

탄화규소 단결정의 폴리타입 안정화를 위한 종자정 표면특성 연구

이상일^{1,2}, 박미선¹, 이도형¹, 이희태¹, 배병중¹, 서원선², 이원재^{1,a}

¹ 동의대학교 융합부품공학과

² 한국세라믹기술원 에너지환경소재본부 에너지변환소재팀

Seed Crystal Surface Properties for Polytype Stability of SiC Crystals Growth

Sang-Il Lee^{1,2}, Mi-Seon Park¹, Doe-Hyung Lee¹, Hee-Tae Lee¹, Byung-Joong Bae¹,
Won-Seon Seo², and Won-Jae Lee^{1,a}

¹ Department of Components & Materials Engineering, Dong-Eui University, Busan 614-714, Korea

² Korea Institute of Ceramic Engineering & Technology, Seoul 153-801, Korea

(Received August 23, 2013; Revised September 17, 2013; Accepted November 18, 2010)

Abstract: SiC crystal ingots were grown on 6H-SiC dual-seed crystals with different surface roughness and different seed orientation by a PVT (Physical Vapor Transport) method. 4H and 15R-SiC were grown on seed crystal with high root-mean-square (rms) value. The polytype of grown crystal on the seed crystal with lower rms value was confirmed to be 6H-SiC. On the other hand, all SiC crystals grown on seed crystals with different seed orientation were proven to be 6H-SiC. The surface roughness of seed crystals had no effect on the crystal structure of the grown crystals. However, the crystal quality of 6H-SiC single crystals grown on the on-axis seed were revealed to be slightly better than that of 6H-SiC crystal grown on the off-axis seed.

Keywords: PVT, 6H-SiC, Root-mean-square, Seed orientation, Polytype, Rocking curves

1. 서 론

탄화규소는 뛰어난 물리적 특성과 전자재료 응용에 있어 잠재력을 가진 가장 매력적이고 유망한 와이드 밴드갭 반도체 소재 중 하나이다. 특히 4H-SiC는 넓은 밴드갭과 높은 전자 이동속도 때문에 SiC를 기반으로 한 고효율 파워 소자에 선호되는 폴리타입이다

a. Corresponding author; leewj@deu.ac.kr

Copyright ©2013 KIEEME. All rights reserved.
This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

[1]. 최근 많은 연구자는 SiC 결정성장의 성장공정 동안 폴리타입의 상변이의 발견에 관해 보고하였다 [2, 3]. 또한 4H-SiC 단결정은 6H-SiC 종자정의 C-face에서 쉽게 성장한다고 보고하였다. 그러나 결정의 폴리타입 안정은 온도, 압력, 온도 구배, 종자정의 극성과 종자정의 배향 같은 성장조건의 적절한 선택에 영향을 받는다 [4]. Yu. M. Tairov 등은 탄화규소 결정의 성장과정 동안 폴리타입 상변이 같은 조건을 명확히 설명하였다. 많은 변수가 결정의 폴리타입에 영향을 미칠 수 있지만, 종자정의 rms가 성장되는 결정에 미치는 영향에 대해 설명한 논문은 거의 없다 [5]. Heinz 등은 결정의 폴리타입은 표면 적층현상을 조절

하는 성장 결정의 표면 상태와 관련된다고 보고하였다 [6]. 게다가 적층결합, 나선전위, 다형혼입 같은 결함들은 다른 폴리타입의 출현에 영향을 미칠 수 있다 [7,8]. 따라서 본 연구에서는 다양한 표면 특성을 가진 6H-SiC의 종자정을 사용하여 물리적 기상 증착법으로 성장된 단결정의 폴리타입과 결정질에 미치는 영향에 대해서 연구하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 SiC 단결정 성장 시 결정다형의 안정화에 적합한 종자정의 표면상태 조건을 알아보기 위해 종자정의 표면 거칠기가 다른 종자정을 사용한 성장실험과 종자정의 off-axis 정도가 다른 종자정을 사용한 성장실험을 진행하였다.

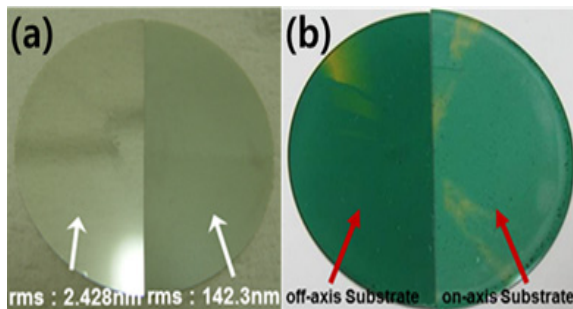


Fig. 1. Dual-seed crystals for PVT growth. (a) dual-seed crystal with different rms value, (b) dual-seed crystal with different seed orientation.

먼저 그림 1의 (a)와 같이 2인치의 6H-SiC 종자정을 양면 랩핑 장치를 사용하여 랩핑 공정을 실시한 후 [11-20] 방향으로 반으로 절단하였다. 절단된 두 개의 종자정 모두 (0001)면이 가공면이 되게 하여 폴리싱 가공을 진행하였다. 그다음 하나의 종자정만 (000-1)면이 가공면이 되도록 하여 두 개의 종자정을 폴리싱 가공하였다.

두 번째 실험에서는 off-axis의 정도가 서로 다른 두 개의 종자정을 준비하였다. 그중 하나의 종자정은 on-axis의 종자정, 다른 하나는 [11-20] 방향으로 4° off된 종자정을 사용하였다. 종자정 두 개 모두 [1-100] 방향으로 각각 반으로 절단하였다. 절단된 off-axis의 정도가 다른 종자정 하나 씩을 양면을 같

게 폴리싱하여 그림 1의 (b)와 같이 하나의 종자정으로 만들었다. 이렇게 만들어진 종자정 각각을 (000-1)면이 고순도의 탄화규소 분말과 마주 보게 하여 그라파이트 도가니 내부에 각각 위치시켰다. 준비된 도가니 각각을 2,100~2,200°C의 성장온도, 10~30 mbar의 아르곤과 5~15%의 질소 혼합가스 분위기에서 성장 실험을 진행하였다.

성장된 단결정 잉곳들은 Multi wire saw를 사용하여 slicing하였다. slicing된 단결정은 diamond slurry를 사용하여 양면 polishing을 하였고, 양면 polishing이 끝난 단결정의 표면을 광학현미경의 노말스키 (nomarski) 모드를 이용하여 관찰하였다. 또한, X-ray diffraction (PAN-analytical 사)를 사용하여 회절 패턴 및 결정질을 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

표면 거칠기 값이 서로 다른 종자정을 사용하여 성장된 잉곳을 잘라 웨이퍼로 만든 사진을 그림 2에 나타내었다. 종자정과 성장의 중반부에서 성장된 결정의 경우 육안으로 관찰하였을 때 종자정의 표면 거칠기와 관계없이 모두 녹색으로 6H-SiC인 것을 확인할 수 있었다. 하지만 성장의 후반부에 성장된 웨이퍼의 경우 종자정의 표면 거칠기 값이 높은 종자정을 사용한 쪽에서는 여러 폴리타입이 혼입된 것을 색상이 다른 것으로 확인할 수 있었다. 이와는 다르게 표면 거칠기 값이 낮은 종자정을 사용하여 성장된 웨이퍼의 경우에는 대체로 6H-SiC 단결정이 성장된 것을 확인할 수 있었다.

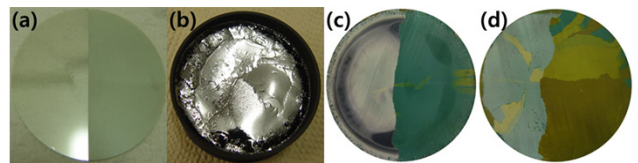


Fig. 2. SiC crystals on seed crystal with different rms value. (a) dual-seed crystal, (b) grown ingot, (c) grown crystal during initial period, (d) grown crystal during final period.

이렇게 색의 변화로 종자정의 폴리타입과 다른 폴리타입이 혼입된 것을 육안으로 확인하였던 결과들의

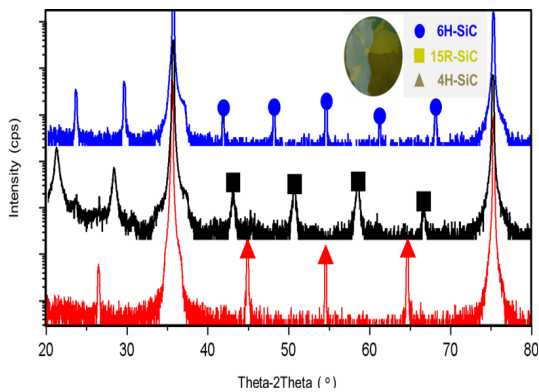


Fig. 3. XRD diffraction patterns of a SiC crystal grown on seed crystal with different rms values.

정확한 확인을 위하여 X-ray 회절 분석을 시행한 결과를 그림 3에 나타내었다. 표면 거칠기 값이 낮은 종자정을 사용하여 성장된 결정에서는 대체로 6H-SiC가 성장되었고, 표면 거칠기 값이 높은 종자정을 사용하여 성장된 결정에서는 4H-SiC와 15R-SiC가 혼입된 것을 (006)과 (0012) 두 개의 회절면 사이의 이중 회절 효과 (double diffraction effect)에 의한 작은 주기적인 회절의 개수로 확인할 수 있었다 [9]. 결정다형이 종자정의 표면 거칠기의 차이에 따라 다르게 나타나는 이유는 Xiang-Biao Li 등의 논문에 의하면 표면 거칠기 값이 높은 종자정을 사용하여 성장을 진행할 경우 표면 거칠기 값이 낮은 종자정을 사용하여 성장을 진행할 경우에 비해 성장표면에서 (1-100)면 또는 (11-20)면의 출현 가능성이 높아지기 때문이라고 설명되어 있다 [5].

종자정의 표면 거칠기 값이 성장되는 결정의 결정성에 영향을 미치는지 확인하기 위하여 XRD 분석에서 확인된 주 피크를 이용하여 rocking curves를 측정하였다. 성장 초기에 성장된 결정인 웨이퍼를 분석한 결과 표면 거칠기 값이 큰 값을 가지는 종자정의 반치폭 (FWHM - full width at half maximum) 값은 269 arcsec, 표면 거칠기 값이 낮은 값을 가지는 종자정의 반치폭 값은 180 arcsec로 확인되었다. 이 결과로 인해 표면 거칠기 값이 큰 값을 가지는 종자정을 사용하여 성장된 웨이퍼가 반치폭 값이 더 큰 값을 나타내는 것을 확인할 수 있었다. 따라서 성장 초기에 성장된 웨이퍼들의 결정질은 표면 거칠기의 값이 작은 값을 가지는 웨이퍼가 종자정의 표면 거칠기 값의 영향으로 인해 더 좋다고 할 수 있었다.

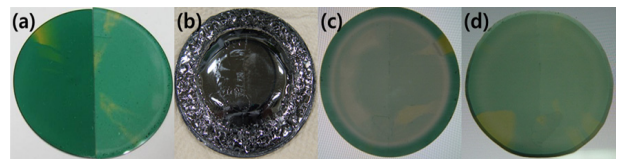


Fig. 4. SiC crystals on seed crystal with different seed orientation. (a) dual-seed crystal, (b) grown ingot, (c) grown crystal during initial period, (d) grown crystal during final period.

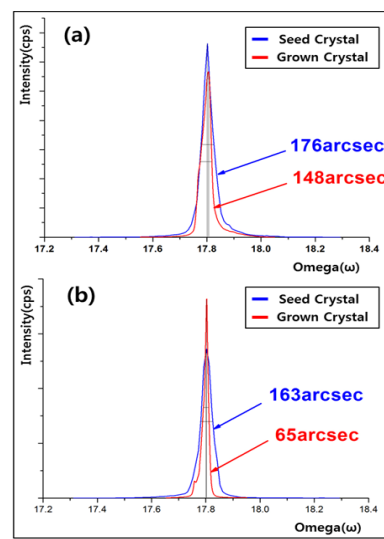


Fig. 5. The rocking curves of (006) reflection on SiC crystals grown on seed crystal with different seed orientation. (a) SiC crystal grown on seed crystal with 4° off-axis, (b) SiC crystal grown on seed crystal with 4° on-axis.

하지만 성장 후반에 성장된 웨이퍼들의 경우 표면 거칠기 값이 큰 값을 가지는 종자정을 사용하여 성장된 단결정은 250 arcsec, 표면 거칠기 값이 낮은 종자정을 사용하여 성장된 단결정은 247 arcsec로 성장된 단결정들은 비슷한 결정질을 가지는 것으로 확인되었다. 이 결과로 성장되는 단결정의 결정질은 종자정의 표면 상태에 영향을 받지 않는다는 것을 알 수 있었다.

두 번째로 실험한 off-axis 정도가 서로 다른 종자정을 사용하여 성장된 잉곳을 잘라 웨이퍼로 만든 사진을 그림 4에 나타내었다. 그림 4(a)의 종자정, 그림 4(b)의 성장 중반부에서 성장 결정과 그림 4(c)의 성장의 후반부에 성장된 결정을 육안으로 관찰하였을 때 종자정의 off-axis 정도와 관계없이 양쪽 모두 녹색의

로 대체로 6H-SiC가 성장된 것을 확인할 수 있었다. 육안으로 관찰된 결정다형들을 정확히 확인하기 위해 표면 거칠기 값이 서로 다르게 가공된 종자정을 사용하여 성장된 단결정을 분석한 것과 같이 X-ray 회절 분석을 시행한 결과, 육안으로 확인한 것과 같게 대체로 6H-SiC가 성장된 것을 확인할 수 있었다. 또한, 종자정의 off-axis 정도가 성장되는 결정의 결정성에 영향을 미치는지 확인하기 위하여 rocking curves 측정을 시행한 결과를 그림 5에 나타내었다.

4° off-axis 종자정과 성장된 단결정의 반치폭을 측정한 결과 그림 5(a)와 on-axis 종자정과 성장된 단결정의 반치폭 그림 5(b)를 비교하여보았을 때, 종자정의 결정질은 비슷한 것으로 나타났다. 하지만 성장 후에는 on-axis 종자정의 결정질이 off-axis 종자정을 사용하여 성장된 단결정보다 향상된다는 것을 확인할 수 있었다.

결과적으로 off-axis 종자정에 비해 on-axis 종자정을 사용하였을 때, 단결정의 결정질은 향상되었다. 하지만 수행한 공정 조건이 off-axis상에서의 최적화된 단결정 성장 조건이 아닐 수도 있고, off-axis 종자정의 표면상태나 성장조건에서의 불균일성 등이 원인이 될 수도 있다. 이 현상에 대한 원인을 규명하기 위한 추후 연구가 진행되어야 할 것으로 보인다.

4. 결론

본 논문에서는 SiC 단결정의 결정다형 안정화를 위해 종자정의 표면상태 조건을 최적화하기 위한 목적으로 연구를 진행하였다.

먼저 종자정 표면 거칠기가 서로 다른 종자정을 사용하여 성장된 단결정 실험의 경우 표면 거칠기 값이 높은 종자정을 사용하여 성장된 단결정은 4H-SiC와 15R-SiC가 혼입되었다. 하지만 표면 거칠기 값이 낮은 종자정을 사용하여 성장된 단결정의 경우 대체로 6H-SiC가 성장이 된 것을 X-ray diffraction 분석을 통하여 확인할 수 있었다. 또한, 종자정의 off-axis 정도가 서로 다른 종자정을 사용하여 성장된 단결정의 경우 off-axis 정도와 관계없이 대체로 6H-SiC가 성장되었음을 확인할 수 있었다. 다형의 혼입이 성장된 단결정의 결정질에 영향을 미치는지 확인하기 위하여 rocking curves를 측정한 결과, 표면 거칠기가 서로 다른 종자정을 사용하여 성장된 결정의 경우 성장된

단결정은 비슷한 반치폭 값을 가지는 것을 확인할 수 있었다. 따라서 종자정의 표면 거칠기는 성장되는 단결정의 표면 거칠기에 영향을 미치지 않는다는 것을 확인할 수 있었다. 하지만 이와는 다르게 off-axis 정도가 다른 종자정을 사용하여 성장된 단결정의 경우 4° off된 종자정을 사용하여 성장된 단결정의 경우 반치폭 값은 종자정과 비교하였을 때, 큰 차이가 나지 않는 것을 알 수 있었지만, on-axis 종자정을 사용하여 성장된 단결정의 경우 종자정에 비해 성장된 단결정의 반치폭 값이 낮은 것을 확인할 수 있었다. 그러므로 off-axis 종자정을 사용하는 것보다 on-axis 종자정을 사용하는 것이 결정질이 향상된다는 것을 알 수 있었다. 따라서 종자정의 표면 거칠기 값은 성장되는 단결정의 표면 거칠기에 영향을 받는다는 것을 알 수 있었다.

감사의 글

이 논문은 2013학년도 동의대학교 교내연구비에 의해 연구되었습니다. (과제번호 2013AA159)

REFERENCES

- [1] E. Y. Tupitsyn, *Mater. Sci. Forum*, **483**, 21 (2005).
- [2] Y. M. Tairov and V. F. Tsvetkov, *Prog. Cryst. Growth Charact.*, **4**, 111 (1982).
- [3] Y. A. Vodakov, *Phys. Status Solid*, **51**, 209 (1979).
- [4] H. J. Rost, J. Doerschel, K. Irmscher, M. Rossberg, D. Schulz, and D. Siche, *J. Cryst. Growth*, **275**, e451 (2005).
- [5] X. B. Li, E. W. Shi, Z. Z. Chen, and B. Xiao, *Diamond & Related Materials*, **16**, 654 (2007).
- [6] V. D. Heydemann, N. Schulze, D. L. Barrett, and G. Pensl, *Appl. Phys. Lett.*, **69**, 3728 (1996).
- [7] Y. M. Tairov and V. F. Tsvetkov, *Prog. Cryst. Growth Charact.*, **7**, 111 (1983).
- [8] D. Pandey and P. Krishna, *Prog. Cryst. Growth Charact.*, **7**, 213 (1983).
- [9] S. Nishino, Y. Kojima, and J. Saraie, *Springer proceeding in Physics, Amorphous and Crystalline Silicon Carbide III*, ed. G. L. Harris, M. G. Spencer, C. Yang (Springer-Verlang, New York, 1992) p. 15.