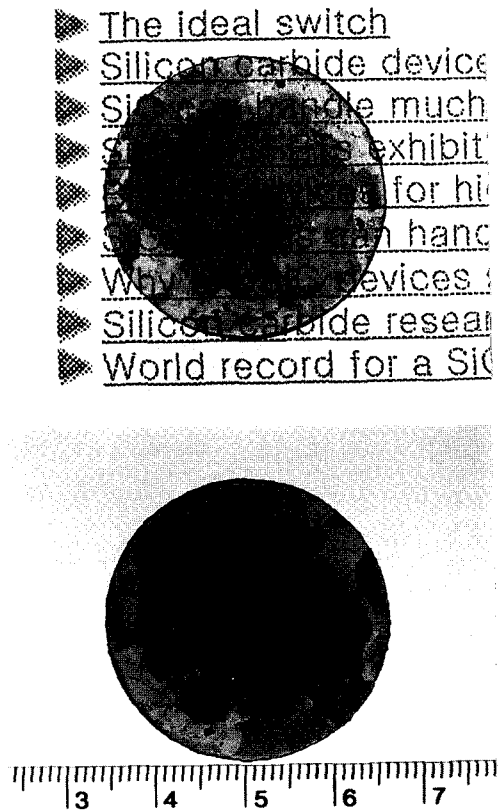


Fig. 1. Transparent SiC wafer.

이였으며, 그림에서 6H 영역은 가운데 초록색 부분이며, wafer의 두께는 0.5 mm이었다. Fig. 2는 6H-SiC wafer내에 존재하는 전형적인 내부 결함을 나타낸 것이다. Fig.

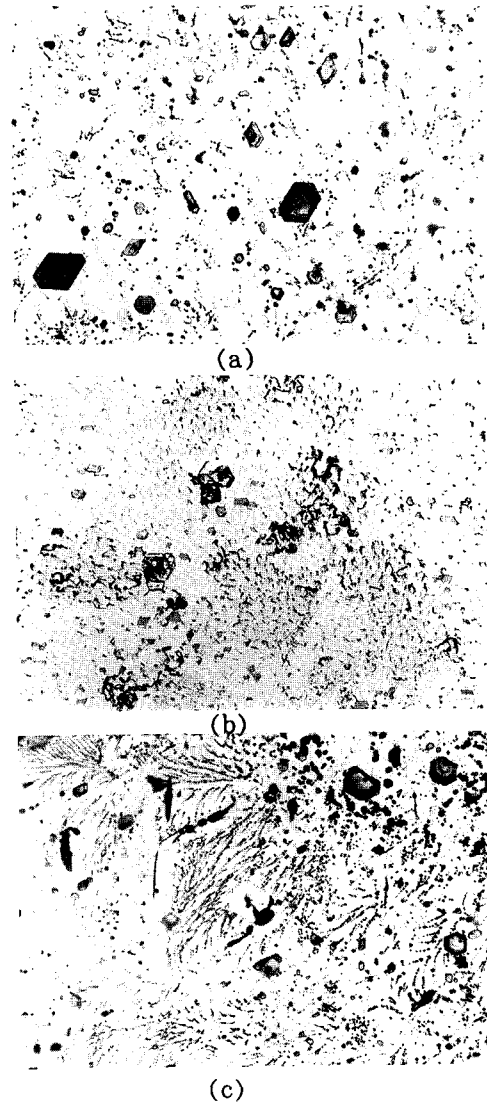


Fig. 2. Internal defects in 6H-SiC wafer. (a) Typical internal defects in 6H-SiC wafer, (b) Concentrated distribution of the micropipes and (c) Concentrated distribution of the micropipes from the tilted wafer.

2 (a)에서 육각 면결합들(hexagonal planar defects)과 micropipes를 관찰할 수 있었으며, 이 결함들의 밀도는 각각  $10^2/\text{cm}^2$ ,  $10^3/\text{cm}^2$  이었다. Fig. 2 (b)에서 보여주듯이 micropipes는 wafer내의 어느 한부분에 집중되어 아주 무질서하게 분포하고 있었다. 이러한 특징은 wafer를 tilt 시켜 관찰한 사진인 Fig. 2 (c)에 아주 잘 나타나 있다. Fig. 3은 결정을 성장방향과 평행하게 절단한 후 이를 연마하여 wafer로 제작하고 이것을 광학현미경으로 wafer내에 있는 micropipes를 조사한 것이다. Micropipe는 어떤 경우에는 wafer를 관통하였고, 어떤 경우에는 성장면까지 진행하지 못하고 사라졌으며, 또한, 어떤 경우에는 두 개의 micropipe가 하나로 합

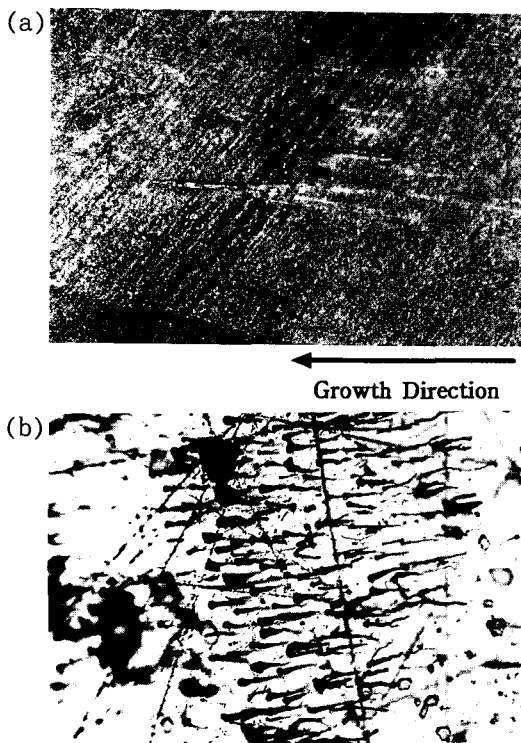


Fig. 3. Longitudinal view of the micropipes.  
(a) Reflection mode and  
(b) Transparent mode

쳐지는 양상을 나타내었다. Fig. 3 (a)는 반사모드로 관찰한 것이며, Fig. 3 (b)는 투과모드로 wafer를 관찰한 것이다. Micropipe의 내부구조가 6H-SiC의 결정구조학적 특성과 관련이 있을 것이라는 예상하에 micropipe의 내벽을 AFM(atomic force microscopy)으로 조사하였다. Fig. 4는 비교적 낮은 해상도이지만, 결함의 내벽면의 형태를 보여주는 AFM사진이다. Fig. 5는 서로 다른 모양을 가진 면결합들을 나타내고 있다. 이 면결합들은 모두 육각형 모양(hexagonal shape)을 하고 있었고, 그들의 edges는 모두 6H-SiC 결정구조의  $(1\bar{1}00)$  방향과 평행하였다. 이 그림에서는 spiral steps, micropipes와 비화학양론적 상(nonstoichiometric phase)이 관찰되었다. 광학현미경 관찰로 나타난 결함들을 전자회절(selected area diffraction pattern) 분석으로 조사한 결과, 이 결함들은 micro-crystals이나  $\text{Si}_{1-x}\text{C}_x$ 의 비화학양론적 조성을 갖는 비정질상임을 확인할 수 있었다. 이러한 비정질상들은 성장 과정에서 SiC 격자구조내에서 silicon-rich 혹은 carbon-rich의 비화학양론적 상이 응축된 결과라고 생각되어진다. 이러한 추론은 비정질상들의 특징이 나타난 selected area diffrac-

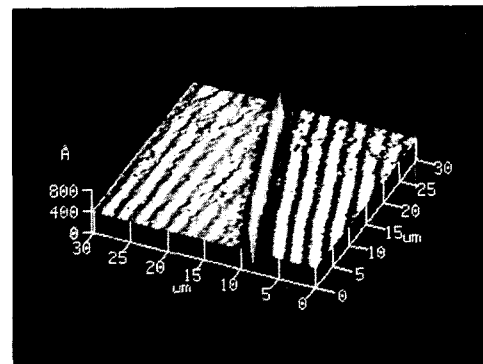


Fig. 4. AFM photograph showing the inner structure of the micropipes.

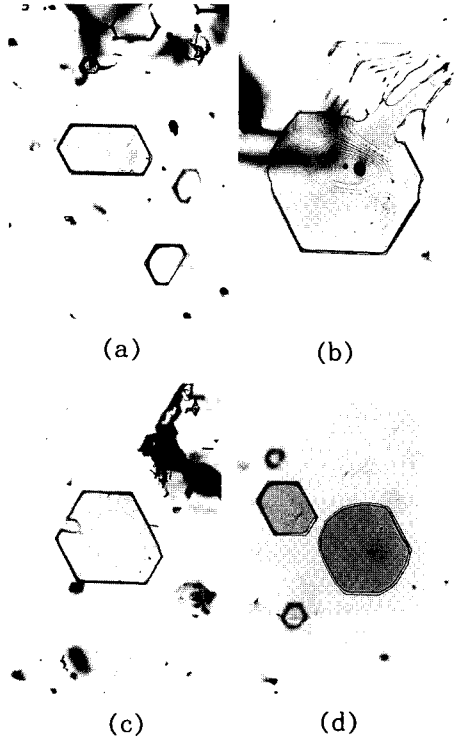


Fig. 5. The optical micrograph of the various planar defects. (a) +Spiral growth (b) +Spiral growth+Micropipe+Nonstoichiometric phase (c) +Spiral growth (d) +Spiral growth+Micropipes

tion pattern을 갖는 plate-like 결함을 관찰함으로써 확인되었다. 이 결과를 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 7은 FT-IR 측정을 통해 얻어진 광투과 스펙트럼이다. 이 결과를 보면, 본 실험에서 얻어진 6H-SiC wafer의 투과도는 20 % 이하인 우수한 wafer시편임을 확인할 수 있었고, 2500~500  $\text{cm}^{-2}$ 의 파장 영역에서 발생한 흡수대는 Si-C의 격자진동에 의한 것으로 사료되며, 1500~500  $\text{cm}^{-2}$ 의 파장영역에서 나타난 강한 흡수대는 격자진동들이 서로 혼합된 것[8]으로 사료된다.

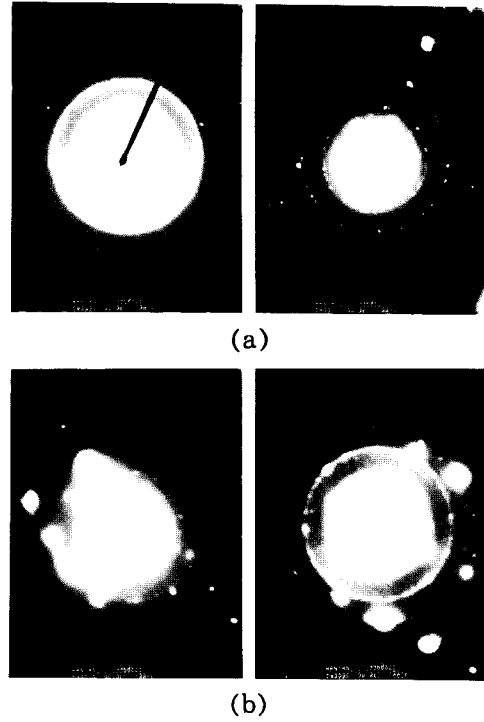


Fig. 6. The optical micrograph of the selected area diffraction pattern of (a) Nonstoichiometric  $\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$  phase (b) Planar defect + SiC matrix

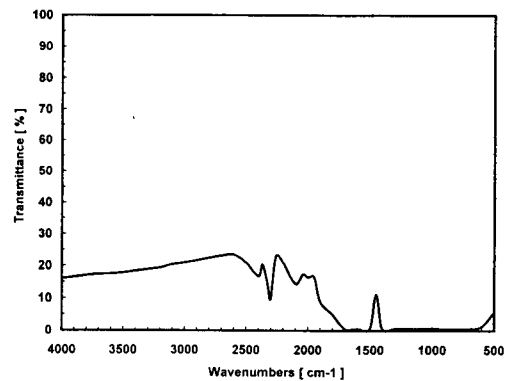


Fig. 7. The FT-IR curve from the 6H-SiC wafer.

#### 4. 결 론

6H-SiC 단결정 wafer의 표면은 habitual step 성장이 micropipes와 hexagonal planar defects의 존재와 관련해서 진행되는 것을 알게 되었다. 육각판상형의 면결함들(hexagonal planar defects)과 micropipes의 결함밀도는 각각  $10^2/\text{cm}^2$ ,  $10^3/\text{cm}^2$  이었다. TEM으로 관찰한 결과, 이러한 내부 결함들은 성장과정중 성장 매개변수의 fluctuation에 의해 형성된 비정질상과 비화학양론적  $\text{Si}_{1-x}\text{C}_x$ 상이 존재한다는 사실로부터 확인되었다. 앞으로 더욱 세밀한, 특히 AFM과 TEM을 이용하여 결정내에 존재하는 내부결함들을 분석함으로써, SiC 반도체 소자에 응용될 SiC substrate의 질을 향상시킬 수 있는 완벽한 성장조건을 찾아낼 수 있도록 지속적인 연구를 진행할 것이다.

#### 참 고 문 헌

- [ 1 ] A.G. Acheson, Engl. Pat., 17911 (1892).
- [ 2 ] J.A. Lely, Bar. Deut. Keram. Ges. 32 (1955) 229.
- [ 3 ] 강승민, 오근호, 한국결정성장학회지 5 (1995) 44.
- [ 4 ] 강승민, 오근호, 한국결정성장학회지 5 (1995) 50.
- [ 5 ] Yu.M. Tairov and V.F. Tsvetkov, J. Crystal Growth 52 (1981) 146.
- [ 6 ] K. Koga, Y. Fujikawa, Y. Ueda and T. Yamaguchi, Springer Proceeding in Physics 71 (Springer-Verlag, Berlin, 1992) 96.
- [ 7 ] 김화목, 강승민, 주경, 심광보, 오근호, 한국결정성장학회지 7 (1997) 인쇄중.
- [ 8 ] T. Urushidani, S. Kobayashi, T. Kimoto and H. Matsunami, Ext. Abstr. 1993 Int. Conf. Solid State Devices and Materials, (1993) 814.