



Abschlußbericht

Zuwendungsempfänger:

Forschungsverbund Berlin e. V.

Förderkennzeichen:

01BM070

Vorhabenbezeichnung:

**„Technologie- und Verfahrensentwicklung zur Abscheidung von
p-Siliziumkarbid nach dem
Chemical Vapour Deposition (CVD) - Verfahren“**

Laufzeit des Vorhabens:

01.05.2000 – 11.07.2003

Projektverantwortlicher: Dr. Günter Wagner

Autor: Dr. G. Wagner

unter Mitarbeit von:

Dr. J. Doerschel

Dr. K. Irmscher

Dr. W. Leitenberger

Dipl. Krist. B. Lux

Dr. M. Roßberg



INHALT

I. Rahmenbedingungen

1. Aufgabenstellung	1
2. Voraussetzungen	1
3. Planung und Ablauf	2
4. Internationaler Entwicklungsstand	2
5. Kooperationspartner	3

II.a Darstellung der Ergebnisse

1. Präparation von 4H-SiC (0001) Substratoberflächen	4
1.1.1 Mechanische Präparation	4
1.1.2 Mechano- chemische Präparation	6
1.1.3 In-situ Oberflächenpräparation	7
2. Epitaxie von 4H-SiC Epitaxieschichten	10
2.1 Hot-Wall Chemical Vapour Deposition	10
2.2 Wachstumsrate	11
2.3 Druck und Temperatur	12
2.4 Trägergasfluß	12
2.5 Morphologie und Defektstruktur	14
3. Einfluß der Züchtungsparameter auf die Nettodotierung	18
3.1 Bestimmung der Nettodotierung	18
3.2 Nominell undotierte Schichten	19
3.2.1 Tieftemperatur- Photolumineszenz (LTPL)	20
3.3 Aluminium dotierten Schichten	22
3.3.1 Trimethylaluminium (TMA)-Partialdampfdruck	23
3.3.2 Dotierungshomogenität	27
3.3.3 C/Si Verhältnis	28
3.3.4 Abscheidetemperatur	28
3.3.5 Abscheiderate	29
4. Strukturelle Charakterisierung von Epitaxieschichten	31
4.1 Oberflächenrauigkeit R_a	31
4.2 Elektronenmikroskopische Untersuchungen	33
5. Röntgenographische Charakterisierung von Wafern und Schichten	36
5.1 Reflexionskurvenmapping	36
5.2 Röntgenbeugungstopographie	41
5.2.1 Topographie in Transmission (Lang -Topographie)	41
5.2.2 Topographie in Reflexion	41
5.2.3 Topographie mit Synchrotronstrahlung	43
6. Lebensdauer von Minoritätsladungsträgern	46
7. Zusammenfassung der Ergebnisse	50

8. Literatur	52
--------------	----

II.b Nutzen

1. Verwendbarkeit der Ergebnisse	54
2. Fortschritte bei anderen Stellen	54
3. Veröffentlichungen zum Projekt	55

I. Rahmenbedingungen

1. Aufgabenstellung

Das Ziel des Vorhabens bestand in der Anwendung des „Hot-Wall“ Chemical Vapour Deposition (CVD)-Verfahrens zur Herstellung von defektarmen, hochreinen und p-Typ leitenden Epitaxieschichten aus Siliciumcarbid (SiC) für elektronische Bauelemente. Zur Erreichung des Zieles war es notwendig, für die horizontale Hot-Wall Niederdruck- CVD Anlage die Abscheideparameter (Temperatur, Arbeitsdruck, Partialdampfdrücke der Prozessgase und des Dotierstoffes, Trägergasfluß) zu ermitteln, um Epitaxieschichten mit definierter Schichtdicke und homogener Ladungsträgerkonzentration abscheiden zu können. Der Schwerpunkt des Vorhabens lag in der Erforschung der Zusammenhänge zwischen den technologischen Parametern, der Konzentration der eingebauten Dotierelemente und den elektrischen und strukturellen Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten. Im Ergebnis dieser Untersuchungen sollten technologische Abläufe zur Abscheidung von reinsten und p-Typ leitenden Schichten entwickelt werden. Ausgehend von der Bestimmung der Parameter zur Abscheidung von hochreinen SiC-Schichten mit einer Grunddotierung von $\leq 1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ und geringen Defektdichten auf Substraten von 35 mm Durchmesser bestand die Aufgabe p- leitende Schichten mit gezielt eingestellter Akzeptorkonzentration ($N_A - N_D = 5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3} - 2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) auf SiC-Substraten bis 51 mm Durchmesser abzuscheiden und zu charakterisieren.

Im Verlaufe des Vorhabens sollten p-Typ Epitaxieschichten an den Industriepartner SiCED GmbH & Co. KG, Erlangen, zur Charakterisierung und zur Wertung ihrer Eignung in neuartigen Bauelementen übergeben werden.

Ein Ziel in diesem Vorhaben bestand darin, dem Industriepartner einen Vergleich zwischen dem Hot-Wall CVD Verfahren mit dem bei ihm eingesetzten Cold-Wall CVD- Verfahren zu ermöglichen. Dies sollte erreicht werden durch die Abscheidung und Charakterisierung von dicken Epitaxieschichten. Das Ergebnis der Charakterisierung gestattet eine Aussage über die Verwendbarkeit der Hot-Wall Schichten für die Bauelementeentwicklung. Es liefert grundsätzliche Aussagen über die Potenz des CVD-Verfahrens mit dem Ziel eine Entscheidungsunterstützung bei der Anwendung von CVD Techniken zur Herstellung von Schichten für Hochvoltbauelemente zu geben.

2. Voraussetzungen

Die Hot-Wall Variante bei der CVD von SiC wurde 1997 erstmals publiziert [1] und 1998 waren die ersten kommerziellen Anlagensysteme verfügbar. Zum Zeitpunkt der Antragstellung und zu Beginn der Arbeiten am Projekt war die Hot-Wall Anlage VP508 das einzige System dieser Art in Deutschland.

Von großem Vorteil für die Projektbearbeitung waren die umfangreichen SiC Materialkenntnisse, welche im vorausgegangenen Projekt zur SiC Einkristallzüchtung im IKZ erarbeitet worden sind. Zur Umsetzung der Zielsetzung stand die vielfältige analytische Ausstattung und das personelle know how im IKZ zur Verfügung.

Da das IKZ einer der ersten Nutzer der Hot-Wall Technologie war, konnte nur in begrenztem Umfang auf Erfahrungen anderer Gruppen und auf Literaturquellen zurückgegriffen werden.

3. Planung und Ablauf

Das Vorhaben wurde weitgehend entsprechend der Zeitplanung des Antrages bearbeitet. Die Hot-Wall CVD-Anlage wurde zur Bearbeitung zweier Projekte benutzt. Zeitgleich zum Projekt des IKZ nutzte die SiCED GmbH die Anlage, um n-leitende Schichten für ihr BMBF Projekt zu entwickeln. Im letzten Projektjahr wurden die Arbeiten, in Abstimmung mit dem Projektträger, für 10 Wochen ausgesetzt, da die SiCED einen zusätzlichen dringenden Bedarf an der Hot-Wall CVD-Kapazität an das IKZ herangetragen hatte. Um diese Zeit ist das IKZ-Projekt kostenneutral verlängert worden.

Zu Beginn des Vorhabens mußten die Parameter zur Abscheidung von reinen Schichten und die Möglichkeiten der Hot-Wall Technologie hinsichtlich Abscheiderate, Schichtdickenhomogenität und Hintergrunddotierung ermittelt werden.

Die Charakterisierung der Oberflächenstruktur der SiC Substrate und die Entwicklung einer Technologie zur Erzeugung störschichtfreier Oberflächen war eine Voraussetzung zur Abscheidung defektarmer Schichten.

Nach dem Einbau der Aluminium-Quelle und der Konditionierung der CVD-Anlage wurden p-leitende Schichten abgeschieden sowie der Dotierungseinbau und die Homogenität mit elektrischen und spektroskopischen Methoden untersucht. Es wurden verschiedene Methoden zur röntgenografischen Charakterisierung auf ihre Eignung und Aussagefähigkeit untersucht. Eine Anzahl von Schichten wurden beim Industriepartner elektrisch charakterisiert und auf ihre Bauelementeignung getestet.

Mit der Abscheidung und Charakterisierung von hochdotierten p-Schichten wurden Aussagen über die feste Löslichkeit von Aluminium und die kristalline Perfektion erzielt. Es wurde versucht eine Korrelation zwischen den technologischen Parametern bei der Abscheidung und der Lebensdauer von Minoritätsladungsträgern herzustellen.

4. Internationaler Entwicklungsstand

Während der Bearbeitungszeit des Vorhabens fanden jährlich internationale SiC- Konferenzen statt. Auf den Spezialistentreffen wurde deutlich, daß die Hot-Wall CVD eine Schlüsseltechnologie zur Herstellung von Epitaxieschichten darstellt. Die Abscheidung von p-leitenden Schichten und von p-n-Übergängen für zukünftige bipolare Bauelemente im Hochvoltbereich ($U > 3$ kV) waren dabei ein Schwerpunkt. Neben den Aktivitäten am Institut für Kristallzüchtung wurden zu dieser Problematik umfangreiche Arbeiten an der Universität in Linköping, den Firmen ACREO AB, OKMETIC AB in Schweden, am Institut National Polytechnique de Grenoble, Frankreich, bei der Firma CREE, USA, und der Kyoto Universität, Japan, durchgeführt. Die Tendenzen bei der Epitaxie gehen dabei eindeutig zur Hot-Wall Technologie in horizontalen multiwafer- Anlagen (AIXTRON, EMCORE) und vertikalen Reaktoren („Chimney“-Reaktoren) (Universität Linköping, Kyoto Universität). Um die für hohe Sperrspannungen erforderlichen dicken Schichten in vertretbaren Zeiten abscheiden zu können, wird durch die Erhöhung der Abscheidetemperatur $T_G > 1600^\circ\text{C}$ die Abscheiderate auf Werte $> 20 \mu\text{m/h}$ eingestellt. Während sich der internationale Entwicklungsstand bei der Abscheidung von n-leitenden Schichten, die CVD- Anlagenentwicklung und der Stand bei unipolaren Bauelementen seit der europäischen SiC Konferenz ICSCRM2002 dynamisch entwickelt hat (Produktionseinführung von Schottky-Dioden, durch Infineon und CREE), hat sich der Stand bei der Entwicklung p-leitender Schichten für bipolare Bauelemente nicht gravierend verändert. Die Ergebnisse aus dem Projekt des IKZ bestimmen das internationale Niveau mit und präsentieren den gegenwärtigen Entwicklungsstand.

5. Kooperationspartner

Um das Gesamtziel des Vorhabens zu erreichen sind intensive Kooperationen mit der SiCED GmbH, der Universität Erlangen, Angewandte Physik, Dr. G. Pensl, der Universität Pittsburgh, Fak. für Physik und Astronomie, Prof. W.J. Choyke, der Friedrich-Schiller-Universität Jena, Inst. für Festkörperphysik, Dr. U. Kaiser, und der Brandenburgischen-Technischen Universität Cottbus, Physik-Sensorik, Prof. D. Schmeißer, aufgebaut worden.

Analytische bzw. technologische Fragestellungen wurden als Aufträge an Dritte vergeben:

RTG-Mikroanalyse, Berlin, SIMS- Untersuchungen

Labor für Elektronenmikroskopie, Halle –TEM- Untersuchungen

NOVASIC, Frankreich, mechano- chemische Waferpräparation

Parallel zu dem Vorhaben wurde bei der SiCED GmbH ein Projekt zur Entwicklung von n-leitenden SiC Schichten für elektronische Hochleistungsbauelemente bearbeitet. CVD-Schichten für dieses Projekt wurden zum Teil in der Hot-Wall CVD-Anlage des IKZ gewachsen. In einem Unterauftrag der SiCED wurden diese Schichten im IKZ charakterisiert. Bei der Untersuchung der Schichten und der Wertung der Meßergebnisse aus beiden Projekten fand eine sehr enge Zusammenarbeit zwischen den Partnern statt.

II.a Darstellung der Ergebnisse

1 Präparation von 4H-SiC (0001) Substratoberflächen

1.1 Mechanische Substratpräparation

Als Substrate wurden 35 mm (SiCrystal AG, Erlangen) und 51mm 4H-SiC Wafer, (CREE, STERLING, beide USA), Si-Seite mit 8° Fehlorientierung in $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, Stickstoff dotiert, verwendet.

Da die Substratwafer ein kostenintensiver Faktor in diesem Projekt waren, wurden sie mehrfach als Substrate eingesetzt. Dazu war es erforderlich, nach der Charakterisierung der Schichten, diese durch Lappen und Polieren wieder zu entfernen. Im Rahmen dieses Projektes ist eine Technologie zum Recycling von SiC Wafern entwickelt worden. Durch die Aufeinanderfolge von Lapp- und Polierschritten mit verschiedenen großen Lapp- und Polierkörpern und reduzierten Drücken bei der Bearbeitung sind Waferoberflächen mit einer Rauigkeit von $R_a = 0,3 \pm 0,1 \text{ nm}$ und einer Störschicht $< 20 \text{ nm}$ erzeugt worden. Die Störschichten, die bei den einzelnen Präparationschritten entstanden sind, wurden mit electron channeling pattern (ECP) im Rasterelektronenmikroskop (REM) charakterisiert. Durch Abbildungen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) wurden den entsprechenden ECP-Kontrasten Störschichtdicken zugeordnet. Die Abbildungen 1.1 a-d zeigen ECP- Kontrast- und TEM-Abbildungen von unterschiedlichen Präparationsschritten. Die entsprechenden Bearbeitungsparameter sind in Tabelle 1.1 zusammengestellt.

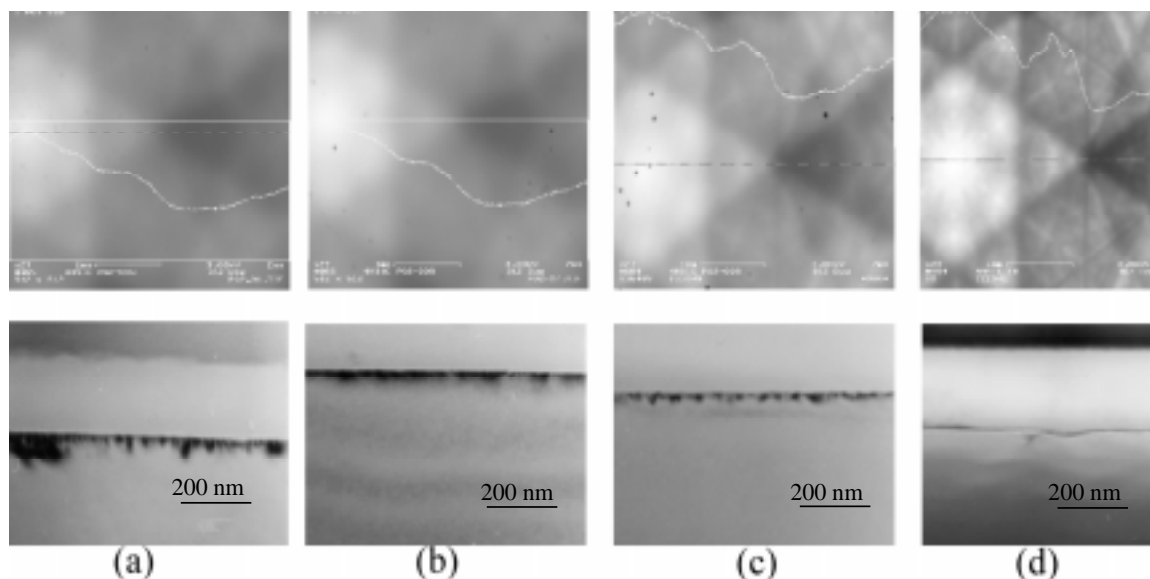


Abb.1.1 a-d: ECP- Kontrast- und TEM Bilder (Querschnittspräparation) von 4H-SiC Waferoberflächen nach unterschiedlichen Präparationsschritten (Tab. 1.1)

Aus der Gegenüberstellung der ECP-Kontrastverhältnissen mit den im TEM bestimmten Störschichtdicken an identischen Proben, konnte das Kontrastverhältnis in Abhängigkeit von der Störschichtdicke geeicht werden.

Wie sich das Kontrastverhältnis einer bearbeiteten Oberfläche zu einer störschichtfreien, gewachsenen Oberfläche mit den einzelnen Präparationsschritten verändert, ist in Abbildung 1.2 dargestellt. Die Differenz im ECP Kontrast zwischen der gewachsenen und der H_2 geätzten Oberfläche ist auf die höhere Rauigkeit der geätzten Oberfläche zurückzuführen.

Die als Ergebnis dieser Untersuchungen erhaltene Eichkurve, ECP-Kontrastverhältnis zu Störschichtdicke, zeigt Abbildung 1.3.

Tabelle 1.1: Bearbeitungsparameter und Oberflächencharakteristik von 4H-SiC Substraten (siehe Abb. 1 a-d)

	a	b	c	d
Diamantkorn Pressdruck H ₂ /C ₃ H ₈ -Ätzen	1 μm 80 pcm ⁻² -	1 μm 40 pcm ⁻² -	0,25 μm 40 pcm ⁻² -	1 μm 40 pcm ⁻² T: 1550°C, t: 30 min.
max. Stör- schichtdicke	≤ 40 nm	≤ 30 nm	≤ 20 nm	nicht sichtbar
ECP- Intensitätsver- hältnis	44 %	48 %	58 %	95 %

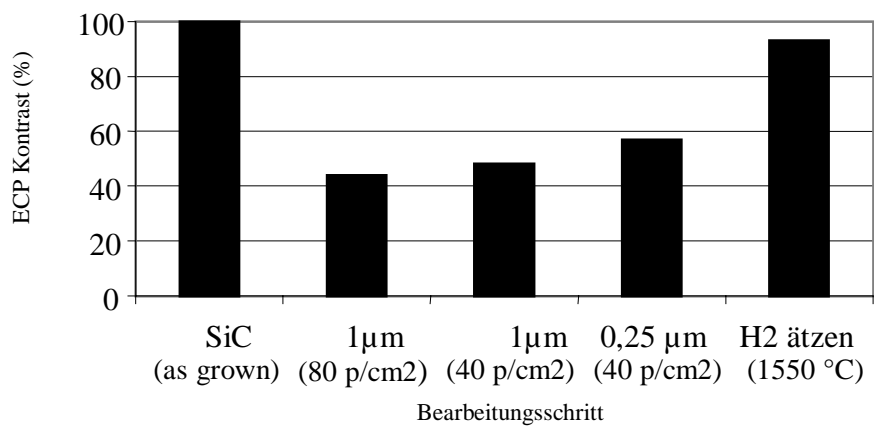


Abb. 1.2: ECP- Kontrast von 4H-SiC (0001) Substratoberflächen als Funktion der Präparationsschritte im Vergleich zu einer gewachsenen, ungestörten 4H-SiC Oberfläche

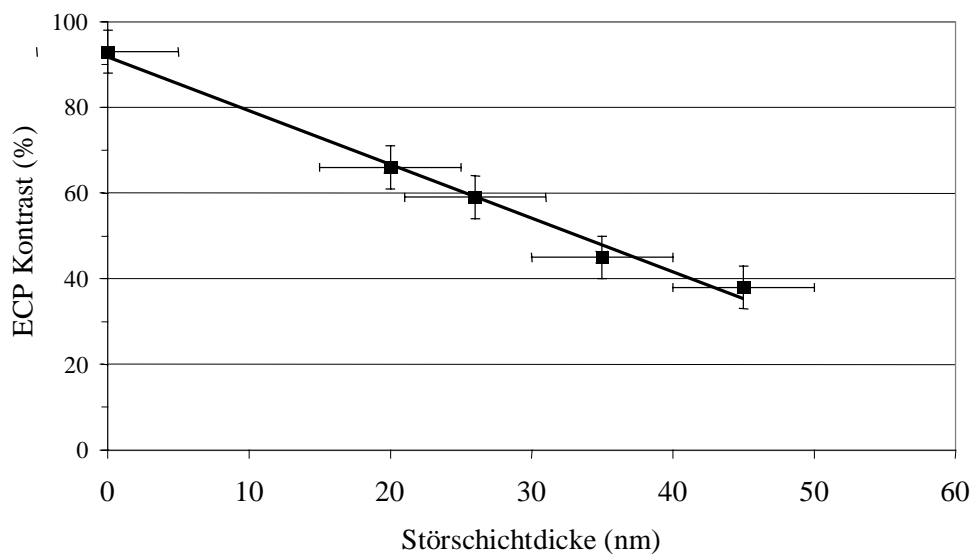


Abb. 1.3: Experimentelle Eichkurve, ECP- Kontrastverhältnis als Funktion der Störschichtdicke auf 4H-SiC (0001) Substraten

Die Abbildung von ECP Mustern im REM ist ein zerstörungsfreies Charakterisierungsverfahren, das bei Raumtemperatur und mit geringem experimentellen Aufwand durchgeführt werden kann. Im Ergebnis dieser Untersuchungen wurde ein Werkzeug erhalten, mit dem innerhalb dieses Projektes auf einfache Weise, in kurzer Zeit und ohne die für TEM-Untersuchungen erforderliche aufwendige Materialpräparation, eine quantitative Aussage über die kristalline Perfektion von Substratoberflächen getroffen werden konnte.

1.2. Mechano- chemische Präparation

Das Ätzen der Substrate mit Wasserstoff hat den Nachteil, daß auch die SiC- Oberflächen der Suszeptorbauteile geätzt, und damit deren Lebensdauer reduziert wird. Da der Suszeptor ein sehr kostenintensiver Faktor beim CVD Prozeß ist, wurde versucht, auf das Ätzen im H_2/C_3H_8 Gasmisch weitgehend zu verzichten. Durch eine Kombination aus mechanischer und chemischer Oberflächenpräparation (MCP) sollte eine weitere Reduzierung der Rauigkeit sowie der Oberflächenstörnschicht erreicht werden.

Im Anschluß an den Polierschritt mit $1\ \mu m$ Diamantkorn und $40\ p/cm^2$ Anpressdruck wurde versucht, die Oberfläche unter Ausnutzung chemischer Reaktionen weiter zu glätten und die Störnschicht vollständig zu entfernen.

Da die in der Literatur [4-6] vorgestellten Puffergemische (pH 10-12) auf der Basis von NaOH-Citrat unter Zugabe von H_2O_2 bei höheren Temperaturen instabil sind, wurden Experimente mit 0,1 n Natron- und Kalilauge durchgeführt. Als Poliermittel wurde Nalco 2360 (Fa. Bucher) mit einer SiO_2 Körnung von 200 nm eingesetzt. Als Parameter bei der Präparation wurden pH-Wert, Temperatur, Anpressdruck und Rotationsgeschwindigkeit variiert.

Eine zufriedenstellende Ätzpolitur wurde in einem alkalischen Medium von pH 12 unter Zugabe von H_2O_2 im Temperaturbereich von $30^\circ C-50^\circ C$ erzielt. Die Parameter Geschwindigkeit und Anpressdruck sind in weiten Grenzen wählbar. Bei zu hohem Anpressdruck scheint die Reibungswärme an der Substratoberfläche einen erheblichen Temperaturbeitrag zu liefern.

Die Ergebnisse der Präparationsversuche haben gezeigt, das mit einer optimierten MCP-Bearbeitung eine wesentliche Verbesserung der Oberflächenqualität von 4H-SiC Substraten im Vergleich zur mechanischen Präparation erreicht werden kann.



Abb. 1.4 a: Lichtmikroskopische Aufnahme (NDIK) einer 4H-SiC (0001) Oberfläche nach MCP- Präparation

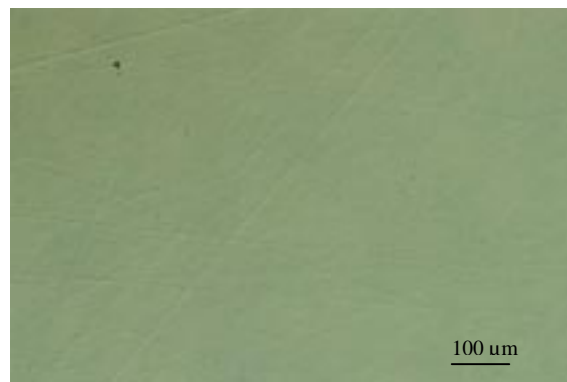


Abb. 1.4 b: Lichtmikroskopische Aufnahme (NDIK) einer 4H-SiC (0001) Oberfläche nach mechanischer Präparation

In Abbildung 1.4 a, b sind lichtmikroskopische Aufnahmen im Nomarski- Kontrast (NDIK) von SiC Oberflächen nach der MCP und mechanischen Präparation dargestellt. Die im Ergebnis der mechanischen Bearbeitung entstandenen Polierriefen sind nach der MCP-Bearbeitung nicht mehr vorhanden.

Da die erforderliche chemieresistente Bearbeitungsausrüstung nicht zur Verfügung stand, wurde diese Präparation im IKZ nicht weiter durchgeführt und als Auftrag an Dritte (Firma NOVASIC, Frankreich) übertragen.

Vor der Epitaxie werden die Wafer im Ultraschallbad mit Iso-Propanol und Aceton entfettet, in Säuregemischen aus $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2$ (3:1) und $\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ (1:6:1) geätzt und in Reinstwasser gespült. Unmittelbar vor dem Einsetzen in den Suszeptor wird mit einem HF dip das natürliche Oxid von der Oberfläche entfernt.

Das Substrat wird mit Hilfe eines SiC beschichteten Graphitträgers in den Suszeptor, welcher nur zur Reinigung nach ca. 20-30 Stunden Epitaxiezeit aus der Reaktionszelle entfernt wird, überführt. Während der Be- und Entladung des Suszeptors wird das Reaktionsrohr mit reinem Argon gespült.

Das epitaktische Wachstum unterteilt sich in zwei Prozessschritte, den Oberflächenpräparationsschritt und die Schichtabscheidung. Beide Schritte laufen unmittelbar hintereinander in der Reaktionszelle ab.

1.3 In-situ Oberflächenpräparation

Die Oberflächenmorphologie und im Besonderen die kristalline Perfektion des oberflächennahen Bereiches des Substrates haben eine primäre Bedeutung für die Generation von Defekten und die Defektdichte in der wachsenden Epitaxieschicht.

Kommerziell verfügbare 4H-SiC Wafer werden bei ihrer Herstellung einer Reihe von mechanischen Prozessschritten unterworfen (Sägen, Läppen, Polieren). Im Ergebnis dieser mechanischen Präparation sind die Oberflächen mit Polierriefen versehen und haben eine Oberflächenstörtschicht von ca. 15-25 nm. Diese Störtschicht wird in-situ vor der Schichtabscheidung durch chemisches Ätzen mit Wasserstoff abgetragen [7]. Der Abtrag von SiC durch Wasserstoff über die Bildung von SiH_4 und Kohlenwasserstoffe ist isotrop. Im Ergebnis erhält man eine Oberfläche ohne Störtschicht. Die Polierriefen bleiben jedoch erhalten und die Rauigkeit der Oberfläche nimmt zu. Um den Ätzprozeß anisotroper zu gestalten und Oberflächen mit geringerer Rauigkeit zu erhalten, wird dem Wasserstoff eine definierte Menge Propan zugegeben. Dadurch wird das Gleichgewicht bei der Reaktion von H_2 und SiC zur Bildung von SiH_4 verschoben und die Entstehung von Si- Tröpfchen verhindert. In Abb. 1.5 sind AFM-Aufnahmen von 4H-SiC Oberflächen nach der Ätzung mit reinem Wasserstoff und mit einem Propan- Partialdampfdruck ($p_{\text{C}_3\text{H}_8}$) von 9×10^{-3} mbar bzw. 2×10^{-2} mbar abgebildet.

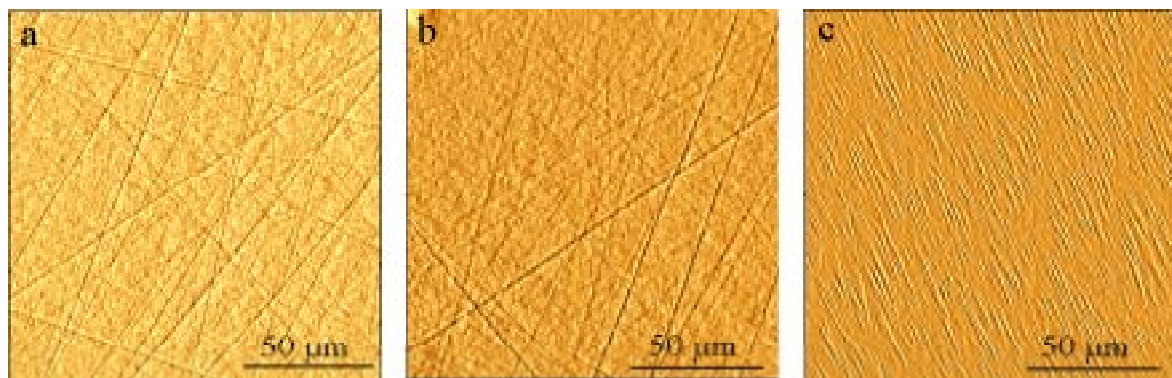


Abb.1.5 (a-c): AFM-Abbildungen von 4H-SiC $(0001)_{8^{\circ}\text{off}}$ Oberflächen nach Ätzen in Wasserstoff/ Propan, (a) ohne Propan, $R_a < 1,5$ nm, (b) $p_{\text{C}_3\text{H}_8} = 9 \times 10^{-3}$ mbar, $R_a < 0,8$ nm, (c) $p_{\text{C}_3\text{H}_8} = 2 \times 10^{-2}$ mbar, $R_a < 1$ nm

Im Ergebnis der H_2/C_3H_8 Ätzung erhält man eine Substratoberfläche, die frei von einer Störschicht ist und eine homogene Oberflächenmorphologie zeigt. Defekte in den Substraten (“micropipes”, Versetzungen, Stapelfehler) können auf diese Weise nicht beseitigt werden und setzen sich im Allgemeinen in die wachsenden Schicht fort [8].

Die Abbildungen 1.6 a-d zeigen die electron channeling pattern (ECP) (a, c) und die Röntgen-Rocking Kurven (XRD) (b, d) von einem 4H-SiC Substrat vor und nach dem H_2/C_3H_8 Ätzen. Ein Vergleich der Rocking Kurven zeigt eine Verringerung der Halbwertsbreite (HWB) um 15 %. Interessanter ist jedoch die erhebliche Erhöhung des Kontrastes im ECP-Bild der geätzten Oberfläche. Aus systematischen Untersuchungen des Zusammenhanges zwischen dem Kontrast in ECP- Bildern und der Dicke der Oberflächenstörschicht und vergleichenden Untersuchungen mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) wurde herausgearbeitet, daß eine 45 nm dicke Störschicht nur 37 % Kontrast im ECP Bild (a) im Vergleich zu einer gewachsenen Oberfläche liefert. Nach einer Ätzzeit von 4 Minuten bei 1550 °C und einer definierten Menge Propan im Wasserstoff erhält man ein ECP Bild mit 98 % Kontrast (c) im Vergleich zu einer ungestörten, gewachsenen SiC Oberfläche. Die Ätzrate beträgt dabei 10 – 15 nm/min.

Die Reduktion der HWB in den Rockingkurven nach dem Ätzschritt bei 1550 °C ist das Ergebnis einer Verbesserung der kristallinen Struktur der Oberfläche. Zeitgleich werden bei der hohen Temperatur die Spannungen im Wafer abgebaut. Die Zunahme des Kontrastverhältnisses im ECP Bild auf fast 100 % im Vergleich zu einer gewachsenen, ungestörten SiC Oberfläche dokumentiert, daß die Oberflächenstörschicht entfernt ist. Die Differenz zu 100% im Kontrastverhältniss ist auf die zunehmende Rauigkeit in Folge des Ätzvorganges zurückzuführen. Durch diesen Präparationschritt ist eine Voraussetzung für ein ungestörtes epitaktisches Wachstum realisiert.

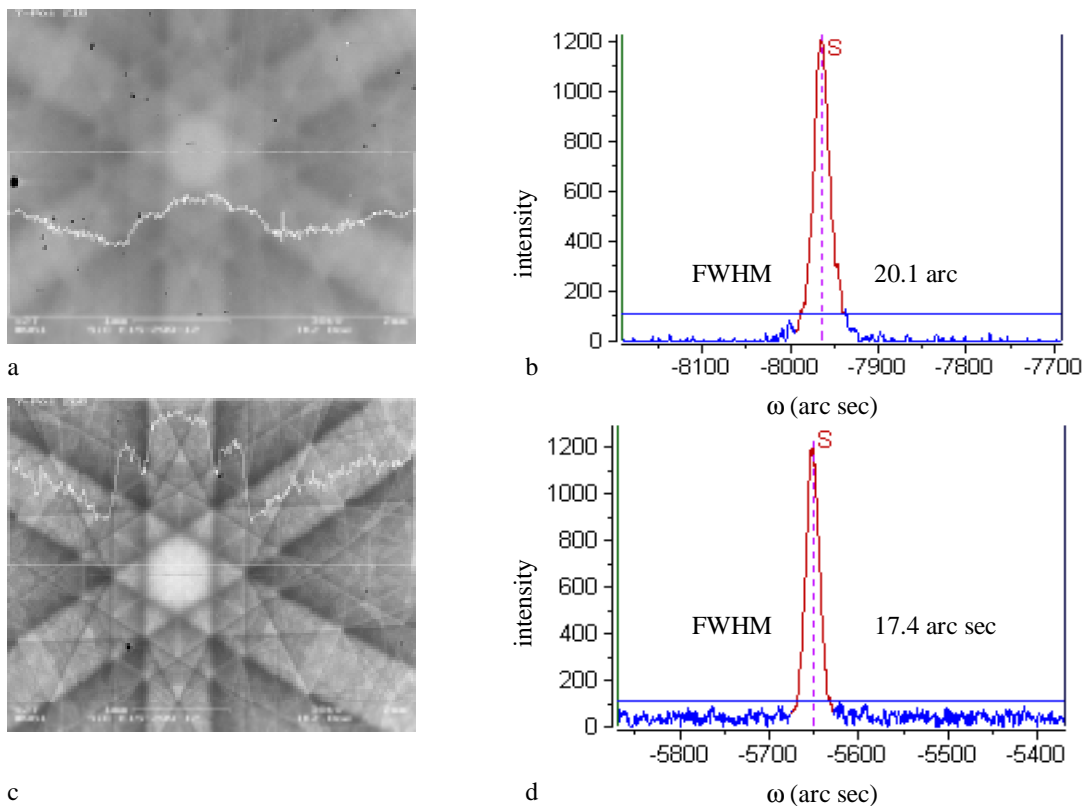


Abb. 1. 6: Electron channeling pattern (ECP) und XRD- Rockingkurven von einem 4H-SiC Substrat vor (a, b) und nach H_2/C_3H_8 - Oberflächenätzen (c, d)

In Abbildung 1.7 a-c sind die Übergänge Substrat- Schicht von unterschiedlich präparierten Substratoberflächen abgebildet. Die undotierten Epitaxieschichten von ca. 20 μm sind transparent, so daß man die Grenzfläche des dotierten n- Substrates ($5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) und der Epitaxieschicht sieht. In Abb. 1.7 (a) ist eine Grenzfläche nach Ätzen mit Wasserstoff abgebildet. Erkennbar sind die Überreste der Polierriefen aus der mechanischen Politur und die daraus resultierenden Rauigkeit. In Abb. 1.7 (b) ist eine Grenzfläche nach Ätzen in $\text{H}_2/\text{C}_3\text{H}_8$ (t:20 min) abgebildet. Durch die Zugabe von Propan wurde die Ätzrate und die Oberflächenrauigkeit der Grenzfläche optimiert. Durch eine mechano- chemische Politur der Substratoberfläche werden Oberflächen ohne Störschichten erzeugt. Ein kurzer Ätzschritt mit $\text{H}_2/\text{C}_3\text{H}_8$ (c) (t:4 min) führt zu einer atomar sauberen, ebenen Oberfläche (mit NDIC nicht auflösbar) und minimalen Ätzangriff der Suszeptorbeschichtung (Abb. 1.7 (c)).

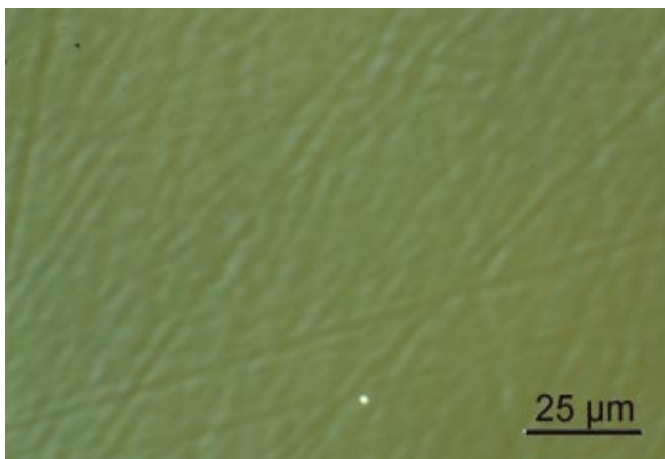
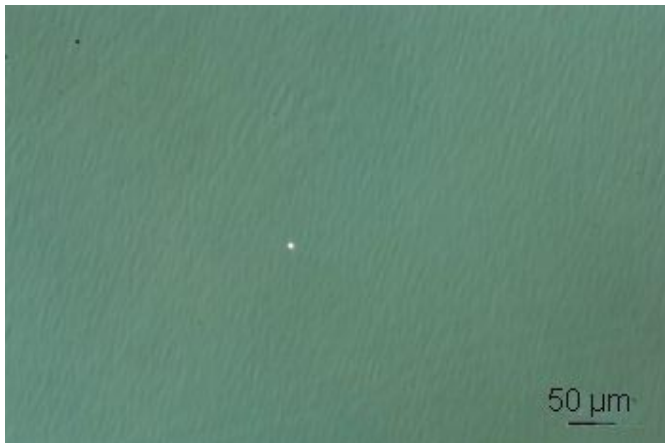


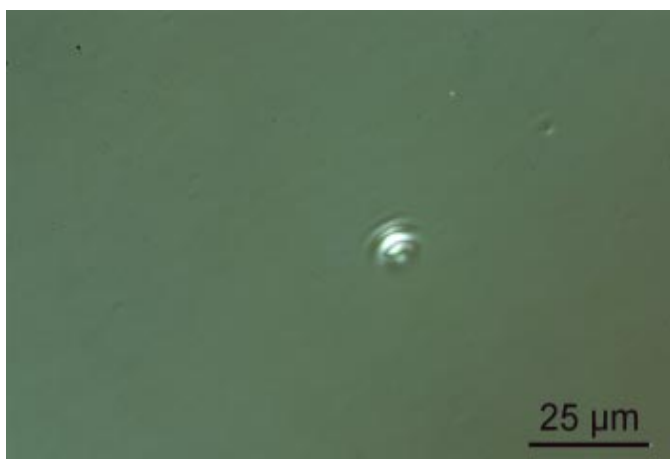
Abb. 1.7 : NDIC- Abbildung der Grenzfläche Substrat-Schicht von 4H-SiC Epitaxieschichten (Dicke: 20 μm) auf verschieden präparierten 4H-SiC Substraten

- a) mechanische Politur, H_2 ätzen
- b) mechanische Politur, $\text{H}_2/\text{C}_3\text{H}_8$ ätzen (t:20 min)
- c) mechano-chemische Politur $\text{H}_2/\text{C}_3\text{H}_8$ ätzen (t:4 min)

a)



b)



c)

2. Epitaxie von 4H-SiC Schichten

2.1 Hot-Wall Chemical Vapour Deposition

Für die Abscheidung von 4H-SiC-Schichten wurde das Hot-Wall Chemical Vapour Deposition (CVD)-Verfahren und eine CVD-Anlage VP508 der Firma EPIGRESS (Schweden) verwendet (Abb. 2.1 a).

Das Hot-Wall CVD-Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat, welches sich in einem Suszeptor aus SiC beschichteten Reinstgraphit befindet, von vier Seiten gleichmäßig erwärmt wird (Abb. 2.1 b) [1]. Im Ergebnis dieser Heizenanordnung entstehen sehr geringe radiale und axiale Temperaturgradienten über der Substratoberfläche und der Reaktionsraum hat ein räumlich begrenztes, definiertes Volumen [2, 3]. In diesem Reaktionsraum findet eine effiziente Pyrolyse der Prozeßgase statt. Als Siliciumquelle wird Silan (SiH_4) und als Kohlenstoffquelle Propan (C_3H_8), verdünnt in Wasserstoff, verwendet. Die geringen Temperaturgradienten im Suszeptor führen zu einer hohen Schichtdicken- und Dotierungshomogenität und, im Zusammenspiel mit der SiC Beschichtung des Suszeptors, zu einer geringen Hintergrunddotierung der gewachsenen Schichten.



a)

b)

Abb. 2.1: Hot-Wall CVD- System VP508 mit zwei Reaktorrohren, für n-Typ (N_2) Schichten und p-Typ (Al) Schichten (a), Hot-Wall Suszeptor und Induktionsheizung (b)

Die Hot-Wall CVD-Anlage VP508 gestattet es, in zwei separaten Reaktionszellen, n-leitende bzw. p-leitende Epitaxieschichten abzuscheiden. Als Donator wird Reinststickstoff verwendet, der in beiden Reaktionszellen als Dotiergas benutzt werden kann. Als Akzeptor wird Aluminium in Form von Trimethylaluminium (TMA) verwendet. Das TMA kann nur in Zelle 2 geleitet werden. Um definiert dotierte Schichten mit niedriger Ladungsträgerkompensation zu erhalten wurde die Zelle 1 zur Abscheidung von undotierten sowie Stickstoff dotierten (n-Typ) Schichten und die Zelle 2 zum Wachsen von p-Typ Schichten verwendet. Das Gasleitungs- und Vakuumsystem in der Anlage ist derart konstruiert, daß keine gegenseitige Beeinflussung der beiden Zelle auftritt.

In Tabelle 2.1 sind die bei den Abscheidungen benutzten Züchtungsparameter zusammengestellt

Tab. 2.1 Verwendete Abscheideparameter bei der Homoepitaxie von 4H-SiC

Silan- 2% in H_2 (sccm)	Propan 5% in H_2 (sscm)	C/Si- Verhältnis	Temperatur T_G ($^\circ\text{C}$)	Systemdruck p_{sys} (mbar)	Trägergasfluß H_2 (sl/min)
300 - 1200	60 - 240	0,5 - 2	1500 - 1600	50 - 500	20 - 50

Um den Einfluß der Züchtungsparameter wie SiH_4 Partialdruck (p_{SiH_4}), Abscheidetemperatur (T_G), Systemdruck bei der Abscheidung (p_{sys}), Kohlenstoff/Silicium Verhältnis in der Gasphase (C/Si) auf die Abscheiderate (R), die Schichtdickenhomogenität und die Hintergrunddotierung in den Schichten zu untersuchen, wurden SiC Schichten ohne definierte Zugabe von Dotierelementen gewachsen.

2.2 Wachstumsrate

Bei konstantem Systemdruck p_{sys} und Temperatur T_G ist die Wachstumsrate R vom Silan Partialdampfdruck p_{SiH_4} abhängig (Abb. 2.2).

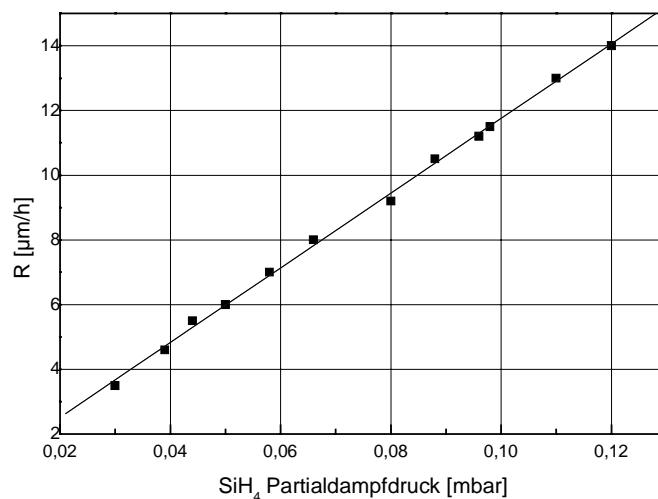


Abb. 2.2 Abhängigkeit der Wachstumsrate R ($\mu\text{m/h}$) vom SiH_4 Partialdampfdruck, $p_{\text{sys}} = 150$ mbar, $T_G = 1550$ °C

Bis zu einem SiH_4 -Partialdampfdruck von 0,12 mbar ($T_G = 1550$ °C) besteht ein linearer Zusammenhang zur Abscheiderate und die Epitaxieschichten haben spiegelnde, glatte Oberflächen mit Rauigkeiten R_a von $0,3 \pm 0,1$ nm. In diesem Bereich wird das Wachstum vom Antransport der siliciumhaltigen Spezies bestimmt. Bei größeren SiH_4 -Konzentrationen in der Gasphase nimmt die Oberflächenrauigkeit der Schicht zu und es setzt polykristallines Wachstum ein. Die Kinetik an der Wachstumsfläche wird dominierend. Der reguläre Stufenfluß wird durch die hohe Übersättigung gestört, es kommt zur Bildung von Makrostufen und zur isolierten Keimbildung auf den Stufen [9, 10]. Diesem Prozeß kann durch eine Erhöhung der Abscheidetemperatur entgegengewirkt werden. Eine höhere Abscheidetemperatur hat aber neben einem höheren Energieeinsatz bei der Züchtung auch eine Verringerung der Lebensdauer des Suszeptors (verstärktes Sublimieren der SiC-Beschichtung und Ausdiffusion von Verunreinigungen) zur Folge. Aus diesem Grund sind die Epitaxieexperimente, bis auf Einzelfälle, bei 1550 °C durchgeführt worden.

2.3 Druck und Temperatur

Es wurde nur ein geringer Einfluß der Abscheidetemperatur zwischen 1500°C und 1600 °C auf die Abscheiderate festgestellt. Die Änderung lag im Bereich der Schichtdickenänderung über dem Wafer. Eine Verringerung des Druckes von 250 mbar auf 150 mbar führte in diesem Temperaturbereich zu einer Erhöhung von R um 5% (Abb. 2.3)

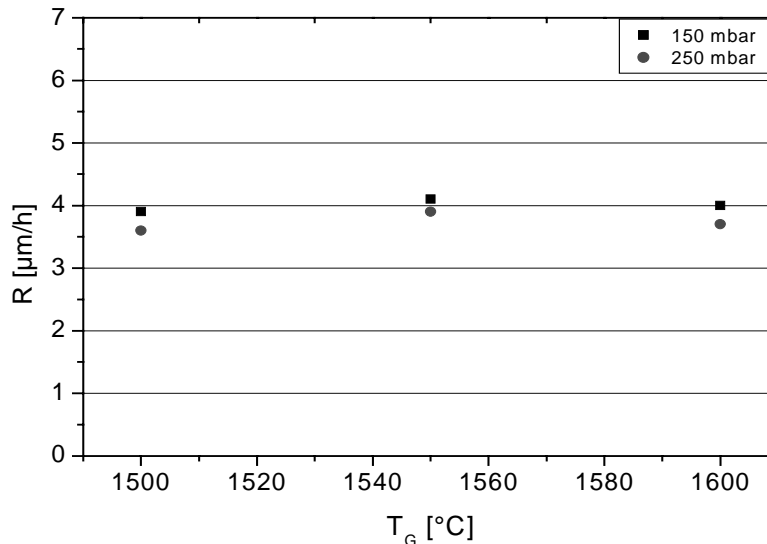


Abb. 2.3 Wachstumrate R als Funktion der Abscheidetemperatur, $p_{\text{SiH}_4} = 0,032 \text{ mbar}$

2.4 Trägergasfluß

Durch die Menge des Trägergases (H_2) und den Systemdruck bei der Schichtabscheidung wird die Gasgeschwindigkeit in der Reaktionszelle bestimmt. Die Gasgeschwindigkeit bestimmt axial die Konzentrationsverteilung der Si- und C-haltigen Spezies im Suszeptor und damit den Ort der maximalen Abscheiderate. Experimentell wurde der Gasfluß ermittelt, bei dem die maximale Konzentration von Si- und C-haltigen Molekülen in der Gasphase mit der Substratposition im Suszeptor übereinstimmen. In Abbildung 2.4 ist der Einfluß des Trägergasflusses auf die Schichtdicke und deren Homogenität dargestellt.

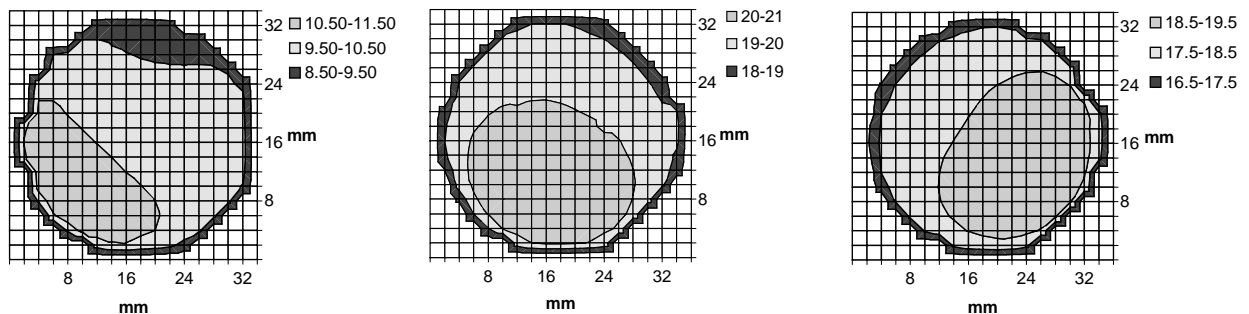


Abb. 2.4: Schichtdicke d (μm) und Homogenität als Funktion des Trägergasflusses, von links nach rechts zunehmend (20 sl/min, 30 sl/min und 35 sl/min).

Bei einem Trägergasfluß von 20 sl/min ist die Konzentration von Si- und C-haltigen Spezies am Anfang des Suszeptors am größten. Demzufolge erreichen die Abscheiderate und die Schichtdicke dort ihr Maximum. Mit zunehmenden Trägergasfluß kann der Bereich der maximalen Konzentration im Suszeptor in Flußrichtung verschoben und der Ort der maximalen Abscheiderate mit der Position des Substrates im Suszeptor in Übereinstimmung gebracht werden [11].

Die Abbildung 2.5 stellt die mittlere Abscheiderate an der Substratposition im Suszeptor als Funktion des Trägergasflusses dar. Außer von der Trägergasgeschwindigkeit wird der Ort der maximalen Abscheiderate von der Abscheidetemperatur T_G und dem Systemdruck p_{sys} bestimmt. Die Abscheideparameter ($p_{sys}=150$ mbar, $T_G=1550$ °C, Trägergasfluß = 34 sl/min) wurden so optimiert, daß bei der Epitaxie auf 2 Zoll SiC Wafern die Standardabweichung σ /min der Schichtdicke $\leq 2\%$ ist (Abb. 2.6).

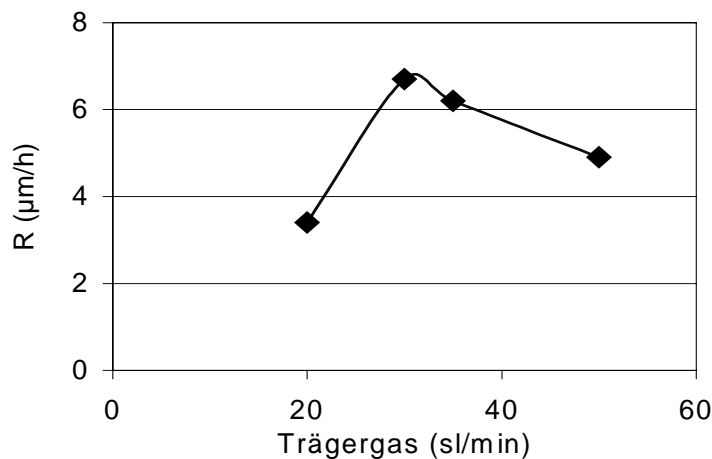


Abb. 2.5: Mittlere Abscheiderate als Funktion der Trägergasflusses über der Substratposition im Suszeptor, ($T_G = 1550^\circ\text{C}$, $p_{sys} = 250$ mbar, $p_{\text{SiH}_4} = 0,06$ mbar).

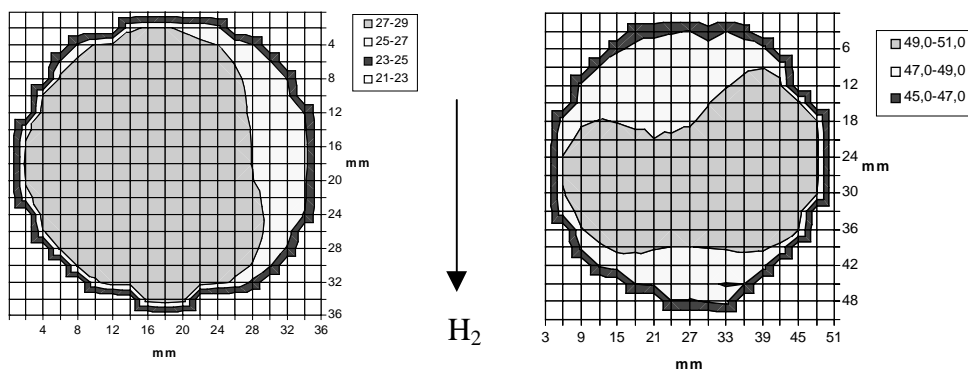


Abb. 2.6: Schichtdickenverteilung auf einem 35 mm und einem 2 Zoll SiC Substrat, $H_2= 34$ sl/min, $p_{sys}=150$ mbar, $T_G=1550^\circ\text{C}$, $p_{\text{SiH}_4}=0,087$ mbar, $R=10$ µm/h.

2.5 Morphologie und Defektstruktur in 4H-SiC Epitaxieschichten

Epitaxieschichten, die mit den in Tabelle 2.1 angegebenen Parametern abgeschieden worden sind, hatten eine glatte und spiegelnde Oberfläche. Die Rauigkeit in ungestörten Bereichen beträgt $R_a = 0,3 \pm 0,1$ nm. Der Übergang Substrat- Schicht ist scharf und eben. (Abb. 2.7).

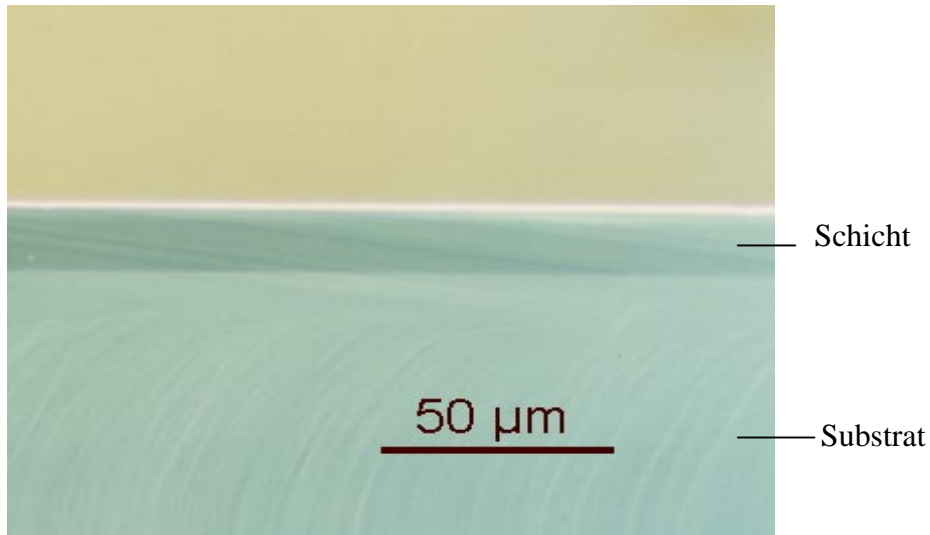


Abb.2.7: Spaltfläche einer Epitaxieschicht, $d=18$ µm, auf 4H-SiC Substrat (NDIK- Kontrast)

Die Beschaffenheit der Waferoberfläche, d. h. die kristalline Perfektion und die Rauigkeit, haben einen großen Einfluß auf die Defektdichte in den Epitaxieschichten. Gestörte Oberflächenbereiche und Polierriefen können Ursachen für die Generation von Defekten in den Schichten sein. Andere Defekte, wie Mikropipes, Versetzungen, Kleinwinkelkorngrenzen und Polytypwechsel wachsen aus dem Substrat in die Schicht hinein [7]. Durch die Minimierung der Oberflächenstörerschicht bei der mechanischen Präparation der Wafer und eines in-situ Ätzschrittes vor der Schichtabscheidung können Bedingungen für ein störungsarmes Wachstum der Schichten eingestellt werden (siehe 1.)

Die Defektdichte in der Epitaxieschicht wird wesentlich von der Defektstruktur des Substrates bestimmt. In den Schichten findet man eine große Anzahl von Defekten, welche vom Substrat in die Schicht weiterwachsen (Abb. 2.8). Zusätzlich können Defekte an der Grenzfläche als Folge einer hohen Rauigkeit oder einer Reststörerschicht entstehen.

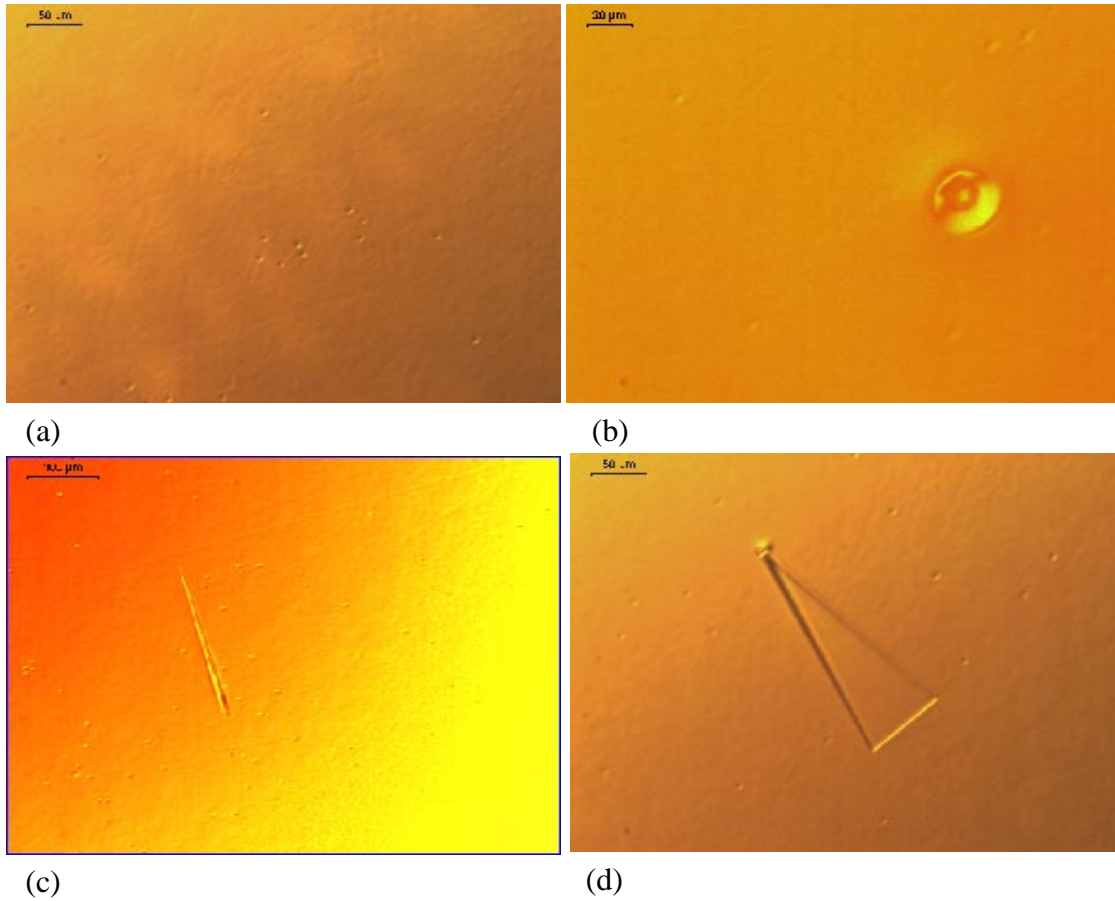


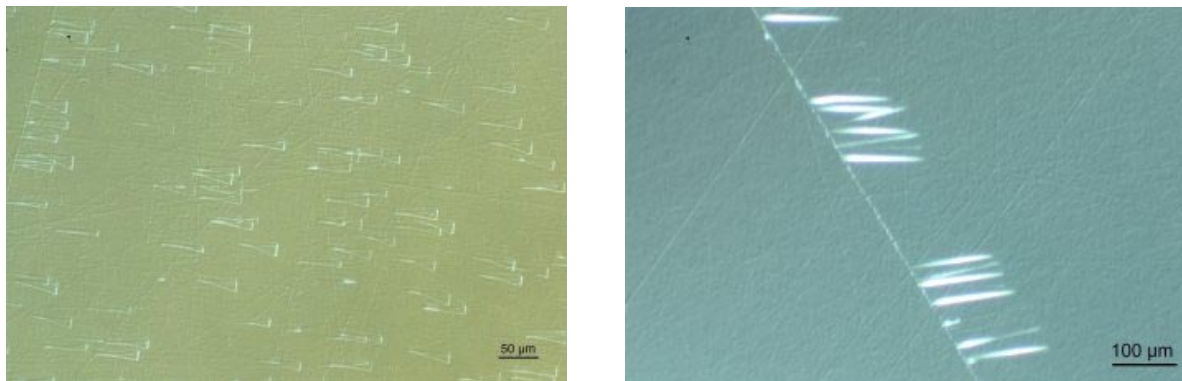
Abb. 2.8: Epitaxieschicht- Oberflächen mit vom Substrat induzierten Defekten (a) growth pits, (b) micropipes, (c) „Karotten“, (d) Stapelfehler (NDIK Aufnahmen)

Während „Karotten“- Defekte und Stapelfehler in geringer Anzahl ($1-3 \text{ cm}^{-2}$) in den Schichten auftreten, ist die Dichte der growth pits sehr inhomogen verteilt (Abb. 2.9) und kann bis zu 10^5 cm^{-2} betragen. Die Verteilung dieser Defekte ähnelt sehr der Versetzungsverteilung in den Substraten. Um eine Reduzierung der growth pits Dichte in den Schichten zu erreichen, ist die Senkung der Versetzungsdichte in den Substraten erforderlich.



Abb. 2.9: Schichtoberfläche mit inhomogener growth pits- Verteilung (NDIK-Aufnahme)

Eine weitere Quelle für Defekte in den Epitaxieschichten stellt die Substratoberfläche dar. Wenn im Ergebnis der Waferpräparation eine zu dicke Oberflächenstörsschicht vorhanden ist, und diese im in-situ Ätzprozeß nicht vollständig beseitigt wurde, dann wachsen Defekte von der Grenzfläche in die Epitaxieschicht hinein. In Abbildung 2.10 sind die Oberflächen von Epitaxieschichten mit einer hohen Defektdichte abgebildet, deren Ursache eine nicht vollständig entfernte Störsschicht (a) oder Polierriefen (b) auf dem Substrat sind.



a)

b)

Abb.2.10: Defekte in 4H-SiC Epitaxieschichten, die von Störungen an der Waferoberfläche ausgehend durch die Schicht wachsen, Stapelfehler (a), „Karotten“ (b) (NDIK-Abbildung)

Ein Defekt, der eine Vergrößerung der Oberflächenrauigkeit von Epitaxieschichten um bis zu einer Größenordnung zur Folge hat, sind Stapelfehler der Si-C-Doppelschichten im SiC Gitter des Substrates. Das Auftreten der Stapelfehler in den Substraten ist von Wafer zu Wafer und auf den Substraten sehr inhomogen. Da zur Schichtabscheidung 8° off in $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ orientierte Substrate eingesetzt werden, treten die Stapelfehler in diesem Winkel an die Oberfläche. Unterschiede in der Wachstumskinetik an den durch Stapelfehler entstandenen SiC Lamellen haben einen ungleichen Stufenfluß zur Folge. Es kommt zu einem „step bunching“ und damit zu einer Aufrauhung der Oberfläche. In Abbildung 2.11 ist die Oberfläche einer Schicht mit Stapelfehlern im Lichtmikroskop und eine AFM-Abbildung der Oberflächentopographie dargestellt. Die abgebildeten Stufen haben eine Höhe von 20-25 nm. Der Einfluß von Stapelfehlern in den Schichten auf die Eigenschaften von SiC Bauelementen wird zur Zeit international intensiv untersucht. Sie sind als leistungsbegrenzender Defekt erkannt worden [12, 13]. Die Bildung und das Hineinwachsen von Stapelfehlern in die Epitaxieschicht konnte in diesem Projekt nicht beeinflußt bzw. verhindert werden. Eine Klärung dieser Fragestellung ist jedoch für die Entwicklung und den erfolgreichen Einsatz von SiC Bauelementen unerläßlich.

Die Defekte, welche die Fläche von SiC- Bauelementen und damit die Stromdichte begrenzen, sind die micropipes, ihre Dichte und Dimension in den Substraten. Neben der Forderung, die micropipe-Dichte in den Substraten zu reduzieren besteht die Aufgabe, Möglichkeiten zu suchen, um das Einwachsen von micropipes in die Schicht zu verhindern oder sie zu schließen. In der Literatur [14, 15] werden mögliche Lösungsansätze beschrieben. In ersten orientierenden Experimenten wurde durch die Änderung des C/Si- Verhältnis in der Gasphase versucht, das Weiterwachsen von micropipes in den Schichten zu beeinflussen. Es konnte gezeigt werden, daß bei einem C/Si- Verhältnis <1 während der Epitaxie das micropipe geschlossen werden kann und sich als narbenartiger Defekt auf der Schichtoberfläche markiert. In Abbildung 2.12 a, b ist die Oberfläche einer Schicht mit dem geschlossenen Defekt und das Substrat mit dem micropipe abgebildet. Für die weitere Verbesserung der Oberflächenstruktur der SiC- Substrate und die Defektstruktur in den Epitaxieschichten zur Herstellung großflächiger Leistungsbaulemente ist es erforderlich, die

Mechanismen der micropipe Bildung und die Möglichkeiten zur Reduzierung bzw. Vermeidung weiter intensiv zu erforschen.

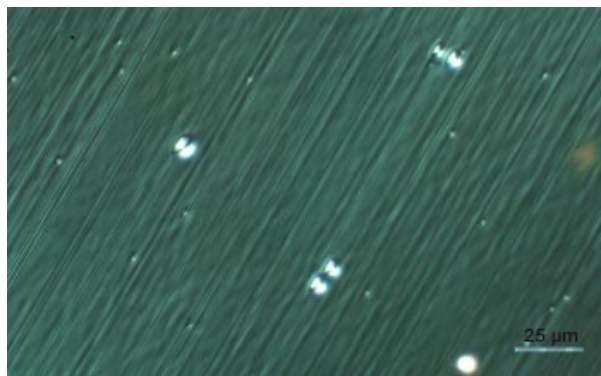
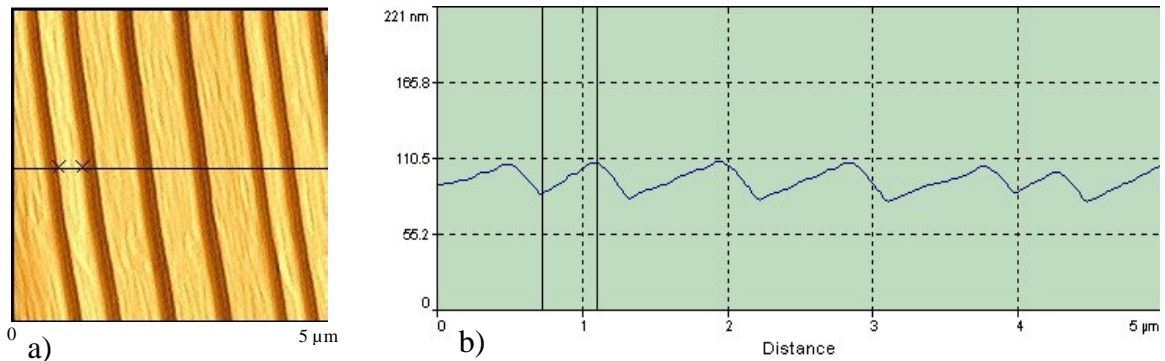
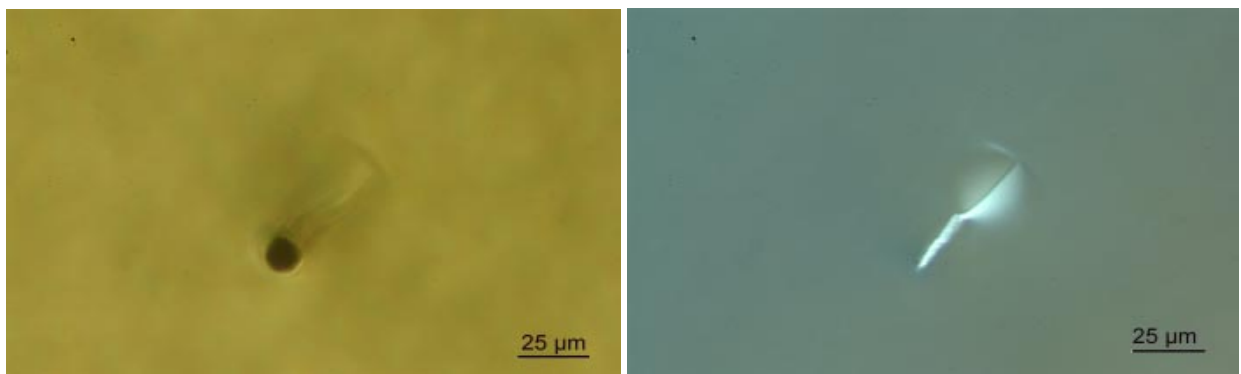


Abb. 2.11: Vergrößerung der Oberfläche einer 4H-SiC-Epitaxieschicht durch Stapelfehler, durchgewachsen aus dem Substrat, AFM (a), Linienprofil (b) und Oberflächenabbildung (NDIC)(c),

c)



a)

b)

Abb. 2.12: Abbildung eines micropipe im Substrat (Durchlicht) (a) und auf der Oberfläche der Epitaxieschicht, $d = 20 \mu\text{m}$, (NDIC), C/Si- Verhältnis = 0.6 (b),

3. Einfluß der Züchtungsparameter auf die Nettodotierung

3.1 Bestimmung der Nettodotierung

- Kapazitäts-Spannungs-Messung (C-V)

Die (C-V)- Messung hat sich als Routinemethode zur Bestimmung der Nettodotierung bewährt. Die für die Messung erforderlichen Raumladungsstrukturen wurden durch die Präparation von Schottky-Kontakten mittels Elektronenstrahlverdampfung von Ni im Hochvakuum unter Verwendung von Schattenmasken hergestellt. Die Ni-Kontakte wurden in einem Abstand von 0,8 mm auf die as-grown CVD-Schichten aufgebracht, wobei vorrangig ein Durchmesser von 0,8 mm und eine Dicke von 20 nm verwendet wurden.

Die C-V Messungen wurden mit einem Kapazitätsmeter BOONTON 7200 (Messfrequenz 1 MHz, Spannung bis 100 V) oder einem LCR-Meter HP 4284A (20 Hz - 1MHz, 40 V) durchgeführt. Ein SÜSS AP6-Prober diente der Abrasterung der über die gesamte Probenoberfläche verteilten Kontakte zur Aufnahme von C-V Mapps. Die Mess- und Auswerterroutine waren in HP VEE programmiert worden. Da jeweils komplette C-V-Kurven aufgenommen wurden, lagen für jeden Kontakt in gewissen Grenzen Tiefenprofile der Nettodotierung vor. Die Darstellung der Netto- Donatorkonzentration erfolgte mit ORIGIN für ausgewählte Tiefen als x-y-Map.

Die Vorteile der C-V-Methode (z. B. gegenüber temperaturabhängigen Hall-Effekt- und Leitfähigkeitsmessungen) sind:

1. Die Nettodotierungskonzentration kann auch für flache Störstellen mit Ionisierungsenergien größer als 50 meV bei Raumtemperatur bestimmt werden, wenn man die Messfrequenz geeignet erniedrigt.
2. Es lassen sich Epitaxieschichten auf hoch leitfähigen Substraten des gleichen Leitungstyps messen.
3. Eine von der Schottky-Kontaktgröße abhängige, in vielen Fällen ausreichende laterale Ortsauflösung ist erzielbar.
4. Tiefenprofile der Nettodotierung lassen sich ermitteln.
5. Das Verfahren ist nicht zerstörend und die Schicht kann weiter prozessiert werden, da unter bestimmten Bedingungen (z.B. durch Wahl eines geeigneten Kontaktmetalls) die Beeinflussung der Oberflächeneigenschaften nach Abätzung der Kontakte vernachlässigbar ist.

- Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS)

Die SIMS Untersuchungen zur Bestimmung der chemischen Konzentration von Dotierungen wurden im Auftrag an Dritte durch die RTG-Mikroanalyse, Berlin, durchgeführt. Für die Messungen wurde eine CAMECA IMF-4F mit Sauerstoff als Sputterion verwendet. Die 4H-SiC- Kalibrierstandards wurden durch das IKZ bereitgestellt und von der Firma zur qualitativen Bestimmung der Al- und B- Konzentration benutzt. Zur Analyse der chemischen Konzentrationen muß aus dem Wafer ein ca. 2 x 2 mm² großes Probenstück heraus präpariert werden.

- Temperaturabhängige Hall-Effekt Messungen

An Al- dotierten Schichten wurden temperaturabhängige Hall-Effekt Messungen an der Universität Erlangen, Angewandte Physik, durchgeführt. Für diese Untersuchungen wurden die Wafer gespalten und ca. 5 x 5 mm² große Meßproben präpariert. Im Ergebnis der umfangreichen Hall-Effekt Untersuchungen an den im Projekt hergestellten Epitaxieschichten wurde von der Arbeitsgruppe Dr. Pensl der Hall-Streufaktor für Löcher in SiC neu bestimmt und publiziert.

- Tieftemperatur- Photolumineszenz

In Zusammenarbeit mit der Universität Pittsburgh, Prof. W.J. Choyke, wurden nominell undotierte und Aluminium dotierte Epitaxieschichten mit Tieftemperatur- Photolumineszenz bei 2K untersucht. In Ergebnis dieser Untersuchungen wurde die Stickstoff-Hintergrunddotierung unter Ausnutzung der an der Universität Pittsburgh erarbeiteten Zusammenhänge zwischen den Intensitäten ausgewählter Spektrallinien in den Spektren bestimmt. Zum ersten mal wurden in den untersuchten Spektren „anormale“ Intensitäten im Wellenbereich um 500 nm den Stapelfehlern in Hot-Wall SiC-Epitaxieschichten zugeordnet. Diese Ergebnisse wurden 2001 publiziert [19].

3.2 Nominell undotierte Schichten

Das Ziel dieser Experimente bestand darin, die Möglichkeiten der Hot-Wall CVD-Anlage in Hinsicht auf niedrige Hintergrunddotierungen in den Epitaxieschichten zu ermitteln. Die Untersuchungen konzentrierten sich dabei auf die Elemente Stickstoff (N_2 , baut sich als Donator auf einem Kohlenstoff- Gitterplatz ein) sowie Aluminium (Al), Bor, als Akzeptor auf einem Silicium- Gitterplatz.

Die Quellen für N_2 , Al und B sind die entsprechenden Konzentrationen der Elemente in den verwendeten Graphitbauteilen und der thermischen Isolierung, die während der Schichtabscheidung freigesetzt werden. Eine weitere Stickstoffquelle ist die Kontamination der Baugruppen während des Be- und Entladens des Wafers in der staubreduzierten Laboratmosphäre.

Der Einbau dieser Elemente in die Epitaxieschicht wurde in Abhängigkeit vom Systemdruck und dem Kohlenstoff/ Silizium- Verhältnis (C/Si) in der Gasphase untersucht. Die netto Ladungsträgerkonzentrationen wurden durch C-V-Messungen bestimmt. Die funktionellen Zusammenhänge zwischen den elektrisch aktiven Dotierkonzentrationen und dem Druck bzw. dem C/Si- Verhältnis sind in den Abbildungen. 3.1 und 3.2 dargestellt.

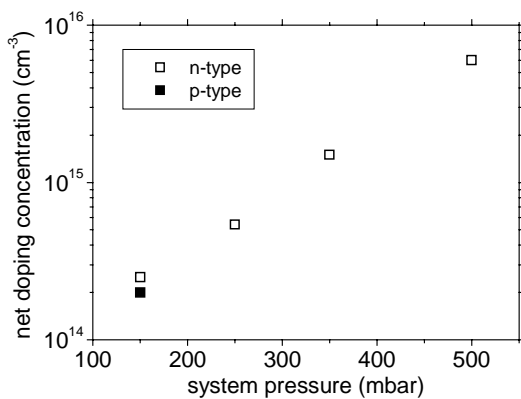


Abb. 3.1: Abhängigkeit der Hintergrunddotierung (N_2) vom Systemdruck, T_g : 1550 °C, C/Si: 1, T_g : 1550 °C, C/Si: 1,5 (□: n-Leitung, ■: p-Leitung)

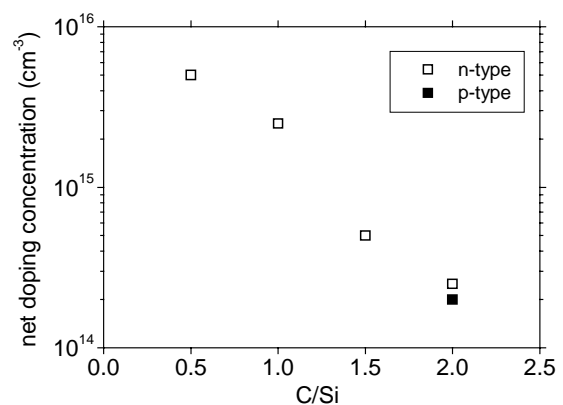


Abb. 3.2: Abhängigkeit der Hintergrunddotierung (N_2) vom C/Si – Verhältnis, T_g : 1550 °C, Systemdruck: 150 mbar, (□: n-Leitung, ■: p-Leitung)

Nominell undotierte SiC-Schichten haben im allgemeinen einen n- Leitungstyp, verursacht durch den Einbau von Stickstoff. Die Reduzierung des Systemdrucks während der Abscheidung führt zu einer Verringerung des N_2 -Partialdampfdruckes in der Gasatmosphäre, was eine Abnahme der netto Donatorkonzentration zur Folge hat.

Die Einbaukinetik des Stickstoffs auf Kohlenstoff-Plätze im SiC-Gitter wird wesentlich vom C/Si-Verhältnis in der Gasphase bestimmt. Ein Überschuss an C in der Gasatmosphäre hat eine Unterdrückung des Stickstoffeinbaus als Folge des reduzierten Angebotes an freien Kohlenstoff-Plätzen im wachsenden SiC-Gitter zur Folge (site competition Effekt) [16]. In nominell undotierten Schichten nimmt mit zunehmender Schichtdicke bei konstanter Wachstumsrate die Konzentration der Stickstoffverunreinigungen mit wachsender Züchtungszeit ab (Selbstreinigungseffekt). Bei dicken Schichten kann dadurch die Donatorkonzentration unter die Hintergrunddotierung von Al und B absinken, was ein Umschlagen des Leitungstyps in den Schichten vom n-Typ zum p-Typ zur Folge hat.

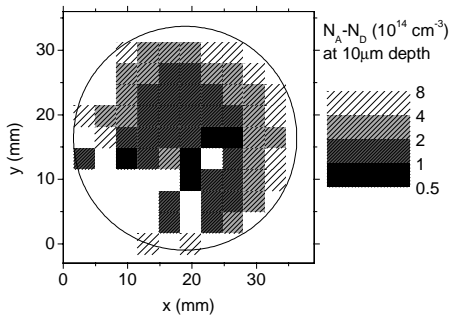


Abb.: 3.3: Verteilung der netto Dotierung in einer Tiefe von 10 μm in einer 4H-SiC Epitaxieschicht, C/Si=2; $p_{\text{sys}}=150$ mbar

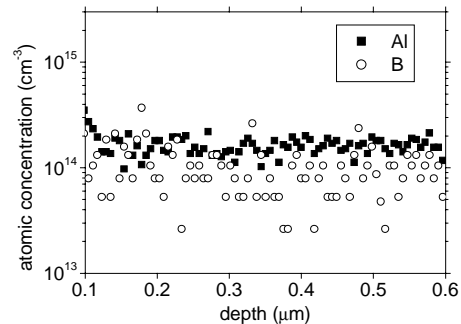


Abb.: 3.4: Bor- und Aluminium-Tiefenprofil (SIMS) in einer SiC-Epitaxieschicht, $T_{\text{G}}=1550$ °C, C/Si= 1,5; p_{sys} 150 mbar

In Abbildung 3.3 ist die Verteilung der netto Ladungsträgerkonzentration in einer 4H-SiC Epitaxieschicht, in einer Tiefe von 10 μm , abgebildet (C-V Messung). Der Leitungstyp in der Schicht ist von n zu p umgeschlagen. Im zentralen Bereich erreicht die netto Akzeptorkonzentration einen Wert von $1\text{-}2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$, mit ansteigenden Konzentrationen im Randbereich. Die chemische Konzentration von Bor und Aluminium wurde durch SIMS-Messungen bestimmt. SIMS-Messungen im Zentrum der Schicht ergaben eine mittlere Al-Konzentration von $2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ und für Bor von $8 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ (Abb.3.4) und lagen damit deutlich über der Nachweisgrenze von $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ bzw. $6 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ des verwendeten Spektrometers.

Solche niedrig dotierten Schichten sind hoch kompensiert. Während die Akzeptorkonzentration über der Schichtdicke relativ konstant ist ($N_{\text{A}}-N_{\text{D}}= 9\text{-}20 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$) kann in Abhängigkeit von der Züchtungsdauer, dem Ausheizregime der gesamten Züchtungszelle, dem Systemdruck und dem C/Si-Verhältnis in der Gasphase die netto Donatorkonzentration im Bereich der Schichtoberfläche bis auf Werte um $3 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ reduziert werden (Tieftemperatur-PL-Messungen, Universität Pittsburgh).

Ein Anstieg der netto Akzeptorkonzentration ist zu verzeichnen, wenn in Folge langer Nutzungszeiten die SiC-Beschichtung der Suszeptorbauteile sublimiert ist und freie Graphitflächen mit den Prozessgasen in Kontakt kommen. Aus den offenen Graphitflächen dampft hauptsächlich Bor ab und baut sich in die wachsende Schicht ein. Unter solchen Bedingungen gewachsene Schichten können netto Akzeptorkonzentration von bis zu 10^{16} cm^{-3} enthalten.

3.2.1 Tieftemperatur-Photolumineszenz (LTPL)

Die Bestimmung der Stickstoff-Hintergrunddotierung in den Schichten mit Photolumineszenz bei 2 K erfolgte durch die Gruppe von Prof. Choyke an der Universität Pittsburgh. Die Schichten wurden mit einem He-Cd Laser ($\lambda=325$ nm, 15 mW) angeregt. Zur Aufnahme

der Spektren wurde ein Czerny-Turner Spektrometer mit gekühlter CCD Kamera benutzt. Mit dem verwendeten Gitter (1800 l/mm) wurde eine Auflösung von 0,1 nm erreicht. Als Maß für die Stickstoffkonzentration in den Schichten wurde das Intensitätsverhältnis der an Stickstoff gebundenen Null- Phononen Linie (Q_0) zur intrinsischen Null- Phononen Linie (I_{75}) ausgewertet. Diesem Intensitätsverhältnis wurden Stickstoffkonzentrationen, entsprechend der in der Arbeitsgruppe erstellten Eichkurve, zugeordnet. Abbildung 3.5 zeigt ein einen Ausschnitt aus einem LTPL- Spektrum von einer 30 μ m dicken nominell undotierten 4H-SiC-Schicht. Aus dem Verhältnis Q_0/I_{75} ergibt sich eine N_2 -Konzentration von ca. $4 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$.

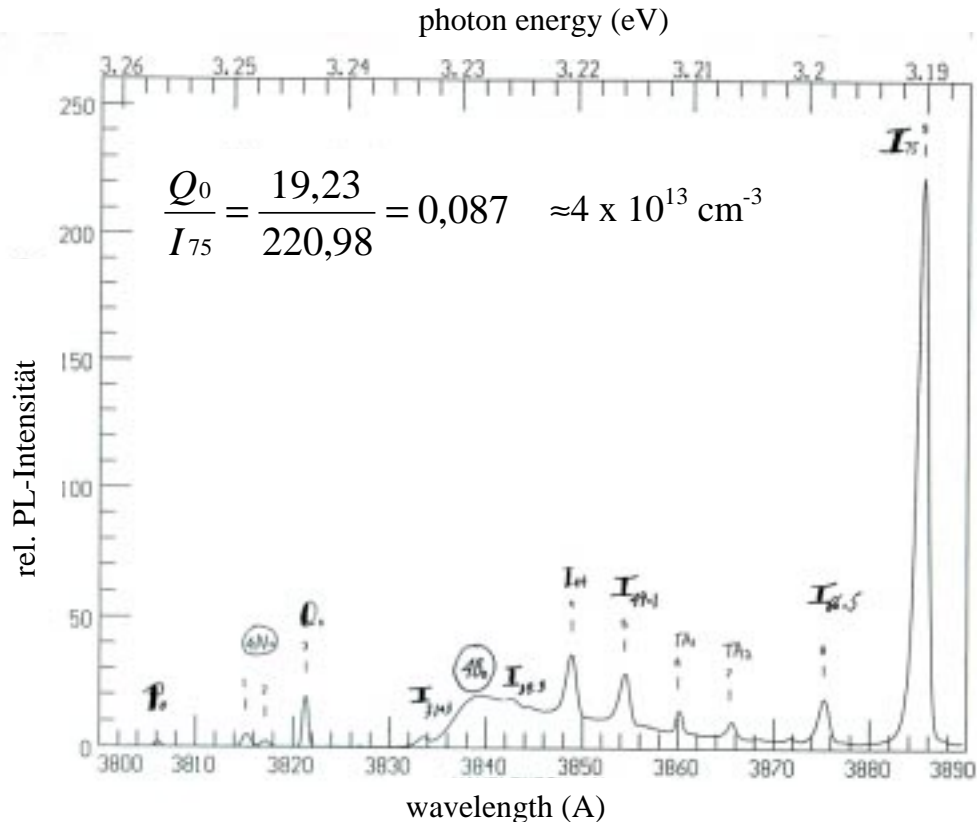


Abb. 3.5: Ausschnitt aus einem Tieftemperatur-Photolumineszenzspektrum einer 4H-SiC Schicht, ($T= 2\text{K}$, $\lambda=325 \text{ nm}$)

In Abbildung 3.6 sind die netto Donatorkonzentrationen als Funktion des Quotienten Q_0/I_{75} der untersuchten nominell undotierten Schichten aufgetragen. Die Abnahme der Stickstoffkonzentration in undotierten Schichten von $2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ auf $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ ist das Ergebnis der Optimierung der Abscheidereparameter, wie Prozeßdrücke, C/Si-Verhältnis und das Ausheizregime vor der Abscheidung.

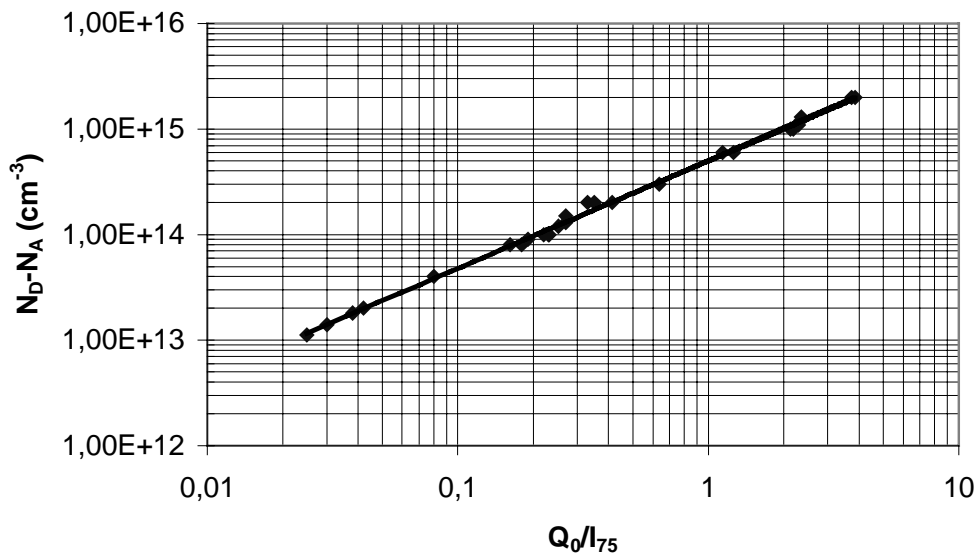


Abb. 3.6: Netto Donorkonzentration vs. Intensitätenverhältnis Q_0/I_{75} für nominell undotierte dotierte 4H-SiC Schichten

Zusammenfassung

Die Reinheit der in der Hot-Wall CVD abgeschiedenen Schichten bezüglich N₂, Al und B wird bestimmt von:

- dem Ausheizregime (Ausheizzeit und Temperatur) der Züchtungszelle, einschließlich Suszeptor und SiC-Wafer,
- dem Systemdruck bei der Abscheidung,
- dem C/Si- Verhältnis in der Gasatmosphäre,
- der Züchtungszeit,
- der Qualität des für den Suszeptor verwendeten Graphits und der Dichtigkeit der SiC-Beschichtung des Suszeptors.

Die Hintergrunddotierung in nominell undotierten 4H-SiC Schichten läßt sich für Donatoren (N₂) auf $N_D - N_A \geq 3 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ und für Akzeptoren (B, Al) auf $N_A - N_D \geq 2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ einstellen.

3.3 Aluminium dotierten SiC Schichten

Als Aluminium (Al)- Quelle wurde Trimethylaluminium (TMA) verwendet. Der Dampfdruck von TMA läßt sich berechnen nach:

$$\text{Log}_{10} p \text{ (mmHg)} = 8,22 - 2134/T \text{ (K)} \quad (3.1)$$

Die TMA Quelle wurde bei einer Temperatur von 19 °C betrieben. Der entsprechende TMA-Dampfdruck in der Quelle beträgt 10,8 mbar. Bei den Experimenten wurde der TMA- Partialdampfdruck, durch Verdünnen mit Wasserstoff, zwischen 7×10^{-8} mbar und 2×10^{-3} mbar eingestellt. Die dabei erzielten chemischen Aluminium- und die netto Akzeptorkonzentrationen $[N_A - N_D]$ bei Raumtemperatur umfaßten den Bereich von $4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3} - 1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ bzw. $3 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ bis $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$.

Der Einbau von Aluminium wird im wesentlichen bestimmt von:

- TMA-Partialdampfdruck (p_{TMA})
- Kohlenstoff/Silicium- Verhältnis in der Gasphase (C/Si)
- Abscheidetemperatur (T_G)
- Abscheiderate (R)

3.3.1 TMA-Partialdampfdruck

Der Zusammenhang zwischen dem TMA- Partialdampfdruck p_{TMA} und der chemisch eingebauten Al- Konzentration ist in Abbildung 3.7 dargestellt. Es wurden Epitaxieschichten mit einer [Al]- Konzentration von $4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ bis $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ charakterisiert.

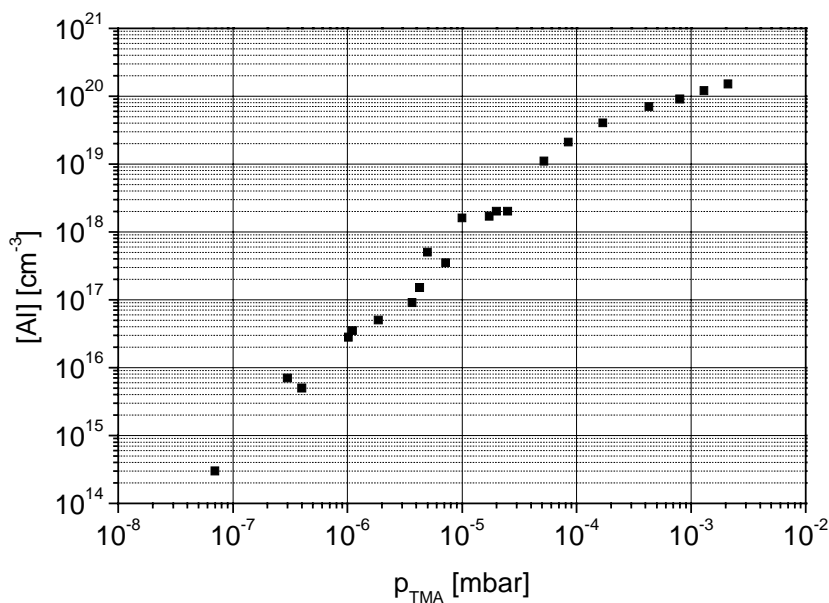


Abb. 3.7: [Al] als Funktion von p_{TMA} , $T=1550 \text{ }^\circ\text{C}$, $C/\text{Si}= 1,5$, $p_{\text{sys}}= 150 \text{ mbar}$, (SIMS-Messungen).

Das Verhältnis von [Al] und der netto Ladungsträgerkonzentration $N_A - N_D$ in Abhängigkeit von p_{TMA} ist in Abb. 3.8 dargestellt. Die Kapazitäts-Spannungs-Messungen konnten bis zu einer maximalen Dotierung von $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ durchgeführt werden. Aus Abbildung 3.8 ergibt sich für [Al] bzw. $N_A - N_D \sim (p_{\text{TMA}})^{1,5}$. Der absolute Wert von [Al] übersteigt den der netto Akzeptorkonzentration um ca. einen Faktor von 2,5. Aluminium wird zu 30% bis 70% als elektrisch aktiver flacher Akzeptor auf Si- Gitterplätzen eingebaut. An ausgewählten Schichten wurden temperaturabhängige Hall-Messungen durchgeführt. Die erzielten Ergebnisse stimmen sehr gut mit den C-V-Messungen überein. In Tabelle 3.1 sind die SIMS-, Hall- und C-V Ergebnisse von drei Schichten mit jeweils einer Größenordnung Unterschied in der Akzeptorkonzentration zusammengestellt.

Tabelle 3.1: Vergleich von Hall- Effekt, C-V- und SIMS Ergebnissen

Schicht	p_{Al} mbar	$\Delta E(Al)^{3)}$ meV	$N(Al)^{3)}$ $\times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$N_{comp}=N_D^{3)}$ $\times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$	$(N_A-N_D)^{1)}$ $\times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$	$[Al]^{2)}$ $\times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$
1	1,1	230	0,2	0,6	0,2	0,3
2	5,4	226	2,0	2,5	2	3
3	20	213	10	6	10	18

¹⁾ C-V

²⁾ SIMS

³⁾ Hall-Effekt

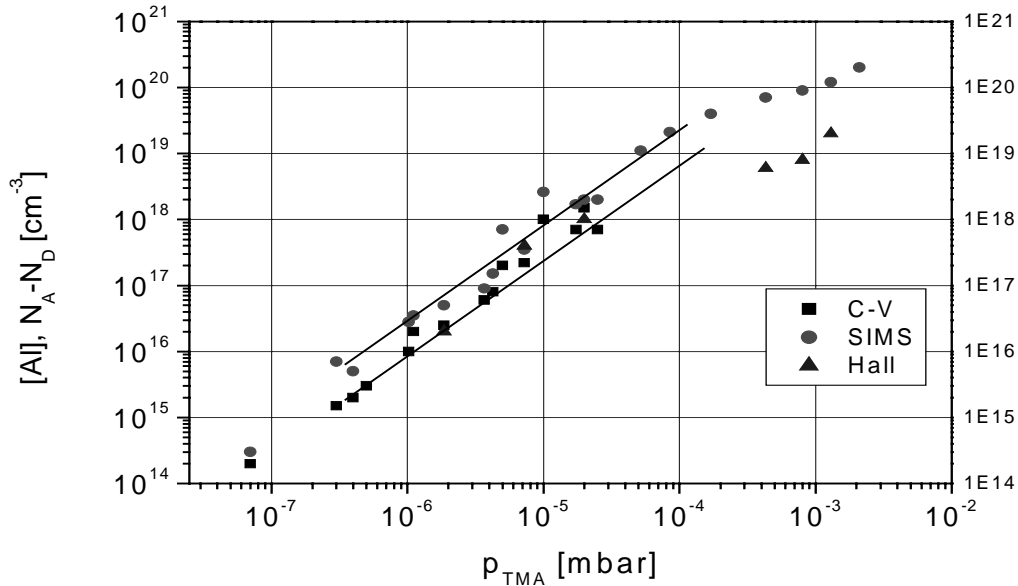


Abb. 3.8: $[Al]$ und Akzeptorkonzentration als Funktion des p_{TMA} Partialdruckes, $T_G = 1550 \text{ }^\circ\text{C}$, $C/Si=1,5$, $p_{sys} = 150 \text{ mbar}$

Die Meßkurven der temperaturabhängigen Hall-Effekt Messungen der in Tabelle 3.1 aufgeführten Schichten sind in Abbildung 3.9 a, b dargestellt. Mit ansteigender Konzentration der frei beweglichen Löcher nimmt die Konzentration der kompensierenden Donatoren N_{comp} in den Schichten zu. Ein Anstieg der netto Akzeptorkonzentration von $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ auf $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ hat eine Zunahme der Konzentration N_D von $6 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ auf $6 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ zur Folge. Die Ursache dafür lag in der verwendeten Al- Quelle. Beim Hersteller der Quelle wurde das TMA unter Stickstoff abgefüllt und ausgeliefert. Dieser Stickstoff löste sich im TMA und baute sich simultan in die Schichten ein. Mit steigendem Al- Konzentration in den Schichten nahm auch die Hintergrunddotierung an Stickstoff zu.

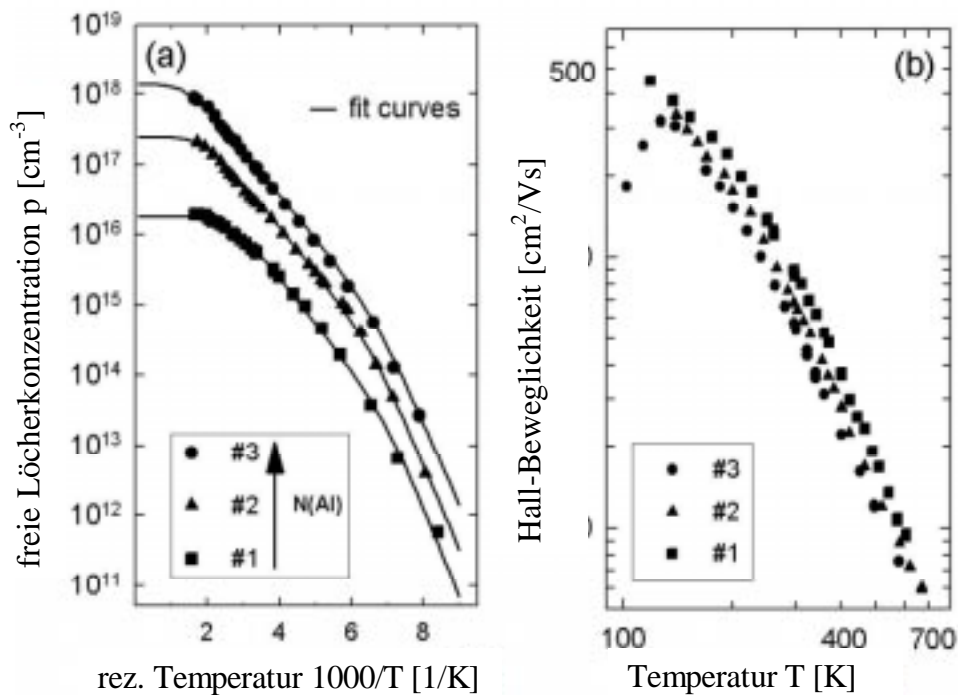


Abb. 3.9: Hall-Effekt Daten von drei Al- dotierten 4H-SiC Schichten, a) freie Löcherkonzentration p ($1/T$), b) Hall Beweglichkeit $\mu(T)$

Durch den Einsatz einer alternativen TMA-Quelle, die ohne Stickstoff abgefüllt und unter Vakuum ausgeliefert wurde, konnte dieser Kompensationseffekt verhindert werden. In Tabelle 3.2 sind die Hall-Effekt- und C-V Daten von drei mit der N_2 -freien Quelle gewachsenen Schichten zusammengestellt. Die Konzentration der kompensierenden Ladungsträger ($N_{\text{comp}}=N_{\text{D}}$) beträgt in diesen Schichten $3 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ ($N_{\text{A}}-N_{\text{D}}= 1,6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3} - 4,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ bei 300 K).

Tabelle 3.2: Hall- Effekt und C-V Daten von Al-dotierten Schichten bei Verwendung einer N_2 freien Al- Quelle

Schicht	E_{A} (meV)	N_{A} (cm^{-3})(Hall)	$N_{\text{comp}}= N_{\text{D}}$ (cm^{-3})	$N_{\text{A}}-N_{\text{D}}$ (cm^{-3})(C-V)
P22-74	242	$1,6 \times 10^{15}$	$2,5 \times 10^{13}$	$1,8 \times 10^{15}$
P22-76	240	2×10^{16}	3×10^{13}	2×10^{16}
P22-75	228	$4,5 \times 10^{16}$	3×10^{13}	4×10^{16}

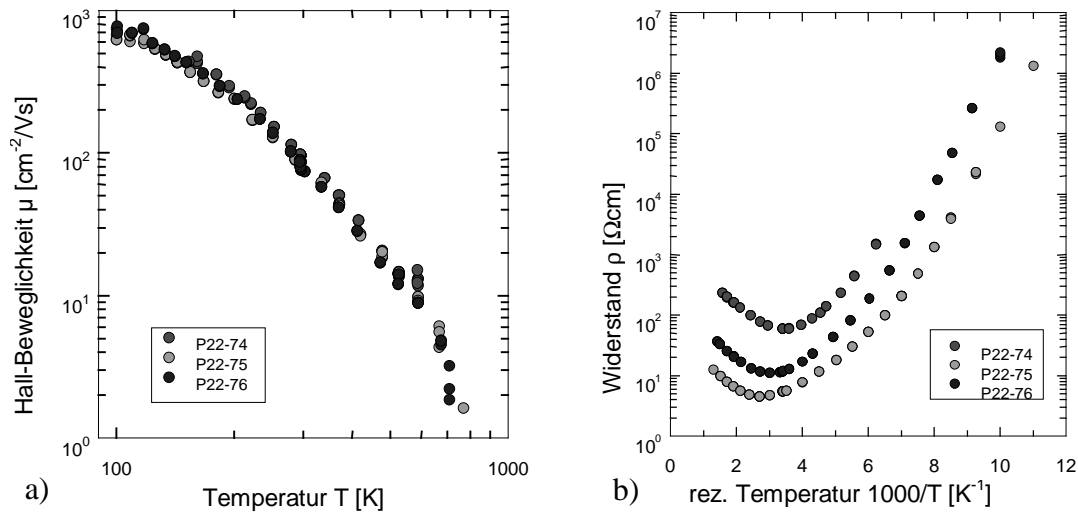


Abb. 3.10: Temperaturabhängige Hall-Effekt Messungen, Hall-Beweglichkeit (a) und Widerstand (b) in Al- dotierten 4H-SiC-Epitaxieschichten ($N_A-N_D=1,6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ bis $4,5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$), $T_G=1550$, $C/Si=1,5$, $p_{\text{sys}}=150 \text{ mbar}$, TMA Bubbler N_2 frei (siehe Tab. 3.2)

Die Abbildungen 3.10 a und b zeigen die Meßkurven für $\mu(T)$ und $\rho(1/T)$ der temperaturabhängigen Hall-Effekt Messungen für die in Tab. 3.2 aufgeführten Schichten. Im dort angegebenen Dotierungsbereich wurden Hall- Beweglichkeiten von $80\text{-}100 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ bei Raumtemperatur gemessen.

Bei Konzentration von $[\text{Al}] > 4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ nimmt der Unterschied zwischen der Al - und der Akzeptorkonzentration N_A-N_D auf über eine Größenordnung zu. Der spezifische Widerstand sinkt auf $0,06 \text{ } \Omega\text{cm}$ und die Ladungsträgerbeweglichkeit auf Werte um $4 \text{ cm}^2/\text{Vs}$. In Tabelle 3.3 sind Hall- Effekt- und SIMS-Ergebnisse für drei Schichten mit $[\text{Al}] > 4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ zusammengefaßt.

Tab.3.3: Hall- Effekt und SIMS Daten von Al-dotierten Schichten mit $[\text{Al}] > 4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$

Schicht	$[\text{Al}] (\text{cm}^{-3})$ SIMS	$N_A-N_D (\text{cm}^{-3})$ Hall	$E_g (\text{meV})$	$\rho (\Omega\text{cm})$
P16	7×10^{19}	4×10^{18}	200	0.08
P17	9×10^{19}	7×10^{18}	178	0,07
P20	$1,2 \times 10^{20}$	1×10^{19}	142	0,06

Die temperaturabhängigen Meßkurven für die in Tabelle 3.3 aufgeführten Schichten sind in den Abbildungen 3.11 a-c dargestellt.

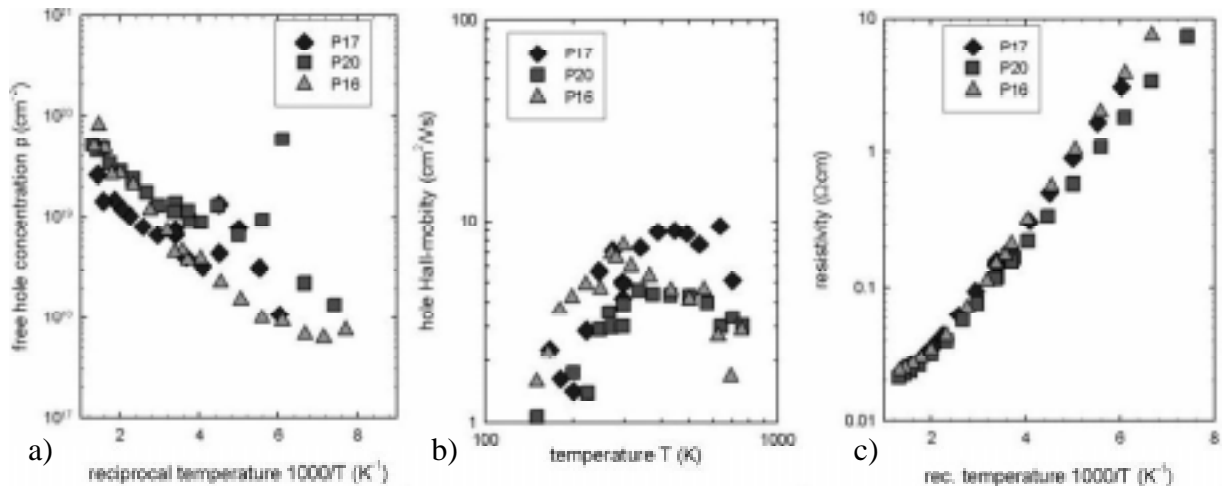


Abb. 3.11: a) Freie Löcherkonzentration, b) Hall-Beweglichkeit, c) Schichtwiderstand in Al-dotierten 4H-SiC Epitaxieschichten, $T_G=1550\text{ °C}$, $C/Si=1,5$, $p_{\text{sys}}=150\text{ mbar}$

3.3.2 Dotierungshomogenität

Die Homogenität der Dotierungsverteilung in der Schicht über die gesamte Waferfläche hängt stark vom Trägergasfluß (H_2) und damit von der Gasgeschwindigkeit ab. Durch eine Erhöhung des Trägergasflusses kann die Homogenität in der horizontalen Verteilung der Dotierung verbessert werden. Gegenläufig dazu verhält sich die Verteilung der Schichtdickenhomogenität (siehe 2.2).

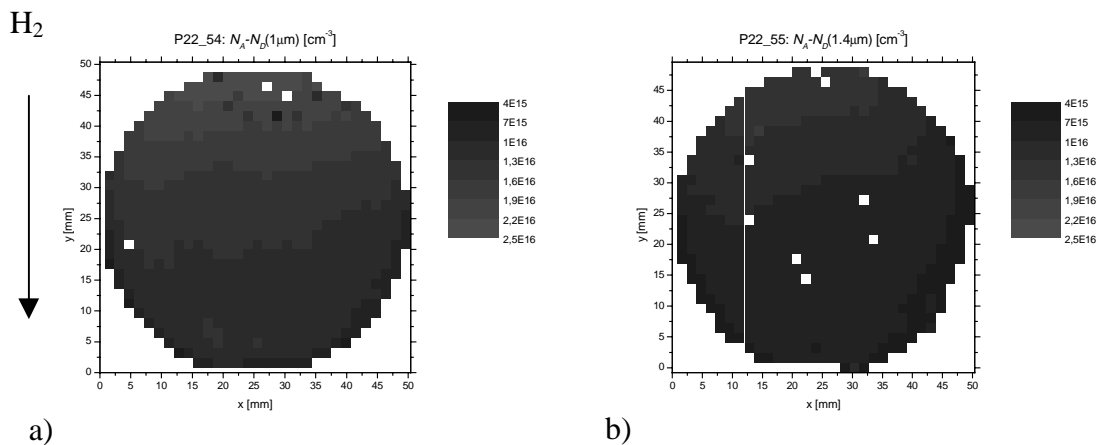


Abb. 3.12: Verteilung der netto Ladungsträgerkonzentration $N_A - N_D$ (C-V) in 4H-SiC-Schichten auf 2“ SiC Wafern, a) $H_2=34\text{ l/min}$, b) $H_2=37\text{ l/min}$. $T=1550\text{ °C}$, $C/Si=1,5$, $P_{TMA}=8,6 \times 10^{-7}\text{ mbar}$

Die Abbildungen 3.12 a und b stellen die Homogenität der Dotierung in Schichten dar, die auf zwei 2“ Wafern bei einer Trägergasfluß von 34 l/min. bzw. 37 l/min gewachsen sind. Bei einem Fluß von 34 l/min ändert sich die Dotierung um den Faktor 3 ($7 \times 10^{15}\text{ cm}^{-3}$ bis $2,5 \times 10^{16}\text{ cm}^{-3}$). Bei einem Fluß von 37 l/min variiert die Dotierung in der Schicht um einen Faktor von ca. 2 ($0,7 \times 10^{16}\text{ cm}^{-3}$ – $1,3 \times 10^{16}\text{ cm}^{-3}$).

3.3.3 [Al] und N_A-N_D als Funktion des C/Si-Verhältnis

Das Verhältnis der Anzahl von Kohlenstoff- zu Siliciumatomen wurde, durch Änderung des Propanflusses bei konstantem Silanfluß, auf Werte zwischen 1 und 2,5 eingestellt. Da der Silanfluß die Abscheiderate bestimmt, sind die Schichten bei gleicher Abscheiderate gewachsen. Die Si-Seite der Substrate ist bei einem Überschuß von Kohlenstoff in der Gasphase ($C/Si > 1$) im wesentlichen mit Kohlenstoff- Atomen besetzt. Durch die erhöhte Konzentration von Kohlenstoff an der Wachstumsfront und der Vakanzen an Si- Atomen kann sich Aluminium begünstigt auf diesen stabilen Gitterplätzen einbauen. Eine Erhöhung des C/Si- Verhältnisses in der Gasphase führt dem zu Folge zu einer Zunahme der Al-Konzentration in der wachsenden Schicht bis, in Abhängigkeit von der Al-Konzentration in der Gasphase, eine Sättigung einsetzt. Dies ist in Übereinstimmung mit dem in der Literatur publizierten Verfahren der „site competition“ Epitaxie [16] (Abb. 3.13).

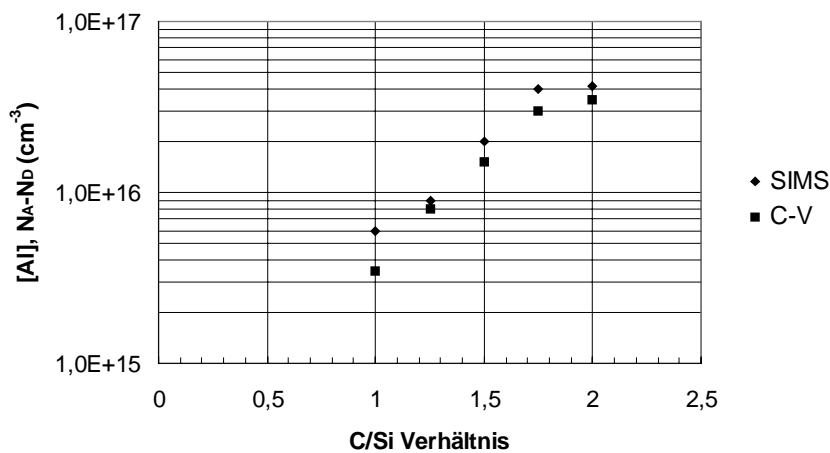


Abb. 3.13: [Al], N_A-N_D als Funktion von C/Si in der Gasphase ($T_G=1550\text{ °C}$, $p_{\text{sys}}=150\text{ mbar}$, $R=5\text{ }\mu\text{m/h}$, $p_{\text{TMA}}=1,1 \times 10^{-5}\text{ mbar}$)

3.3.4 [Al] und N_A-N_D als Funktion der Abscheidetemperatur

In Abbildung 3.14 ist der Zusammenhang zwischen [Al] bzw. N_A-N_D und der Abscheidetemperatur T_G ($p_{\text{TMA}} = \text{konst.}$) dargestellt. Bei einer Erhöhung von T_G (1500 °C auf 1620 °C) verringert sich sowohl die Al- als auch die freie Ladungsträgerkonzentration N_A-N_D um ungefähr eine Größenordnungen. Dieser Effekt wird mit einer zunehmenden Desorption von Alhaltigen Spezies von der wachsenden Oberfläche mit steigender Temperatur erklärt. Die Abnahme der Al-Konzentration kann entsprechend der Temperaturerhöhung durch eine Erhöhung des TMA-Partialdruckes kompensiert werden. Gegen eine Erhöhung der Abscheidetemperatur spricht jedoch der stärkere Verschleiß des Suszeptors mit steigender Abscheidetemperatur und der zunehmende Verbrauch an TMA. Über den Einfluß von T_G auf die Strukturperfektion und die Verteilungshomogenität der Dotierung in den Schichten können zur Zeit keine Aussagen gemacht werden. Dazu sind weitere temperaturabhängige Züchtungsexperimente erforderlich.

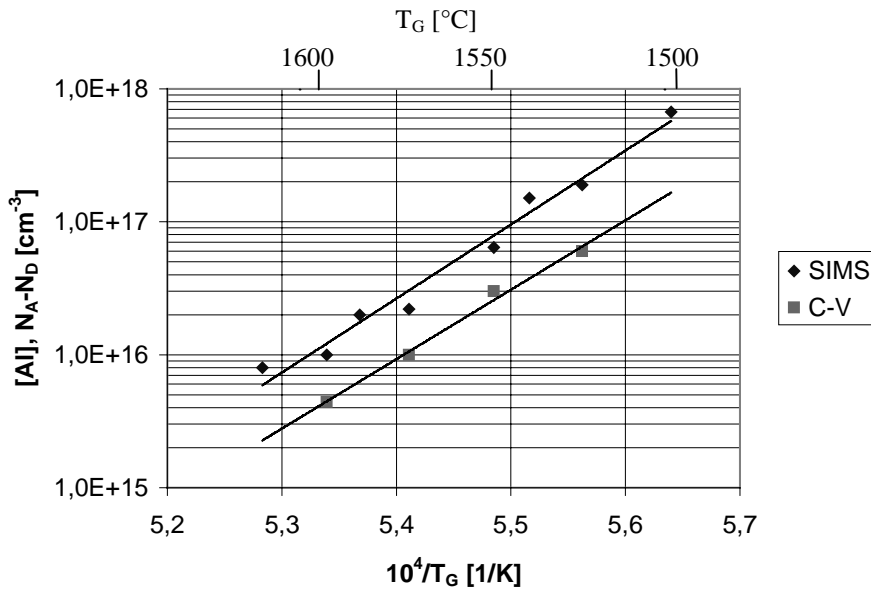


Abb. 3.14: [Al], $N_A - N_D$ als Funktion der Abscheidetemperatur T_G , ($p_{\text{sys}} = 150$ mbar, $C/\text{Si} = 1,5$, $p_{\text{TMA}} = 1,1 \times 10^{-5}$ mbar, $R = 5 \mu\text{m/h}$)

3.3.5 [Al] und $N_A - N_D$ als Funktion der Abscheiderate

Mit zunehmendem Silan- und Propan- Fluß, bei konstantem C/Si- Verhältnis, wurde die Abscheiderate von $2,5 \mu\text{m/h}$ auf $10 \mu\text{m/h}$ erhöht. Mit steigender Rate R , bei konstantem p_{TMA} , nimmt auch die Aluminiumkonzentration zu. Bei $R > 5 \mu\text{m/h}$ wird eine Sättigung erreicht.

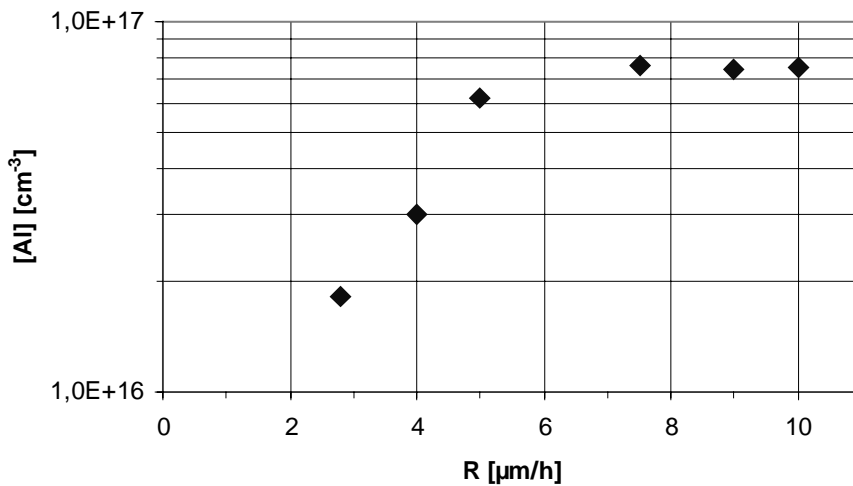


Abb. 3.15: [Al] als Funktion der Abscheiderate R , $T_G = 1550^\circ\text{C}$, $p_{\text{TMA}} = 1,1 \times 10^{-5}$ mbar, $p_{\text{sys}} = 150$ mbar, $C/\text{Si} = 1,5$

Die Wachstumsrate wird im wesentlichen durch die Siliciumkonzentration in der Gasphase beeinflusst. Bei einem konstanten C/Si- Verhältnis in der Gasphase erhöht sich mit ansteigender SiH₄- Konzentration auch die Kohlenstoffkonzentration. Die Abbildung 3.15 zeigt, das bis zu einer kritischen Wachstumsrate von ca. 5µm/h der Einbau von Aluminium von der Wachstumsrate, d.h. vom Stofftransport der Si- haltigen Spezies, und von der C- Konzentration an der Wachstumsfront bestimmt wird. In diesem Bereich ist der Einbau von Aluminium kinetisch begrenzt. Bei höheren Wachstumsraten stellt sich, bei gleichbleibenden C/Si- Verhältnis, eine Sättigung in der C- Konzentration an der Phasengrenze ein und der weitere Einbau von Al ist diffusionskontrolliert.

Zusammenfassung:

- [Al] und N_A-N_D in den Epitaxieschichten lassen sich als Funktion des TMA-Partialdampfdrucks, des C/Si Verhältnisses in der Gasphase, der Abscheidetemperatur und des Systemrucks definiert einstellen.
- Durch ein C/Si- Verhältnis > 1 wird der Einbau von Stickstoff als unerwünschte Co- Dotierung unterdrückt und damit der Kompensationsgrad in den Schichten verringert.
- Bei $T_G = 1550\text{ °C}$, $p_{\text{sys}} = 150\text{ mbar}$ und $C/Si = 1,5$ lassen sich in Hot-Wall 4H-SiC CVD-Schichten chemische Al-Konzentrationen im Bereich von $4 \times 10^{14}\text{ cm}^{-3}$ - $1,5 \times 10^{20}\text{ cm}^{-3}$ und eine netto Ladungsträgerkonzentration von $3 \times 10^{14}\text{ cm}^{-3}$ - $5 \times 10^{19}\text{ cm}^{-3}$ einstellen.
- [Al] bzw. N_A-N_D sind proportional $(p_{\text{TMA}})^{1,5}$.
- Die laterale Homogenität der Dotierungsverteilung ändert sich auf 2“ Wafern um bis zu 50 %.
- Aluminium wird bei der Hot-Wall CVD zu 30% bis 70% als elektrisch aktiver Ladungsträger auf Si- Gitterplätzen eingebaut.
- Der Einbau von Aluminium ist im Bereich $1500\text{ °C} < T_G < 1620\text{ °C}$) indirekt proportional zur Abscheidetemperatur.
- Bei einer Abscheiderate kleiner 5 µm/h ist der Al-Einbau vom Stofftransport zur und der Kinetik an der SiC-Oberfläche abhängig. Bei einer Abscheiderate $> 5\text{ µm/h}$ ist die Diffusion der Al- Spezies aus der Gasphase zur SiC-Oberfläche bestimmend.
- Die im Projektverlauf erhaltenen Ergebnisse über den Al- Einbau in den Schichten werden durch Ergebnisse bestätigt, welche zeitgleich in der Literatur publiziert worden sind [17].

4. Strukturelle Charakterisierung von 4H-SiC Epitaxieschichten

4.1 Oberflächenrauigkeit R_a

Mit dem Atom-Kraft-Mikroskop (AFM) wurde die Oberflächenrauigkeit R_a von p- Typ 4H-SiC Schichten mit $[Al] = 4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ - $1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ untersucht. Bis zu Konzentrationen von $[Al] < 4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ haben die Schichten glatte, spiegelnde Oberflächen mit einer Rauigkeit $R_a = (0,3 \pm 0,1) \text{ nm}$. Mit zunehmender Al- Konzentration nimmt die Rauigkeit zu, es kommt zur Bildung von Makrostufen in Richtung $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ und Stufenstrukturen mit Stufenhöhen von $>15 \text{ nm}$. In Abbildung 4.1 ist die Zunahme der Oberflächenrauigkeit R_a in Abhängigkeit von der Al-Konzentration in den Schichten dargestellt. Die Abbildung 4.2 zeigt die Oberflächen von drei Schichten mit zunehmender Dotierung. Die dazugehörigen Rauigkeitswerte sind in Tabelle 4.1 zusammengefaßt.

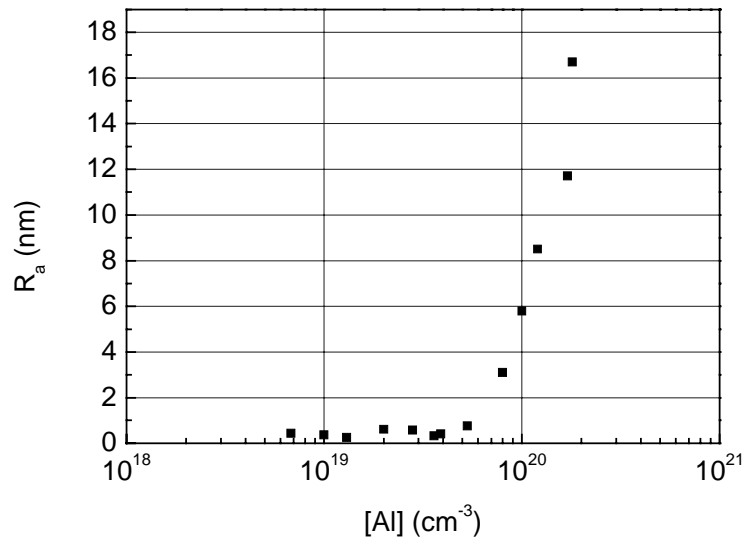


Abb. 4.1: Abhängigkeit der Oberflächenrauigkeit von der Al-Konzentration in 4H-SiC Epitaxieschichten, $T_G = 1550 \text{ °C}$, $C/Si = 1,5$, $p_{\text{sys}} = 150 \text{ mbar}$

Im Bereich von $[Al] = 4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ – $4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ist der Anstieg der Al- Konzentration proportional $p_{\text{TMA}}^{1.5}$ ($p_{\text{TMA}} < 3 \times 10^{-4} \text{ mbar}$, Abb. 3.5). Dies ist ein Hinweis dafür, dass der Einbau von Aluminium unter diesen Bedingungen ein durch Massentransport kontrollierter Prozeß ist. Bei $p_{\text{TMA}} > 3 \times 10^{-4} \text{ mbar}$ wechselt der Al-Einbau in einen kinetisch kontrollierten Prozeß. Die Kinetik der Al-Spezis auf der wachsenden Oberfläche wird zum wachstumsbestimmenden Faktor in deren Ergebnis das Wachstum im „Stufenfluß“ Modus gestört wird. Es kommt zu einer Ausbildung von Makrostufen und zur zweidimensionalen Keimbildung auf den Stufenterrassen [12]. Die Oberflächenrauigkeit nimmt stark zu. Bei Al –Konzentrationen $> 8 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ deutet sich für die angewendeten Züchtungsparameter (T_G , p_{sys} , R) eine beginnende Sättigung der Al- Löslichkeit in 4H-SiC (0001) an.

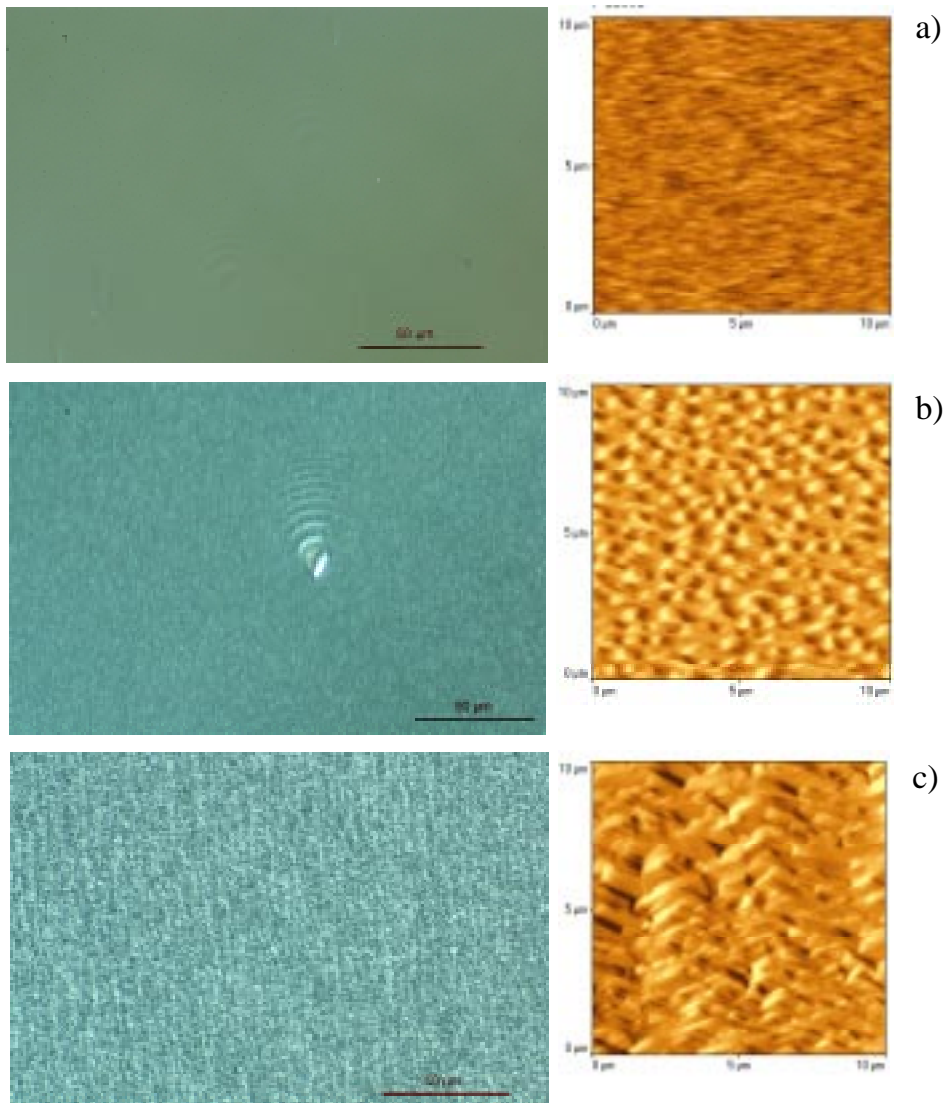


Abb. 4.2: Oberflächen- (Mikroskop, NDIC-Kontrast, links) und AFM- Abbildung (rechts) von Al-dotierten 4H-SiC Schichten, $[Al]=3,6 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (a), $9,1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (b), $1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ (c)

Tab. 4.1: Rauigkeiten (R_a), $[Al]$ -Konzentrationen und Schichtdicken (d) der in Abb. 3.2 dargestellten Epitaxieschichten.

Schicht	d (μm)	$[Al]$ (cm^{-3})	R_a (nm)
a	7,8	$3,6 \times 10^{19}$	0,3
b	7,5	$9,1 \times 10^{19}$	6,3
c	8,0	$1,5 \times 10^{20}$	16,7

4.2 Elektronenoptische Untersuchungen

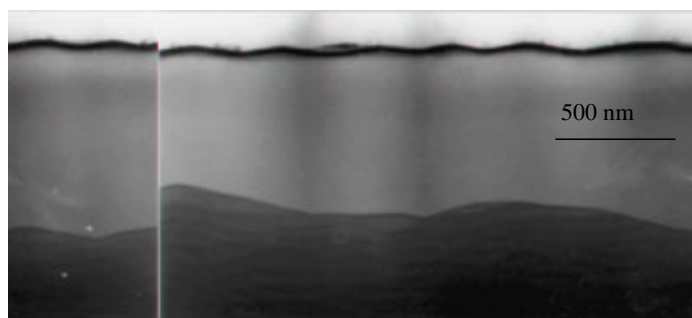
Um Aussagen über die feste Löslichkeit von Aluminium in 4H-SiC zu bekommen, wurden hochdotierte Epitaxieschichten ($N_A-N_D > 1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) im Höchstspannungs (HV)-TEM (Labor für Elektronenmikroskopie, Halle/Sa.) untersucht. Das Ziel bestand im Nachweis von Al-Ausscheidungen oder von Al-induzierten Defekten in Abhängigkeit von der chemischen Al-Konzentration. Es wurden drei Proben mit $[\text{Al}] = 7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ und $1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ für die Untersuchungen präpariert.

In keiner der Proben konnten Al-Ausscheidungen bzw. Al-induzierte Strukturdefekte nachgewiesen werden. Es wird deshalb davon ausgegangen, daß die maximale feste Löslichkeit im bisher untersuchten Konzentrationsbereich noch nicht erreicht worden ist bzw. nicht sichtbar gemacht werden konnte. Zitat aus dem Untersuchungsbericht: "Alle Präparate der Chargen wurden intensiv nach Besonderheiten abgesucht. Da sich keine Gitterbaufehler, Ausscheidungen oder andere Kontrastfiguren zeigten, mußten die Proben unter Zuhilfenahme aller niedrigindizierten Beugungsreflexe weiträumig abgesucht werden. Abgesehen von Spannungen in den oberflächennahen Bereichen und seltenen Störungen direkt an der Oberfläche wurden keine nennenswerten Unregelmäßigkeiten gefunden."

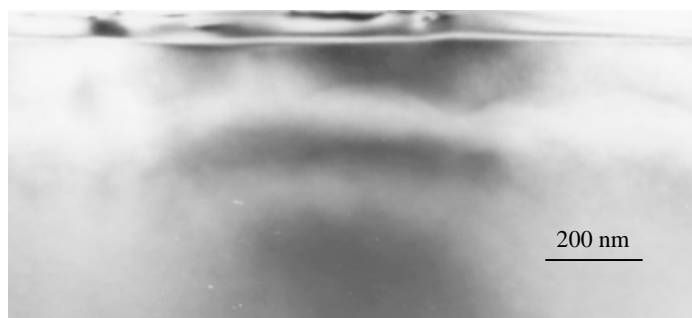
In Abbildung 4.3 a-c sind typische TEM- Aufnahmen der drei unterschiedlich hoch dotierten Proben abgebildet. Die Kontraste in Bild 4.3 a und c sind durch Spannungen verursacht, welche beim Abdünnen der Präparate entstanden.



a



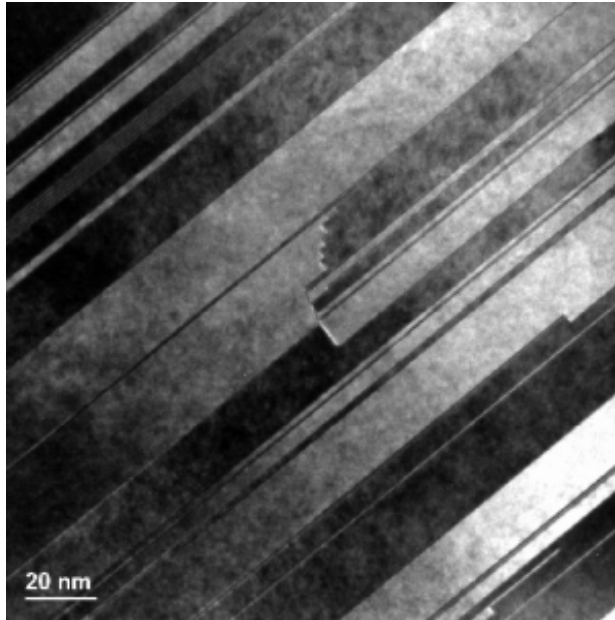
b



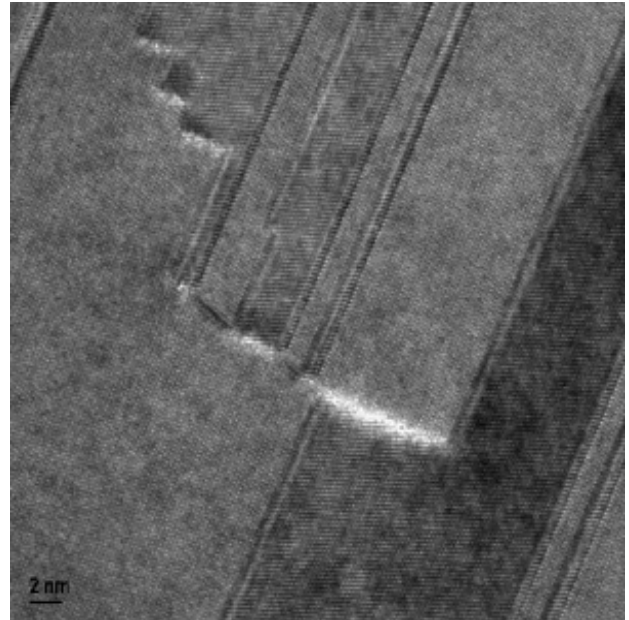
c

Abb. 4.3: HV-TEM Aufnahmen (Querschnittspräparation) von hochdotierten 4H-SiC Epitaxieschichten, a) $[\text{Al}] = 7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ b) $[\text{Al}] = 1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ c) $[\text{Al}] = 1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$

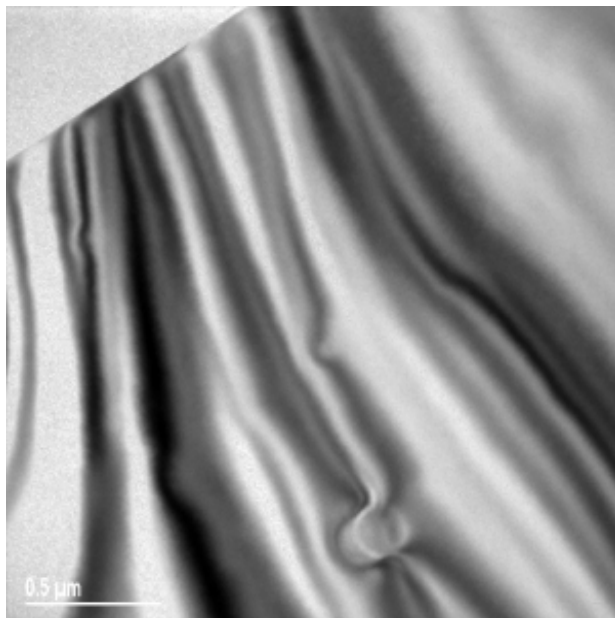
Um auszuschließen, dass die örtliche Auflösung des verwendeten TEM der begrenzende Faktor bei der Charakterisierung der hochdotierten Schichten ist, wurden Untersuchungen mit einem hochauflösendem TEM an der Universität Jena (Inst. f. Festkörperphysik, Dr. U. Kaiser) durchgeführt. Die Al-Konzentrationen in den untersuchten Schichten lagen zwischen $3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ und $1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. In den Abbildungen 4.4 a-d sind Hellfeld- und Hochauflösungsaufnahmen von den unterschiedlich dotierten Epitaxieschichten abgebildet.



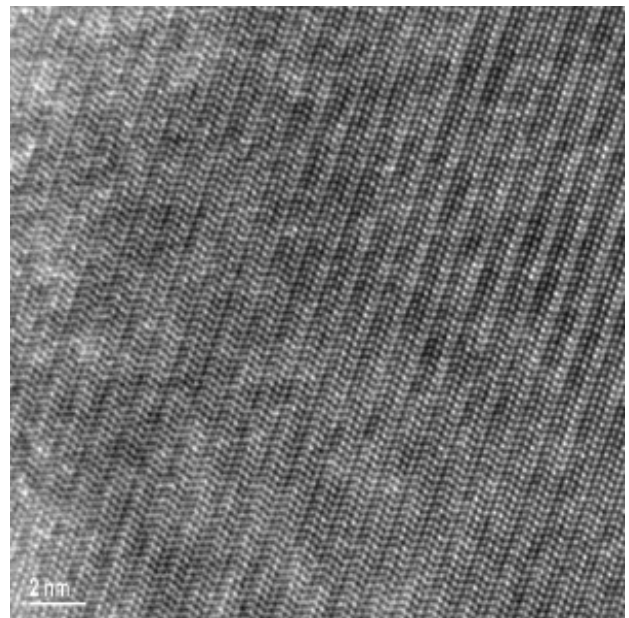
(a) $[\text{Al}] = 1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$



(b)



(c) $[\text{Al}] = 3,6 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$



(d)

Abb. 4.4: HR-TEM Aufnahmen von Al-dotierten 4H-SiC Epitaxieschichten (a,c = Hellfeld, b,d = Hochauflösung)

Bei Al-Konzentrationen $< 1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ konnten keine Al-induzierten Defekte bzw. Al-Ausscheidungen nachgewiesen werden (c).

Die Kontraste in Abbildung 4.4 (c) haben ihre Ursache in Spannungen, welche bei der Präparation der Proben für die HR-TEM Untersuchungen entstehen.

In der Hochauflösung ist eine perfekte Anordnung von Silicium- Kohlenstoff-Doppelschichten vom 4H- Polytyp zu erkennen (d). Schichten mit $\text{Al} \geq 1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ zeigten eine hohe Dichte an Stapelfehlern (a) und Defekten. In der Hochauflösung (b) sind Wechsel vom 4H- zum 3C Polytyp zu erkennen.

Auch mit energiedispersiver Röntgenbeugung (EDX) im HR-TEM konnten bei Al-Konzentrationen bis $1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ keine Al-Ausscheidungen detektiert werden. Daraus kann man schlußfolgern, daß die Löslichkeitsgrenze für Al, bei den verwendeten Abscheideparametern, noch nicht erreicht worden ist. Diese wird in der Literatur, ohne Angabe einer Abscheidetemperatur, mit $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ angegeben [18]. Durch den hohen Aluminiumgehalt wird allerdings die Polytypstabilität in den Schichten reduziert und die Bildung von Stapelfehlern begünstigt. Stellt man die hochauflösenden TEM-Beobachtungen den AFM-Messungen der Oberflächenrauigkeit gegenüber, kann man die Hypothese aufstellen, daß die zunehmende Rauigkeit bei einer Al-Konzentration $> 5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ nicht nur durch die Bildung von Makrostufen sondern auch durch das Auftreten von Stapelfehlern verursacht wird.

5. Röntgenographische Charakterisierung von SiC-Wafern und Schichten

Ziel der Untersuchungen war es, die Kristallqualität von homoepitaktischen 4H-SiC-Schichten mittels Röntgenbeugungsmethoden zu charakterisieren. Dabei wurden zwei als geeignet erscheinende Methoden verwendet.

1) Röntgendiffraktometrie :

Die Kristallqualität sollte anhand der Breite der Reflexionskurven bestimmt werden. Dazu wurde ein Doppelkristall-Diffraktometer verwendet.

2) Röntgentopographie :

Mit dieser bildgebenden Röntgenbeugungsmethode sollten die Art und die Konzentration von Kristalldefekten untersucht werden.

5.1 Reflexionskurvenmapping

Mit Hilfe des Doppelkristall-Diffraktometers DCDM (Mapping Double Crystal Diffraktometer) der Firma Philips können über die gesamte Waferoberfläche die Röntgenreflexionskurven gemessen werden.

Den prinzipiellen Aufbau des Doppelkristall-Diffraktometers zeigt die Abbildung 5.1. Die Röntgenstrahlung einer Cu-Anode wird mit einer Einkristallreflexion an einem perfekten Siliciumkristall (0 0 4 Reflex) monochromatisiert (Cu $K_{\alpha 1}$, $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$) und trifft auf die zu untersuchende Epitaxieschicht. Dabei ist die Meßfleckgröße und damit die Ortsauflösung auf der Probe ca. $0,7 \times 6 \text{ mm}^2$. Mit einem Szintillationszähler bestimmt man die Reflektivität der Schicht in Abhängigkeit vom Einfallswinkel der Röntgenstrahlung („Rockingkurve“). Die Rotationsachse der Schicht liegt dabei parallel zu den Netzebenen und senkrecht zum einfallenden Strahl. Es wurde der (008)- Reflex von 4H-SiC (Bragg Winkel $2\theta_B=75,39^\circ$) untersucht. Die Orientierung der Wafer ist (0001) mit einer Fehlorientierung von ca. 8° in Richtung $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Ein gesteuerter x-y-Probentisch erlaubt es, daß die Rocking-Kurven (RK) auf der gesamten Schichtoberfläche gemessen werden können.

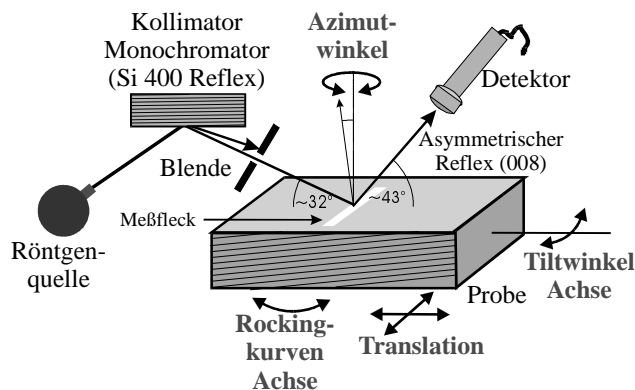


Abb. 5.1: Experimentelle Anordnung beim „Doppelkristalldiffraktometer Mapping“

Mit dieser Methode erhält man eine Reihe von Informationen über die Probe:

- Halbwertsbreite der Rockingkurve (RKB) → Kristallqualität und -perfektion
- Lage der Maxima → Krümmung der Netzebenen, Gitterkonstantenänderung

Unter den gegebenen Bedingungen trägt eine oberflächennahe Schicht von ca. $25 \mu\text{m}$ Dicke zur reflektierten Intensität bei (Informationstiefe).

Die Form der Reflexionskurve wird durch die kristalline Perfektion des Kristallgitters beeinflusst. Eine Verbreiterung der Reflexionskurve erfolgt durch:

- Spannungen und Krümmung des Kristalls → Änderungen der Gitterkonstante
- starke Gitterstörungen durch hohe Versetzungsdichte, „micropipes“ und andere Kristallbaufehler.

Befinden sich innerhalb des Meßfleckbereiches mehrere Domänen unterschiedlicher Kristallorientierung oder gar verschiedene Polytypeinschlüsse, so äußert sich das in einer starken Verbreiterung der Reflexionskurven bis hin zum Aufspalten in mehrere Intensitätsmaxima.

In Abbildung 5.2 a, b sind die Ergebnisse eines Rocking-Kurven Maps in farbcodierter Darstellung gezeigt. Jede Farbe entspricht einem bestimmten Werteintervall der Halbwertsbreite bzw. des Einfallswinkels und deren prozentuale Verteilung (rechte Bildhälfte). Der Mittelwert der Rockingkurvenbreite (RKB) beträgt ca. 14 arcsec. Im Zentrum ist ein stark gestörter Bereich zu sehen mit wesentlich größerer RKB.

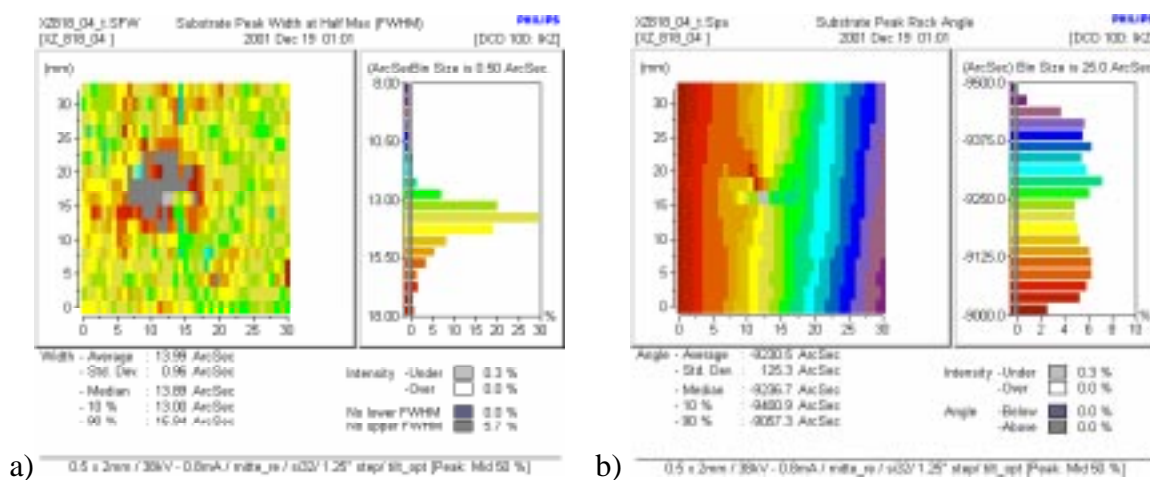


Abb. 5.2: Farbcodierte Darstellungen der örtlichen Verteilung der a) Halbwertsbreite der Reflexionskurven und b) Peaklagen, Wafer vor der Epitaxie

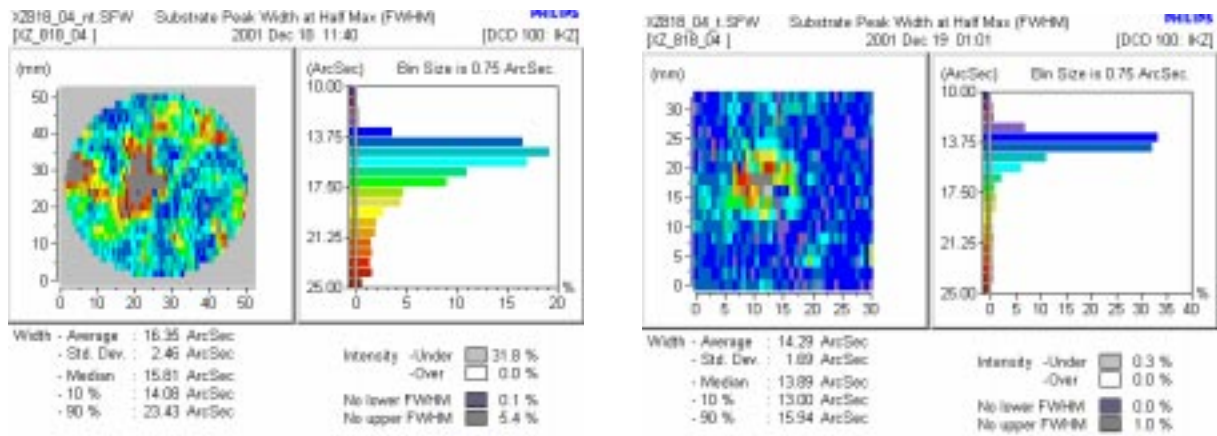
Eine präzise Unterscheidung der einzelnen Einflüsse auf die Form der Reflexionskurve kann nur mit Hilfe aufwendigerer Methoden getroffen werden, wie zum Beispiel der hochauflösenden Dreikristall-Diffraktometrie.

Beim Abrastern von SiC-Substraten mit dem Doppelkristall-Diffraktometer beobachtet man typischerweise eine Halbwertsbreite der Reflexionskurven von ca. 10 .. 30 arcsec oder mehr. Die theoretische Kurvenbreite für den (008) - Reflex beträgt 2,5 arcsec. Die Verbreiterung der Reflexionskurve hat mehrere Ursachen:

- die Krümmung der Wafer aufgrund makroskopischer Spannungen, verursacht durch die Kristallbearbeitung oder durch innerer Spannungen aufgrund von Probeninhomogenitäten,
- lokale Gitterspannungen verursacht durch Kristallbaufehler und Domänengrenzen.

Es ist bekannt, daß die Breite der Rockingkurve sehr stark von der Einstellung des sog. „Tiltwinkels“ (Abb.5.1) abhängt. Dieser wird durch die Achse eingestellt, die sowohl senkrecht zur Achse der Rockingkurve als auch zum Azimut steht. Bei Wafern hoher Perfektion ist dieser Tiltwinkel über große Probenbereiche konstant. Bei den untersuchten SiC-Wafern sieht man jedoch enorme Änderungen des optimalen Tiltwinkels über die untersuchte Oberfläche bis zu einigen Grad. Beim Abrastern der Proben bei einem festen Tiltwinkel wechseln deshalb Gebiete geringer RKB (>15 arcsec) und Gebiete hoher RKB (>25 arcsec) je nach Verschwenkung der Domänen. Daraufhin wurden die Messungen so durchgeführt, daß der Tiltwinkel an jedem einzelnen Probenort so optimiert wurde, daß überall die minimale RKB bestimmt wur-

de. Die Werte der RKB von ca. 15 arcsec waren über den gesamten Probenbereich hinweg relativ konstant. Ausgenommen davon sind nur wenige Bereiche mit bereits visuell sichtbaren Störungen oder Einschlüssen anderer Polytype. Das folgende Beispiel eines relativ gering gestörten SiC-Wafers (Abb. 5.3) verdeutlicht den Einfluß des optimalen Tiltwinkels auf das Meßergebnis. Der vergleichsweise geringe Unterschied beider Maps deutet auf eine gute Perfektion der Kristallstruktur hin.



a) b)
Abb. 5.3: Vergleich von RKB-Map, a) Gesamter Wafer von 50 mm Durchmesser, ohne Tilt-optimierung, b) zentrales Gebiet von (30 x 30) mm² mit Tiltoptimierung.

Bei anderen Proben geringerer Kristallperfektion war der gemessene Unterschied zwischen den RKB bei „konstantem“ und bei „optimalem Tilt“ mit 30 arcsec wesentlich größer. Die Abbildung 5.4 zeigt zwei RKB – Maps die vor bzw. nach der Epitaxie aufgenommen wurden. Die mittlere RKB im untersuchten Gebiet beträgt ca. 22 arcsec vor und ca. 14 arcsec nach der Epitaxie d.h. es wurde eine deutliche Verringerung durch die Epitaxie erzielt. Die Differenz beider Maps und der Quotient sind im unteren Teil der Abbildung 5.4 zu sehen. Vergleicht man die in Abbildung 5.5 gezeigte Probenkrümmung vor und nach der Epitaxie so stellt man eine deutliche Reduzierung der Krümmung von ca. 12 arcsec/mm auf 1 bis 2 arcsec/mm nach der Epitaxie fest. Beide Male ist die Probe konkav gekrümmt. Diese deutliche Entspannung nach der Epitaxie trägt natürlich auch zur Verringerung der RKB bei.

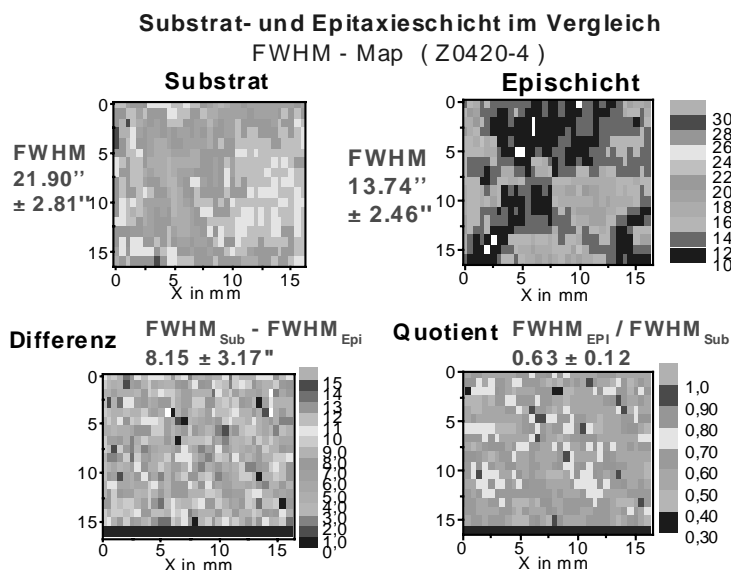


Abb. 5.4: Vergleich der RKB vor und nach der Epitaxie sowie Quotienten- und Differenzmap.

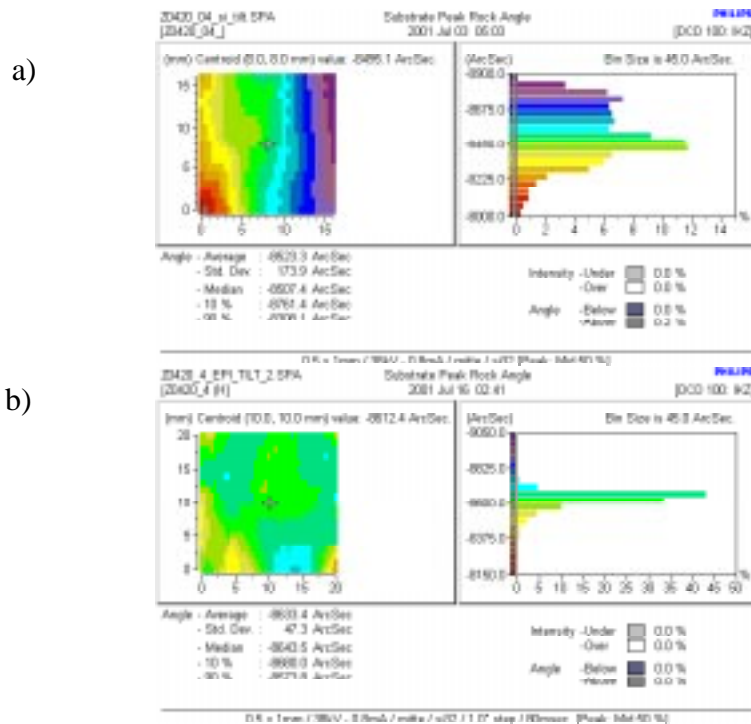
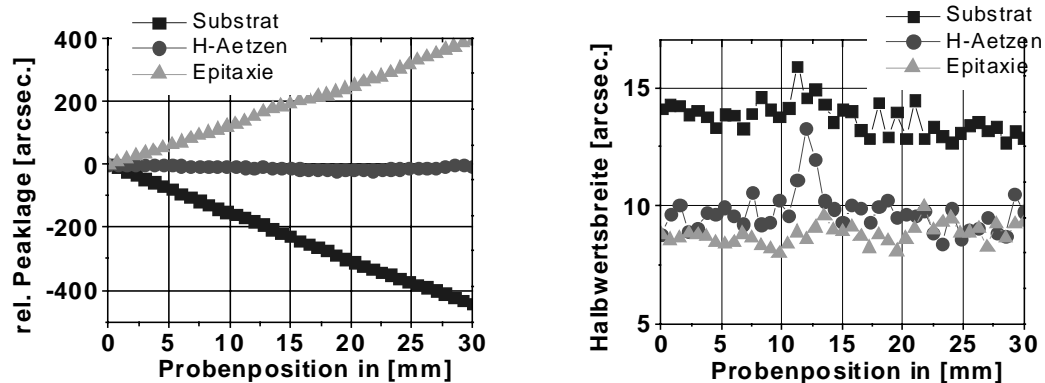


Abb. 5.5: Krümmung des Wafers aus Abb. 5.4, a) vor der Epitaxie b) nach der Epitaxie.

Die Untersuchung der Halbwertsbreite allein erlaubt bei diesen Messungen nur bedingt eine Aussage über die Kristallqualität. Der Einfluß der Probenkrümmung auf die Halbwertsbreite muß daher genauer untersucht werden. Auch die genaueren Zusammenhänge zwischen der Krümmung eines Wafers in Folge der Waferpräparation sowie der Einfluß der häufig vorhandenen unerwünschten SiC-Abscheidung auf der Waferrückseite nach der Epitaxie sind noch nicht untersucht worden.

Um die Auswirkung einzelner Bearbeitungszyklen auf die Waferkrümmung zu werten, wurde die Krümmung und die RKB an einem Wafer in drei verschiedenen Bearbeitungszuständen untersucht. Zuerst das polierte Substrat, dann nach 15 Minuten Ätzen in H_2 -Atmosphäre bei $1600^\circ C$ und zuletzt nach der Beschichtung mit einer ca. $40 \mu m$ dicken 4H-SiC Schicht. In Abbildung 5.6 erkennt man, daß die Krümmung des Substrates konkav ist ($14,5 \text{ arcsec/mm}$). Nach dem H_2 -Ätzen wurde die Probenkrümmung sehr stark auf ca. 2 arcsec/mm reduziert. Nach der Epitaxie kehrt sich die Krümmung in konvex um und sie erreicht mit ca. 13 arcsec/mm etwa den gleichen Wert. In Abbildung 5.6 b sind zusätzlich für die drei Prozeßschritte die gemessenen Halbwertsbreiten jeweils entlang der gleichen Meßlinie gezeigt. Man erkennt eine Verringerung der RKB nach dem Wasserstoffätzen von ca. 14 arcsec auf 10 arcsec und nach der Epitaxie verringert sich die RKB trotz Zunahme der Krümmung weiter auf ca. $8,5 \text{ arcsec}$.



a) b)
 Abb. 5.6: Peaklage (a) und RKB (b), am Substrat, nach Wasserstoffätzen und nach der Epitaxie gemessen

Im folgenden soll der Einfluß der makroskopischen Probenkrümmung auf die Breite der Reflexionskurve genauer betrachtet und die drei Messungen unter diesem Gesichtspunkt miteinander verglichen werden.

Man kann vereinfacht annehmen, daß sich die experimentell bestimmte Breite der Rockingkurve aus mehreren Anteilen zusammensetzt:

- Aus dem Beitrag des ungestörten Kristalls,
- aus dem Anteil der makroskopischen Krümmung der Probe,
- einem Anteil, der auf Fehljustierung zurückzuführen ist und
- einem Anteil, der durch lokale Störungen des Kristallgitters bedingt ist.

Der letztgenannte Anteil ist der eigentlich interessante für die Bestimmung der lokalen Kristallperfektion und kann bei Kenntnis der drei anderen Anteile ermittelt werden.

Die RKB des perfekten Kristalls kann mit verschiedenen Programmpaketen berechnet werden und die jeweiligen Krümmungsradien der Proben lassen sich aus den experimentellen Probenkrümmungen durch einfache geometrische Beziehungen ermitteln. Unter der Vernachlässigung des Einflusses der Probenfehjustierung kann nun der Anteil der lokalen Kristallstörungen auf die RKB durch einfache Subtraktion ermittelt werden. In Tabelle 5.1 sind die entsprechenden Winkelwerte zusammengestellt.

Tabelle 5.1: Berechnete und gemessene Halbwertsbreiten (RKB)

	Krümmung [arcsec/mm]	Krümmungsradius [m]	theoret. RKB [arcsec]	gemessene RKB [arcsec]	Differenz [arcsec]
Substrat 1	14,5	14	6	14	8
Geätzte Probe	2	>100	2,5	10	7,5
Epitaxie 1	13	15	6	8	2
Substrat 2	16,5	13	5,5	13,5	8
Epitaxie 2	1,7	>100	2,5	8,7	6,2
Substrat 3	14	14	6,5	14	7,5
Epitaxie 3	1,0	>100	2,5	9	6,5

Beim betrachten der letzten Spalte fällt auf, daß die Abweichungen von der theoretischen RKB bei den ersten beiden Messungen gleich groß sind und nur bei der Messung an der Epi-

taxieschicht eine merkliche strukturelle Verbesserung erkennbar ist. (Bei den Überlegungen wurde von einer homogenen Probenkrümmung ausgegangen.)

5.2 Röntgenbeugungstopographie

Bei der Röntgenbeugungstopographie wird die Intensitätsverteilung der von einer kristallinen Probe gebeugten Röntgenstrahlung abgebildet. Bereits sehr geringe Gitterverzerrungen ($<10^{-4}$) in der Umgebung von Kristalldefekten atomarer Dimension bilden sich unter geeigneten experimentellen Bedingungen auf einem Röntgenfilm als Intensitätsunterschiede ab. Die erreichbare örtliche Auflösung beträgt dabei wenige Mikrometer. Die Topographie wird deshalb zur Abbildung von Kristalldefekten (z.B. Versetzungen, Zwillingen, Domänen, Einschlüssen) verwendet.

Für diese Röntgenuntersuchungen stand eine Molybdändrehanode zur Verfügung, welche bei ca. 7 kW Leistung betrieben wurde.

5.2.1 Topographie in Transmission

Bei der Topographie in Transmission (Lang-Topographie) werden die innerhalb des durchstrahlten Probenvolumens befindlichen Defekte auf dem Film abgebildet. Die Information über die räumliche Verteilung der Defekte in der Probe geht dabei verloren. In Abbildung 5.7 ist das Transmissionstopogramm eines 4H-SiC - Wafers abgebildet.

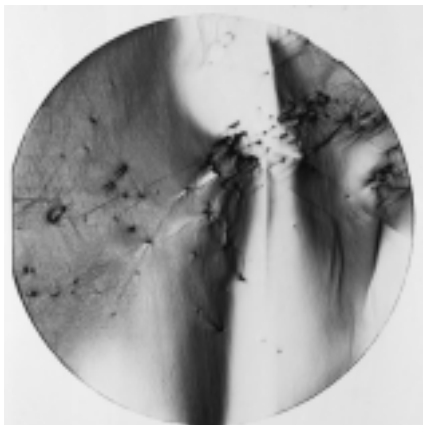


Abb. 5.7: Lang – Topogramm ($11\bar{2}0$) Reflex
(Wafer 30 mm \varnothing ; Neigung der $\{0001\}$
Netzebenen in $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ Richtung)

Der inhomogene Kontrast in dem Topogramm ist das Ergebnis der gekrümmten Oberfläche des Wafers. Bei der Belichtung befindet sich nicht die gesamte Probe in Reflexionsstellung. Als schwarze Kontraste sind Versetzungsnetzwerke und „micropipes“ zu erkennen.

Als Routinemethode zur SiC-Wafer- und Schichtcharakterisierung eignet sich die Lang-Topographie jedoch nicht, da eine doppelseitig polierte Probe erforderlich ist und die Methode nicht oberflächenempfindlich ist. Sie eignet sich jedoch als Ergänzung zur nachfolgend beschriebenen Reflexionsgeometrie.

5.2.2 Topographie in Reflexion

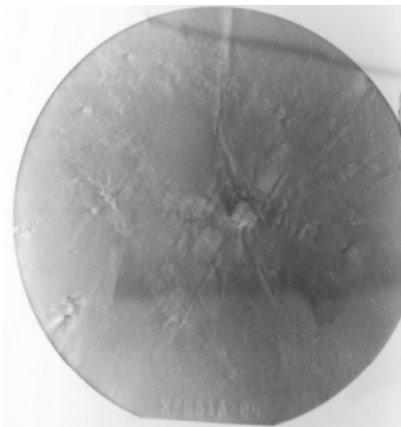
Die Topographie in Reflexionsgeometrie wird vorwiegend dann angewendet, wenn man die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung in die Probe gering halten will. Dadurch wird gewährleistet, daß die Strukturinformation im reflektierten Strahl nur aus einer oberflächennahen Schicht kommt. Durch geeignete Auswahl der Reflexion und der Wellenlänge kann man die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung in die Probe und damit die Informationstiefe „einstellen“.

In der Abbildung 5.8 sind als Beispiel das Reflexionstopogramm des $(2\ 2\bar{4}\ 6)$ Reflexes eines 4H-SiC- Wafers (CREE, USA) vor und nach der Epitaxie dargestellt. Die Abbildung 5.8 a zeigt das Reflexionstopogramm des gesamten 2 Zoll Wafers. Man erkennt in Abb. 5.8 b am deutlich ausgeprägten Orientierungskontrast (weiße und schwarze Linien) ein Gebiet starker Kristallverschwenkung (Ausschnittsvergrößerung in der Probenmitte).

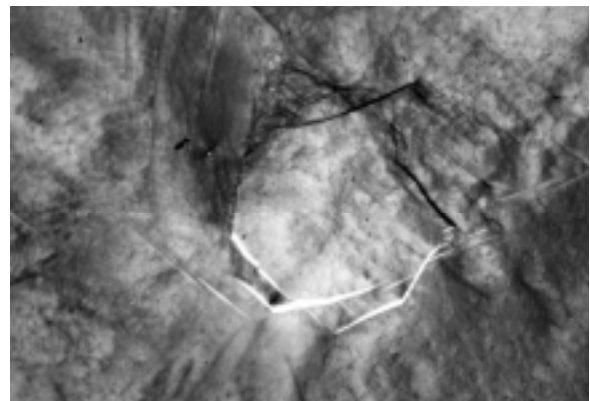
Die Ausschnittsvergrößerungen in Abbildung 5.8 c und d zeigen jeweils den gleichen Probenbereich vor und nach der Abscheidung einer undotierten 20 μm dicken Epitaxieschicht.

In Abbildung 5.8 c sieht man deutlich Versetzungskontraste als helle Linien. Es werden in diesem Topogramm nur Versetzungen abgebildet, die sich in dem obersten ca. 20 μm dicken Bereich der Probe befinden – (Informationstiefe). Diese relativ kontrastreichen Strukturen sind im Topogramm vom gleichen Probengebiet nach der Epitaxie nicht mehr zu sehen. Es bilden sich nur diffuse Strukturen und gerade Linien senkrecht zur $[11\bar{2}0]$ Richtung ab.

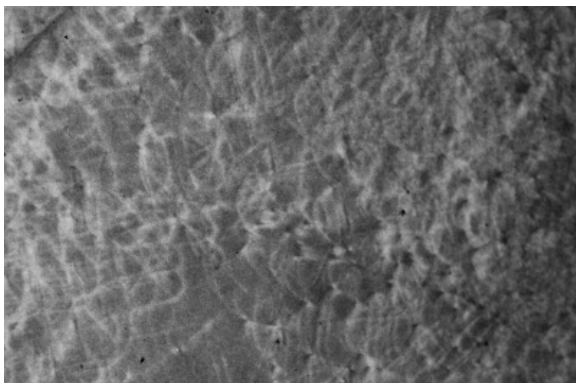
Der Kontrast mit denen gleichartige Kristalldefekte im Topogramm abgebildet werden ist auf Grund von Inhomogenitäten in den Proben unterschiedlich. Einige Probenbereiche z.B. die Probenmitte sind auf maximale reflektierte Intensität eingestellt, während andere Bereiche am Rande der Reflexionskurve stehen. Im letzteren Fall sind die erzielbaren Kontraste der Versetzungen durch die größeren Intensitätsunterschiede an der "Flanke des Reflexes" wesentlich deutlicher.



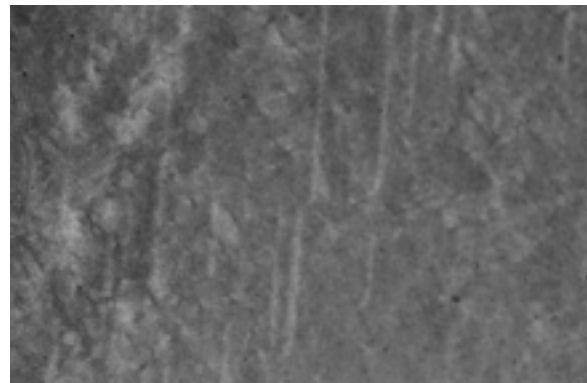
a)



b)



c)



d)

Abb. 5.8: a) Reflexions- Topogramm $(2\ 2\bar{4}\ 16)$ - Reflex (Wafer 50mm \varnothing ; Neigung der $\{0001\}$. Netzebenen in $[11\bar{2}0]$ Richtung nach rechts.

b) Vergrößerung der Mitte (B x H ca. 8 x 5 mm^2)

c) Ausschnitt ca. 8 mm unterhalb der Mitte (B x H ca. 3,8 x 2,5 mm^2)

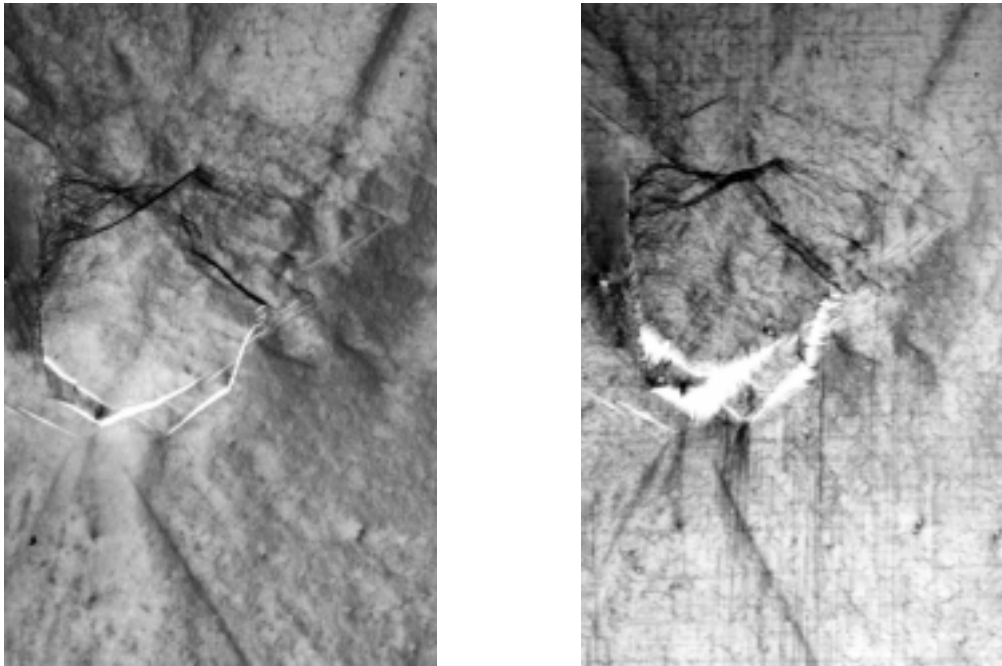
d) gleicher Ausschnitt wie c) nach der Epitaxie

5.2.3 Topographie mit Synchrotronstrahlung

Bei den Experimenten an der Topographie Beamline ID19 an der Europäischen Synchrotron Strahlungsquelle (ESRF, Grenoble) bestand die Möglichkeit mit polychromatischer Strahlung eines Wigglers oder monochromatischer Strahlung zu arbeiten (Si (111) Doppelmonochromator).

Die wesentlichen Vorteile bei Experimenten mit Synchrotronstrahlung sind die hohe Strahlintensität, die geringe Strahldivergenz, die geringe Quellgröße des Synchrotronstrahls sowie der relativ große Abstand zwischen Quellpunkt und Experiment von bis zu 150 m. So kann beispielsweise bei der Weißlichttopographie ohne wesentliche Verringerung der geometrischen Auflösung der Abstand zwischen Probe und Film so groß gewählt werden (bis 100 cm), daß sich benachbarte Reflexe nicht gegenseitig überlagern auch wenn die beleuchtete Probe­fläche bis zu $4 \times 4 \text{ cm}^2$ groß ist.

Die Abbildung 5.9 zeigt Topogramme von der Mitte des Wafers in Abbildung 5.8 a. Zum Vergleich ist sowohl ein Lang-Reflexionstopogramm als auch ein Synchrotron Weißlichttopogramm gezeigt. Das Weißlichttopogramm zeigt wesentlich mehr Details wie z.B. einzelne Versetzungen. Beides sind Topogramme des $(22\bar{4}16)$ Reflexes bei $\lambda=0,7 \text{ \AA}$. Der Einfallswinkel beträgt jeweils 23° .



a)

b)

Abb. 5.9: Reflexions-Topogramm $(22\bar{4}16)$ - Reflex

Bildausschnitt: $9 \times 6 \text{ mm}^2$; a) Lang-Topogramm, b) Weißlichttopogramm.

In beiden Topogrammen sichtbare Defekte:

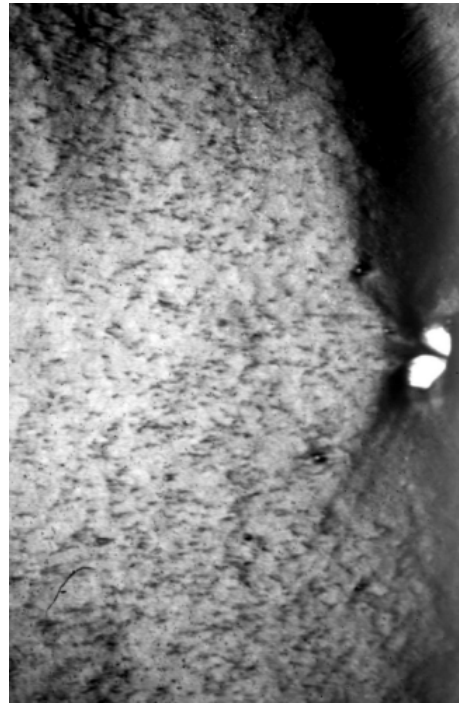
- Schraubenversetzungen mit Burgersvektor (0001) senkrecht zur Oberfläche, Diese erscheinen als kleine dunkel umrandete wenige μm große Kreise. Sie sind einzeln als auch in Gruppen angeordnet und können größere Defekte dekorieren.
- mit Schraubenversetzungen dekorierte Linien (Korngrenzen)
- einzelne Versetzungen und im Bild vertikal verlaufende Terrassen

In den Abbildungen 5.10 a-d sind die Weißlichttopogramme eines 4H-SiC-Wafers und der darauf gewachsenen Schicht ($d=9 \mu\text{m}$) abgebildet. Die Abbildungen 10 a und c zeigen die Epitaxieschicht auf der Vorderseite und die Abbildungen 10 b und d die polierte Waferrück-

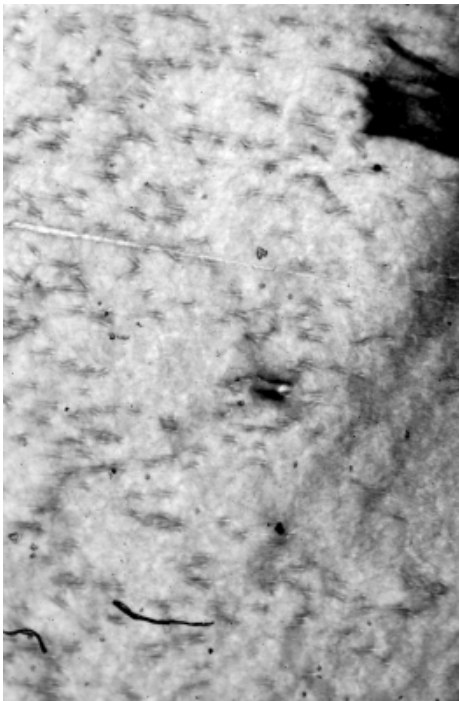
seite des gleichen Probengebietes. Der Vergleich von Abbildung 5.10 c und d bei höherer Vergrößerung zeigt die kontrastreiche Abbildung von Schraubenversetzungen. Die Reflexionstopogramme ((2 2̄ 4 16)- Reflex) wurden unter identischen experimentellen Bedingungen aufgenommen und zur Vergleichbarkeit in gleicher Orientierung gezeigt.



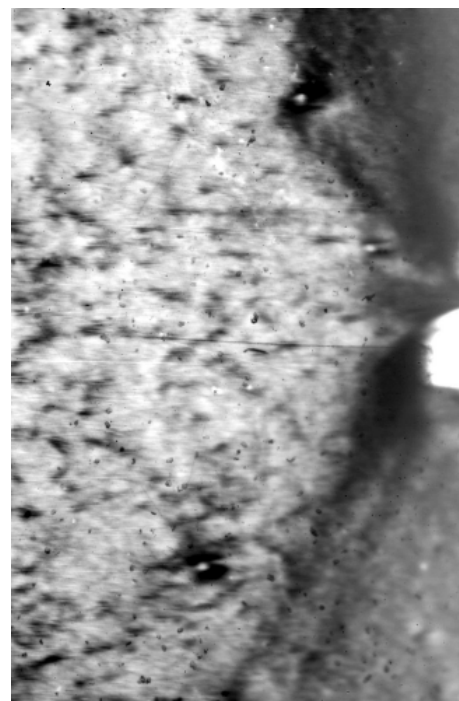
a)



b)



c)



d)

Abb. 5.10: Epitaxieschicht (a, c) und polierte Rückseite des 4H-SiC Substrates (b, d)
(Bildausschnitt: a, b: $9 \times 6 \text{ mm}^2$; c, d: $3,7 \times 2,5 \text{ mm}^2$)

Der Vergleich von Schicht- und Rückseitentopogramm zeigt einen besseren Kontrast in der Epitaxieschicht. Im Schichttopogramm sind wesentlich feinere Details erkennbar. In den Abbildung 5.10 c, d sind die Anordnungen der meisten Defekte auf der Schicht- und der Rückseite gleich. Es handelt sich offenbar in den meisten Fällen um Defekte die den gesamten Wafer durchdringen (Waferdicke ca. 350 μm) und in die Epitaxieschicht weiterwachsen.

Zusammenfassung

Die Bestimmung der RKB ist bei der zur Zeit existierenden Qualität der untersuchten 4H-SiC Wafer experimentell sehr aufwändig. Die RKB erlauben nur eine eingeschränkte und tendenziöse Wertung hinsichtlich der kristallinen Güte der Epitaxieschichten. Die Halbwertsbreiten der RK von Epitaxieschichten hatten im Mittel nur den halben Wert im Vergleich zu den Halbwertsbreiten der Substrate. Insbesondere die intrinsischen Spannungen in den Wafern bzw. der mögliche zusätzlich Auf- oder Abbau von Spannungen während der Epitaxie machen eine quantitative Wertung schwierig. Um quantitative Aussagen zu erhalten, sind methodische Entwicklungen der analytischen Verfahren und weitere Untersuchungen notwendig.

Durch die Anwendung der Röntgentopographie in Reflexion können Aussagen über die Dichte und Verteilung von Strukturdefekten (Korngrenzen, Schraubenversetzungen, Cluster) in SiC-Wafern und Epitaxieschichten gemacht werden. Mit dem Einsatz von Synchrotronstrahlung kann die Belichtungszeit erheblich verringert werden. Durch einen Vergleich der Topogramme von 4H-SiC Substraten und darauf gewachsenen Epitaxieschichten lassen sich Aussagen über die Reduktion bzw. Multiplikation von Defekten in Abhängigkeit von den Wachstumsbedingungen ableiten. Damit bildet diese Methode ein wichtiges Hilfsmittel zur Verbesserung der kristallinen Qualität von SiC-Material, sowohl für die Verbesserung der Keime für die Einkristallzüchtung, als auch eine qualitative Verbesserung von Schichten für die Bauelementeentwicklung.

Bei der Anwendung röntgenographischer Methoden innerhalb des Vorhabens lag der Schwerpunkt in der Erprobung der einzelnen Methoden und der Interpretation der Meßergebnisse. Eine systematische Untersuchung speziell mit topographischen Verfahren zur Defektanalyse und Defektgeneration in den Epitaxieschichten konnte wegen des hohen präparativen und zeitlichen Aufwandes im Rahmen des Projektes nicht durchgeführt werden.

6. Lebensdauer von Minoritätsladungsträgern in SiC-Epitaxieschichten

Die Untersuchungen zum Einfluß der verschiedenen Züchtungsparameter auf die Lebensdauer der Minoritätsladungsträger und deren Korrelation mit den elektronischen Eigenschaften der Epitaxieschichten stellen eine wichtige Aufgabe bei der Optimierung der Schichten für Bauelementeanwendungen dar. Das Ziel der Experimente bestand darin, mögliche Zusammenhänge zwischen den Abscheideparametern und der Lebensdauer herauszufinden und Schichten mit möglichst hoher Lebensdauer der Minoritäten und homogener Verteilung der Dotierung abzuscheiden.

Die Lebensdauer wurde aus der Messung der Abklingzeit einer durch einen Laser angeregten Raumtemperatur-Photolumineszenz (RTPL) bestimmt. Die Abklingzeiten der RTPL werden im wesentlichen durch die Lebensdauer der Minoritätsladungsträger bestimmt. Dabei muß die Anregung durch den Laser im Niedriginjektionsbereich erfolgen. Mit wachsender Laserintensität nimmt die gemessene RTPL- Abklingzeit in der Regel ab. Das exponentiell abklingende Signal der Photolumineszenz wurde nach einem Fit mit einer Abklingkonstanten τ_{opt} korreliert. Die untere Meßgrenze des Laserfluoreszenzspektrometers (LFS) für die Abklingzeiten liegt bei etwa 10 ns.

Die für die Messungen verwendete Apparatur wurde von der Firma Lasertechnik Berlin (LTB) entwickelt. Mit dieser Apparatur können Oberflächen automatisch abgerastert werden (Ortsauflösung: 1 bzw. 2 mm in X- und Y-Richtung).

Bei dem zur Anregung genutzten N_2 Laser (Leistung 10 kW, $\lambda=337,1$ nm, Eindringtiefe ca. 14 μm) hat das Substrat und die Grenzfläche einen starken Einfluß auf die Lebensdauer.

Die Lebensdauer in den als Substrate verwendeten 4H-SiC-Wafern (N_D-N_A ca. $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) wurde mit $20 \text{ ns} < \tau_{\text{opt}} < 30 \text{ ns}$ bestimmt (Abb. 6.1).

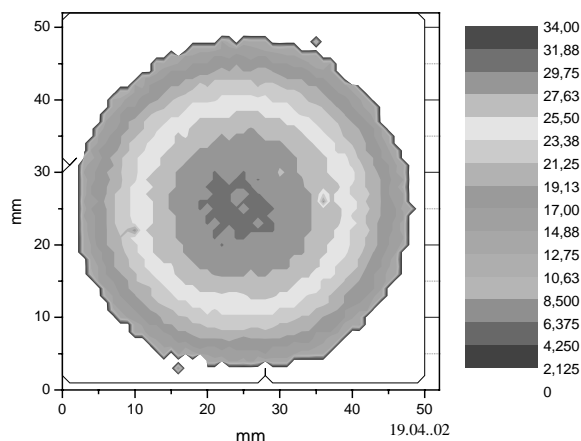


Abb. 6.1: τ_{opt} -Verteilung in einem 2“ 4H-SiC-Substratwafer

Abbildung 6.2 zeigt die τ_{opt} -Verteilung in zwei Schichten mit unterschiedlicher Dicke und sonst identischen Parametern bei der Abscheidung. Die Schichtdicke ist ein wichtiger Parameter bei der Bestimmung der Lebensdauer. Sie sollte mehr als 40 μm betragen, um den Einfluß des Substrates und der Grenzfläche Substrat- Schicht auf die Abklingzeiten zu minimieren (Abb. 6.3).

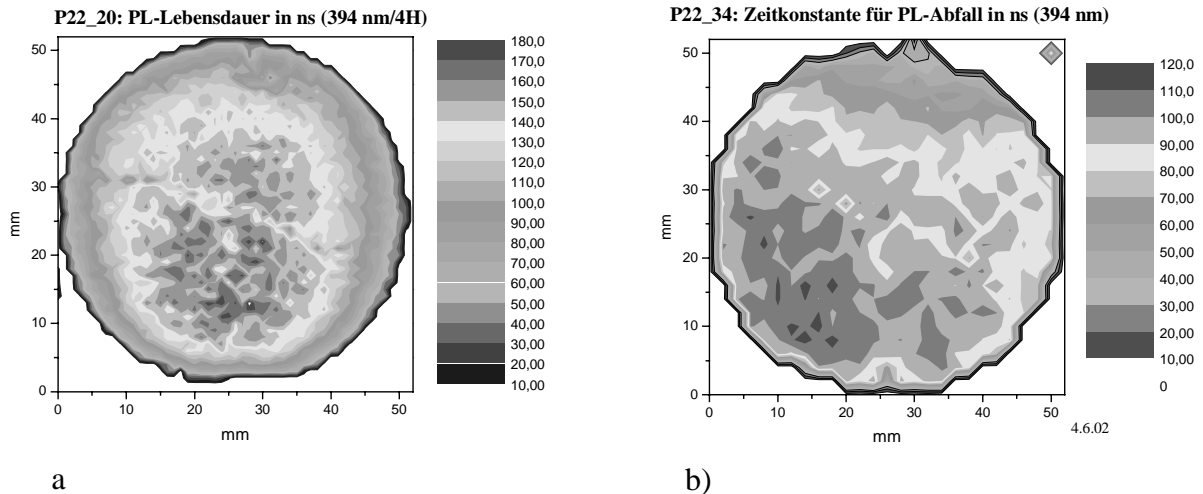


Abb. 6.2: Vergleich der Verteilung von τ_{opt} einer 38 μm (a) und einer 25 μm dicken (b) 4H-SiC Epitaxieschicht, abgeschieden bei identischen Prozeßparametern.

Die mittlere Lebensdauern der Minoritäten τ_{opt} wurde in undotierten Schichten mit 160-180 ns ($N_{\text{D}}-N_{\text{A}} = 1-4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$) und in niedrig dotierten p- Schichten mit 100-120 ns bestimmt ($N_{\text{A}}-N_{\text{D}} = 2-4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$).

In Abbildung 6.3 sind die in p-dotierten Schichten bestimmten Lebensdauern τ_{opt} in Abhängigkeit der Schichtdicke aufgetragen. Die starke Streuung der Meßpunkte beruht darauf, daß bei der Abscheidung einzelner Schichten neben der Schichtdicke auch andere Parameter variiert worden sind.

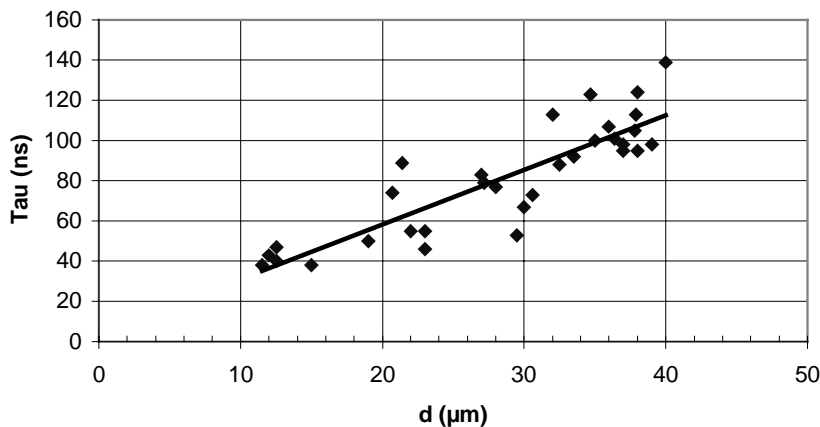


Abb. 6.3: Einfluß der Schichtdicke auf die mittlere Lebensdauer der Minoritätsladungsträger τ_{opt} .

Um den Einfluß der Abscheideparameter auf die Lebensdauer zu untersuchen, wurde eine Serie von Epitaxieschichten abgeschieden, in der als Parameter entweder der Trägergasfluß (H_2), das (C/Si)- Verhältnis oder der TMA-Partialdruck (p_{TMA}), bei sonst konstanten Bedingungen, variiert wurde. In Tabelle. 6.1 sind experimentelle Zusammenhänge zwischen den unterschiedlichen Abscheidebedingungen und τ_{opt} zusammengestellt.

Tabelle 6.1: Abscheideparameter (H_2 -Fluß, C/Si, p_{TMA}), Netto-Ladungsträgerkonzentrationen N_A-N_D , und Lebensdauer $\tau_{opt.}$, (T_G : 1550 °C, p_{sys} : 150 mbar, $d = 36 \pm 2 \mu m$)

Nr. P22-	H_2 Fluss (sl/min)	C/Si-Verhältnis	p_{TMA} (mbar)	N_A-N_D (cm-3), C-V	$\tau_{opt.}$ (ns) LFS ¹	Tau (ns), LTPL ²
54	34	1,5	1,94E-06	1,6E+16	97	98
55	37	1,5	1,79E-06	1,3E+16	105	107
57	40	1,5	1,65E-06	2,5E+15	86	88
59	31	1,5	2,13E-06	2,5E+15	71	73
60	34	1,5	1,94E-06	7,0E+15	98	101
61	34	2,5	1,93E-06	5,5E+15	90	92
64	34	1	1,95E-06	2,5E+15	123,5	123
65	34	2,5	1,93E-06	2,0E+16	100	102
66	34	2	1,94E-06	2,0E+16	94	96
73	34	1,5	3,90E-07	1,4E+15	93,2	95
74	34	1,5	7,80E-07	2,5E+15	104,9	105
75	34	1,5	3,80E-06	4,0E+16	124,5	124
76	34	1,5	1,90E-06	1,4E+16	112,7	114

¹Laserfluoreszenzspektrometer, ²Low Temperature Photolumineszenz

Es konnten noch keine endgültigen Aussagen über den Einfluß der Abscheidebedingungen auf die Lebensdauer gemacht werden. Ein tendenzieller Zusammenhang zwischen p_{TMA} und der Lebensdauer deutet sich in Abbildung. 6.4 an. Die Schichtdicken liegen im Bereich von 32 μm bis 38 μm . In wieweit dabei die Eigenschaften der Grenzfläche Substrat- Epitaxie-schicht und die elektrischen Eigenschaften des Überganges vom n-Typ Substrat zur p-Typ-Epitaxieschicht die Lebensdauer beeinflussen, ist nicht untersucht worden. Ein weiterer wichtiger Aspekt ist der Einfluß der in den Substraten und Schichten vorhandenen Defekten wie Stapelfehlern, Versetzungen und tiefe Störstellen. Dies zu klären muß Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

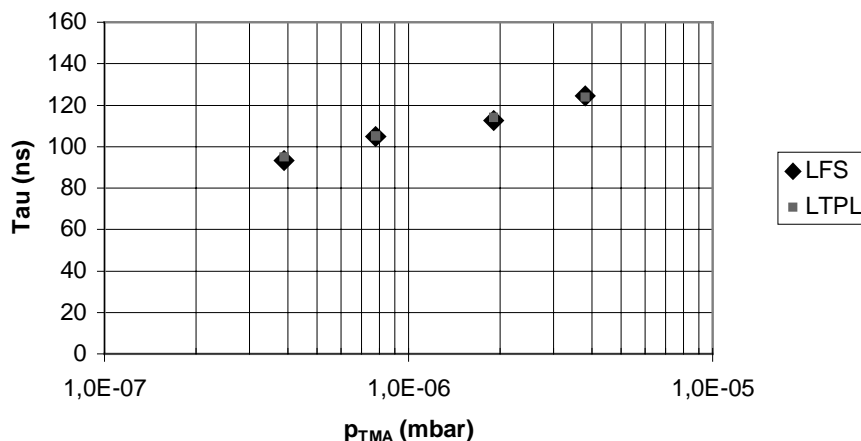


Abb. 6.4: Abhängigkeit der Lebensdauer der Minoritätsladungsträger $\tau_{opt.}$ vom TMA Partialdampfdruck (LFS: Laserfluoreszenz- Spektrometer, LTPL: Tieftemperatur- Photolumineszenz)

Die bisher längste mittlere Lebensdauer in einer 43 μm dicken Schicht ($N_A-N_D=1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$) wurde mit $\tau_{\text{opt.}}=164 \text{ ns}$ gemessen ($H_2= 34 \text{ sl/min}$, $C/\text{Si}=1,5$ und $p_{\text{TMA}}= 1,9 \times 10^{-6} \text{ mbar}$, Abb. 6.5).

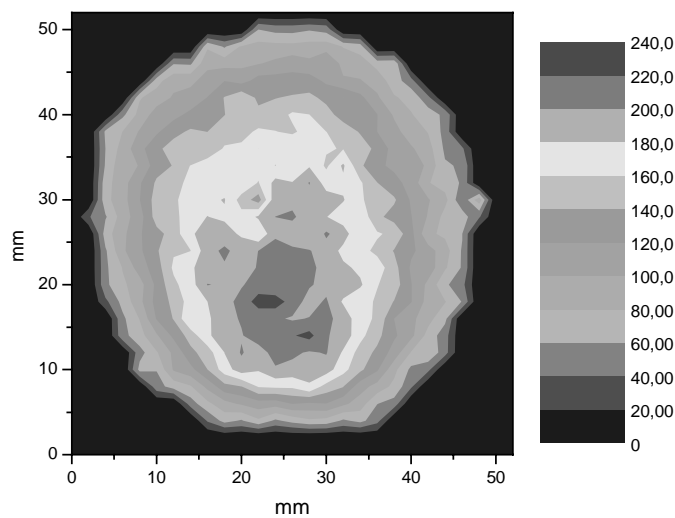


Abb. 6.5: Laterale Verteilung des Abfalls der PL-Intensität in ns, $d= 43 \mu\text{m}$, $N_A-N_D=1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$,

7. Zusammenfassung der Projektergebnisse

Während der Bearbeitung des Projektes sind die wesentlichen Ziele des Vorhabens erreicht worden.

1. Es wurden hochreine und p-dotierte 4H-SiC Epitaxieschichten abgeschieden. Die Hintergrunddotierung in nominell undotierten Schichten beträgt für Stickstoff $\geq 3 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$, für Bor und Aluminium $\geq 4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Die technologischen Prozeßschritte bei der Epitaxie wurden für 35 mm Substrate entwickelt und weiterführend an 2 Zoll Wafer angepaßt.
2. Bei $T_G = 1550 \text{ °C}$ wurden glatte Epitaxieschichten mit einer Rauigkeit $R_a = 0,3 \pm 0,1 \text{ nm}$ und bis zu $50 \text{ }\mu\text{m}$ Schichtdicke bei Wachstumsgeschwindigkeiten bis zu $14 \text{ }\mu\text{m/h}$ abgeschieden. Die Standardabweichung von der Schichtdicke ist kleiner 2%.
3. Abscheidung und Charakterisierung von Aluminium- dotierter SiC Epitaxieschichten unter Verwendung von Trimethylaluminium (TMA) als Al-Quelle. Die Dotierungen wurden im Bereich $N_A - N_D = 4 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ bis $1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ eingestellt.
4. Die chemische Al- und die netto Akzeptorkonzentration verhalten sich im Konzentrationsbereich [Al], $N_A - N_D = 1 \times 10^{14} - 5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ proportional $p_{\text{TMA}}^{3/2}$.
5. Es sind 30%-70% des eingebauten Al elektrisch aktiv.
6. Bis zu $[\text{Al}] \leq 4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ konnten Schichten mit spiegelnder Oberfläche und einer Oberflächenrauigkeit $R_a = 0,3 \pm 0,1 \text{ nm}$ abgeschieden werden.
7. Im Konzentrationsbereich von $N_A - N_D = 2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3} - 2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ werden Hall- Beweglichkeiten von $70 - 100 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ erreicht. Der Widerstand in hoch p-dotierten Schichten ($N_A - N_D > 8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) ist $< 100 \text{ m}\Omega/\text{cm}$.
8. Bei $[\text{Al}] > 4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ wechselt das Wachstum vom diffusionskontrollierten zum kinetisch kontrollierten Modus. Die Oberflächen der Schichten vergrößern und eine Tendenz zur Bildung von Makrostufen und Stapelfehlern wird beobachtet.
9. Es konnte maximal $[\text{Al}] = 1,5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ in den Schichten eingebaut werden.
10. Die Halbwertsbreite von Röntgen-Rocking-Kurven in den Schichten war bis zu 50% kleiner im Vergleich zu der in Substraten. Dies wird auf eine Verbesserung der kristallinen Struktur und geringere Spannungen in den Schichten zurückgeführt.
11. Es wurden mittlere Lebensdauern von Minoritäten in undotierten n-Schichten von $\tau_{\text{opt}} \leq 180 \text{ ns}$ und in Al-dotierten Schichten von $\tau_{\text{opt}} \leq 140 \text{ ns}$ ($N_A - N_D = 1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$) gemessen.
12. Mit der zeitgleichen Bearbeitung eines Unterauftrages durch den Industriepartner an der Hot-Wall CVD- Anlage wurde diesem die Möglichkeit gegeben, das Hot-Wall CVD-Verfahren hinsichtlich der erreichbaren Materialqualität, Wirtschaftlichkeit und Skalierbarkeit der Prozesse mit bei der SiCED vorhandenen Cold Wall CVD- Anlagen zu vergleichen.
13. Der SiCED wurden im Bearbeitungszeitraum 32 Epitaxieschichten zur Testung der technologischen Relevanz für die Bauelementeentwicklung zur Verfügung gestellt.
14. In Kooperation mit den Universitäten in Erlangen, Pittsburgh und Cottbus wurden Beiträge zum besseren Verständnis physikalischer Phänomene im SiC geleistet.
15. Im Zusammenhang mit der Projektbearbeitung wurden insgesamt 15 Publikationen als Autor bzw. Co-Autor veröffentlicht und 16 Vorträge bzw. Poster präsentiert.

Offene bzw. neu entstandene Fragestellungen

1. Zur Charakterisierung der kristallinen Struktur der Schichten mit röntgenografischen Methoden konnte auf Grund der Vielzahl von nicht reproduzierbarer Einflußgrößen (Defektstruktur und Oberflächeneigenschaften der Substrate, Spannungen in Substrat und Schicht) nur qualitative Aussagen gemacht werden. Die erforderlichen methodischen und experimentellen Arbeiten für quantitative Aussagen konnten in diesem Projektrahmen nicht erbracht werden.
2. Für die Entwicklung von bipolaren Bauelementen mit gewachsenen p-n-Übergängen ist es erforderlich, die laterale Homogenität der p-Dotierung zu erhöhen. Neben der weiteren Optimierung der Prozeßparameter ist der Einsatz von alternativen Al- Quellen zu testen.
3. Eine wesentliche Aufgabe bei der Qualifizierung von SiC-Epitaxieschichten für Anwendungen in der Leistungselektronik besteht in der Vermeidung von Stapelfehlern. Es sind technologische Schritte zu finden, um das Weiterwachsen von Defekten aus dem Substrat in die Schicht zu reduzieren bzw. zu verhindern.
4. Während der Projektbearbeitung ist deutlich geworden, daß Probleme beim Aufwachsen von p- leitenden Schichten auf n-leitenden Schichten bestehen. Der Zusammenhang zwischen den Abbruchbedingungen bei der Epitaxie und den elektrischen Eigenschaften der Schichtoberflächen und die Struktur sowie elektrischen Eigenschaften der epitaktisch gewachsenen p-n-Übergänge müssen untersucht und optimiert werden.
5. Um die Lebensdauer der Minoritäten in den Epitaxieschichten zu erhöhen, sind die begrenzenden physikalischen und technologischen Ursachen herauszufinden und zu optimieren. Dazu sind umfangreiche physikalische Untersuchungen (DLTS, LFS, C-V) an Epitaxieschichten erforderlich.

8. Literatur

- [1] O. Kordina, C. Hallin, A. Henry, J.P. Bergmann, I. Ivanov, A. Ellison, N.T. Son, E. Janzen
Phys. Stat. Sol. B 202 (1997) 312-334
- [2] Ö. Danielsson, U. Forsberg, A. Henry, E. Janzen
J. Crystal Growth 235 (2002) 352-364
- [3] A Schöner
in Silicon Carbide, Eds. W.J. Choyke, H. Matsunami, G. Pensl
Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2004) 230
- [4] A. Yasseen, A. Zorman
J. Electrochem. Society 146 (1999) 327-330
- [5] L. Zhou, V. Audurier, A. Powell
J. Electrochem. Society 144 (1997) 161-163
- [6] R. Stein, W. Zintl, J. Völkl
Siemens Technik Report 1, 1(1998)
- [7] S. Nakazawa, T. Kimoto, K. Hasimoto, H. Matsunami
J. Crystal Growth 237-239 (2002) 1213-1218
- [8] J.A. Powell, D.J. Larkin,
Phys. Stat. sol. B 202 (1997) 529-548
- [9] K. Shibahara, N. Kuroda, S. Nishino, H. Matsunami,
Jpn. J. Appl. Phys. 26 (1987) L 1815
- [10] H. Matsunami, T. T. Kimoto
Materials Science and Engineering R20 (1997) 125-166
- [11] M. Pons, J. Meziere, S. Wan Tang Kuan, E. Blanquet, P. Ferret, L. Di Cioccio, T. Billon, R. Madar
Materials Science Forum 389-393 (2002) 223-226
- [12] J.P. Bergmann, H. Jakobsson, L. Storasta, F.H.C. Carlsson, B. Magnusson, S. Sridhara, G. Pozina, H. Lendenmann, E. Janzen
Materials Science Forum 389-393 (2002) 9-14
- [13] J.P. Bergmann, H. Lendenmann, P.-A. Nilsson, U. Lindefeld, P. Skytt
Materials Science Forum 353-356 (2001) 299-302
- [14] S. Ha, P. Mieszkowski, M. Skowronski, L.B. Rowland
J. Crystal Growth 244 (2002) 257-266
- [15] Kamata, H. Tschuida, T. Jikimoto, K. Izumi
Jpn. J. Appl. Phys. 39 (2000) 6496

- [16] D.J. Larkin.
Phys. Stat. Sol. B 202 (1997) 305-320
- [17] U. Forsberg, Ö. Danielsson, A. Henry, M.K. Linnarsson, E. Janzen
Materials Science Forum 389-393 (2002) 203-206
- [18] M.K. Linnarsson, M.S. Janson, U. Zimmermann, B.G. Svensson, P. Persson, L. Hutmann, J. Wong-Leung, S. Karlson, A. Schöner, H. Bleicher, E. Olsson
Appl. Phys. Lett. 79 (2001) 2016-2018
- [19] S. Bai, G. Wagner, E. Shishkin, W.J. Choyke, R.P. Devaty, M. Zhang, P. Pirouz and T. Kimoto
Materials Science Forum Vols.389-393 (2002) 589-592
- [20] SiC Schottky Diode SDP10S30, Datenblatt, Infineon Technologies,
- [21] 10 W SiC RF MESFET CRF-20010-001, Data Sheet, Cree Inc. USA
- [22] H. Lendenmann, J.P. Bergmann, F. Dahlquist, C. Hallin
Materials Science Forum Vols.433-436 (2003) 901-906
- [23] T.P. Chow, N. Ramungul, J. Fedison, Y. Tang
in Silicon Carbide Recent Major Advances, 737-810
Eds. W.J. Choyke, H. Matsunami. G. Pensl
Springer-Verlag, Berlin Heidelberg 2004
- [24] R.H. Malhan, H. Nakamura, S. Onda, D. Nakamura, K. Hara
Materials Science Forum Vols.433-436 (2003) 917-920
- [25] L. Cheng, J.R. Bonds, J. Mazzola, J.B. Casady
ICSCRM 2003, Lyon, France, Proceedings
- [26] S. Ohta, T. Furusho, H. Ohshima, S. Nisino
Materials Science Forum Vols.433-436 (2003) 205-208
- [27] T. Hatayama, H. Yano, Y. Uraoka, T. Fuyuki
ICSCRM2003, Lyon, France, Proceedings
- [28] K. Danno, T. Kimoto, H. Matsunami
ICSCRM2003, Lyon, France, Proceedings
- [29] K. Fujihira, T. Kimoto, H. Matsunami
ICSCRM2003, Lyon, France, Proceedings

II.b Nutzen

1. Verwertbarkeit der Ergebnisse

Die wesentlichen wissenschaftlichen Projektziele wurden erfüllt. Mit der Entwicklung der CVD zur Abscheidung von hochreinen und p-leitenden Schichten wurde ein Beitrag zur Entwicklung von SiC basierenden Hochvoltbauelementen geleistet. Die Schichten wurden hinsichtlich ihrer Relevanz für Bauelementeanwendungen getestet und weitere Fragestellungen zur Optimierung abgeleitet.

Der Industriepartner konnte einen Vergleich zwischen dem Hot-Wall CVD-Verfahren mit dem bei ihm eingesetzten Cold-Wall CVD-Verfahren durchführen und das Hot-Wall CVD-Verfahren bewerten. Die Ergebnisse der Charakterisierung von Epitaxieschichten gestatteten eine Aussage über die Verwendbarkeit der Hot-Wall Schichten für die Bauelementeentwicklung. Es wurden grundsätzliche Aussagen über die Potenz des CVD-Verfahrens geliefert. Dadurch wurde eine Entscheidungsunterstützung bei der Anwendung von CVD Techniken zur Herstellung von Schichten für Leistungsbaulemente gegeben. Der Industriepartner hat die Hot-Wall CVD-Anlage zur Abscheidung von n-leitenden Schichten im Rahmen seines wissenschaftlichen Projektes genutzt. Zwischen dem IKZ und der SiCED sind Nutzungsvereinbarungen zur Anwendung der Hot-Wall CVD und ein Materialaustausch vereinbart und realisiert worden.

2. Fortschritte bei anderen Stellen

Die Firmen Infineon und Cree, USA, haben die Serienproduktion von SiC-Schottky Dioden aufgenommen [20, 21]. Die Firma AIXTRON/EPIGRESS hat eine Multiwafer-Hot-Wall Anlage entwickelt, mit welcher bei Infineon Bauelemente produziert werden. Durch die Verfügbarkeit von 3“ 4H-SiC Wafern der erforderlichen Qualität (Cree) wird die Epitaxie auf diese Substratgröße überführt. Cree hat angekündigt, die Produktion vollständig auf 3“ Wafer umzustellen. Daraus ergibt sich die Notwendigkeit auch den Epitaxieprozeß mittelfristig an diese Substratgröße anzupassen. Um die für Hochvoltbauelemente dicken Schichten ($d > 50 \mu\text{m}$) in ökonomisch vertretbaren Zeiten abzuschneiden, wird die Epitaxie zu immer höheren Abscheideraten entwickelt ($R > 20 \mu\text{m/h}$, [28, 29])

International wird intensiv an der Entwicklung von bipolaren SiC-Bauelementen gearbeitet. Diese Bauelemente sind für einen Spannungsbereich $> 3\text{kV}$ vorgesehen [22, 23]. Als Lebensdauer begrenzender Faktor hat sich dabei die Entstehung von Stapelfehlern in den Schichten erwiesen, wenn die Bauelemente in Flußrichtung betrieben werden. [22, 24]. An den Ursachen der Stapelfehlergeneration und den Möglichkeiten zur Vermeidung dieser Defekte wird intensiv geforscht. In ca. drei Jahren wird mit der Einführung von bipolaren Bauelementen für Spannungen von 3-20 kV gerechnet.

Die Entwicklung von p-dotierten Schichten als p-Emitter oder als niederohmige Kontaktschicht durch Implantation, CVD- oder Sublimationsepitaxie ist dabei international ein Forschungsschwerpunkt [23, 25, 26, 27].

In Diskussionen mit der SiCED GmbH wurden folgende Fragestellungen als Schwerpunkte für zukünftige Untersuchungen benannt:

- Erhöhung der Lebensdauer von Minoritätsladungsträgern in den Schichten
- Verhinderung von Stapelfehlern beim Wachstum der Schichten bzw. Verhinderung des Einwachsens von Stapelfehlern aus dem Substrat
- Abschneiden von epitaktisch gewachsenen p-n-Übergängen, Verbesserung der Dotierungshomogenität in p-dotierten Schichten
- Untersuchung und Charakterisierung von tiefen Störstellen in Epitaxieschichten.

3. Veröffentlichungen zum Projekt

Im Projektzeitraum wurden 15 Publikationen veröffentlicht bzw. eingereicht, welche im unmittelbaren Zusammenhang zum Projekt standen.

- /1/ G. Wagner, J. Doerschel, A. Gerlitzke
Surface preparation of 4H-SiC substrates for hot-wall CVD of SiC layers
Applied Surface Science 184 (2001) 55-59
- /2/ G. Wagner, K. Irmscher
Influence of the growth conditions on the layer parameters of 4H-SiC epilayers grown in a hot-wall reactor
Materials Science Forum Vols. 353-356 (2001) 95-98
- /3/ G. Wagner, B. Thomas, J. Doerschel, J. Dolle, K. Irmscher
Structural and electrical properties of unintentionally doped 4H-SiC epitaxial layers – grown by hot wall CVD
J. Electron. Mat. 30, 3 (2001) 207-211
- /4/ G. Wagner, W. Leitenberger, K. Irmscher, F. Schmidt, M. Laube, and G. Pensl
Aluminium incorporation in 4H-SiC layers during epitaxial growth in a hot-wall CVD system
Materials Science Forum Vols. 389-393 (2002) 207-210
- /5/ S. Bai, G. Wagner, E. Shishkin, W.J. Choyke, R.P. Devaty, M. Zhang, P. Pirouz and T. Kimoto
Spectra Associated with Stacking Faults in 4H-SiC Grown in a Hot-Wall CVD Reactor
Materials Science Forum Vols. 389-393 (2002) 589-592
- /6/ M. Laube, F. Schmid, G. Pensl and G. Wagner
Codoping of 4H-SiC with N- and P-Donors by Ion Implantation
Materials Science Forum Vols. 389-393 (2002) 791-794
- /7/ F. Schmidt, M. Laube, G. Pensl, G. Wagner and M. Maier
Electrical Activation of Implanted Phosphorus Ions in (0001)/(11-20)-Oriented 4H-SiC
Journal of Applied Physics 91 (2002) 9182-9186
- /8/ M. Laube, F. Schmidt, G. Pensl, G. Wagner, M. Linnarsson, M. Maier
Electrical activation of high concentrations of N⁺ and P⁺ ions implanted into 4H-SiC
Journal of Applied Physics, 92 (2002) 549-554
- /9/ G. Pensl, F. Schmidt, F. Ciobanu, M. Laube, S.A. Reshanov, N. Schulze, K. Semmelroth, H. Nagasawa, A. Schöner, G. Wagner
Electrical and Optical Characterization of SiC
Materials Science Forum Vols. 433-436 (2003) 365-370

- /10/ F. Ciobano, G. Pensl, H. Nagasawa, A. Schöner, S. Dimitrijević, K.Y. Cheong, V.V. Afanasev, G. Wagner
Traps at the Interface of 3C-SiC/SiO₂-MOS Structures
Materials Science Forum Vols. 433-436 (2003) 551-554
- /11/ S. Bai, R.P. Devaty, W.J. Choyke, R. Grötzschel, G. Wagner, M.F. Macmillan
Photoluminescence Study of Deuterium Implanted 4H-SiC
ICSCRM2003, Lyon, Frankreich, im Druck
- /12/ S. Bai, R.P. Choyke, U. Kaiser, G. Wagner, M.F. MacMillan
Spontaneous Polarization Effects in 3C/4H-SiC Quantum Wells
ICSCRM2003, Lyon, Frankreich, im Druck
- /13/ F. Nava, G. Wagner, C. Lanzieri, P. Vanni, E. Vittone
Investigation of Ni/4H-SiC diodes as radiation detectors with low doped n-type 4H-SiC epilayer
Nucl. Instr. & Meth. A 510 (2003) 273-280
- /14/ S. Sciortino, G. Wagner, P. Vanni, S. Lagomarsino, M. Bruzzi, F. Nava
SiC detectors for α and β spectroscopy in a wide temperature range
angenommen bei: IEEE Trans. of Nucl. Science, 2003
- /15/ F. Schmidt, M. Krieger, M. Laube, G. Pensl, G. Wagner
Hall Scattering Factor for Electrons and Holes in SiC
In Silicon Carbide Recent Major Advances, Eds. W.J. Choyke, H. Matsunami,
G. Pensl, Springer Verlag Berlin Heidelberg 2004, 517-536

Im Projektzeitraum wurden auf nationalen und internationalen Tagungen 16 Vorträge bzw. Poster präsentiert, die im unmittelbaren Zusammenhang zum Projekt standen.

- /1/ J. Doerschel, G. Wagner, U. Juda
Detektion mechanisch induzierter Störschichten auf SiC-Einkristalloberflächen mit Hilfe der Electron Channeling Technik
10. Jahrestagung Festkörperanalytik, Wien, 1999
- /2/ G. Wagner, K. Irmscher
Influence of the growth conditions on the layer parameters of 4H-SiC epilayers grown in a hot-wall reactor
ECSCRM2000, Kloster Banz, 2000
- /3/ G. Wagner
SiC – Homoepitaxie nach dem CVD-Verfahren
WE-Heraeus- Ferienkurs für Physik, BTU-Cottbus, 2001
- /4/ G. Wagner, W. Leitenberger, K. Irmscher, F. Schmidt, M. Laube, and G. Pensl
Aluminium incorporation in 4H-SiC layers during epitaxial growth in a hot-wall CVD system
ICSCRM, Tsukuba, Japan, 2001

- /5/ G. Wagner, J. Doerschel
Surface Preparation of 4H-SiC (0001) Substrates for Hot-Wall CVD of SiC-Layers
E-MRS Meeting, Strasbourg, 2001
- /6/ G. Wagner
Homoepitaxie von 4H-SiC
DGKK-Arbeitskreis, Berlin, 2001
- /7/ G. Wagner, K. Irmscher, W. Leitenberger, M. Wilde
Electrical and Structural Properties of Al-Doped 4H-SiC Epitaxial Layers-Grown by
Hot-Wall CVD
Electronic Material Conference 2002, Santa Barbara, USA,
- /8/ D. Schmeißer, G. Wagner and K. Irmscher
Photoelectron Spectra of Al Dopants in 4H-SiC
E-MRS Meeting, Straßburg, Frankreich, 2002
- /9/ F. Ciobano, G. Pensl, H. Nagasawa, A. Schöner, S. Dimitrijevic, K.Y. Cheong, V.V.
Afanasev, G. Wagner
Traps at the Interface of 3C-SiC/SiO₂-MOS Structures
ICSCRM, Linköping, 2002,
- /10/ D. Schmeißer, D. Krüger, G. Wagner
Spectroscopic Analysis of hidden Interfaces
E-MRS Meeting, Strasbourg, 2002
- /11/ W. Leitenberger, J. Härtwig, G. Wagner, B. Thomas
Characterisation of Homoepitaxial 4H-SiC layers by X-ray diffraction topography
E-MRS Meeting, Strasbourg, 2002
- /12/ G. Wagner, K. Irmscher, W. Leitenberger
Al-Einbau in 4H-SiC Epitaxieschichten – gewachsen in einem horizontalem
Hot-Wall CVD-System
DGKK-Jahrentagung, Idar-Oberstein, 2002
- /13/ G. Wagner
Homoepitaxial growth of 4H-SiC layers in a hot-wall CVD-System
Carnegie Mellon University, Pittsburgh, USA, 2002
- /14/ K. Irmscher, I. Pintilie, M. Roßberg, D. Schulz, G. Wagner
Charakterisierung der elektrischen Eigenschaften von Siliciumcarbid
DGKK-Jahrentagung, Idar-Oberstein, 2002
- /15/ G. Wagner, M. A. Capano
Growth of Heavily Aluminium-Doped 4H-SiC Epilayers by Hot-Wall CVD
French-German Crystal Growth Meeting,
2nd French German Crystal Growth Meeting, NANCY, France, 2003
- /16/ S. Sciortino, G. Wagner, P. Vanni, S. Lagomarsino, M. Bruzzi, F. Nava
SiC detectors for α and β spectroscopy in a wide temperature range
III. National Workshop on SiC, Turin, Italien, 2003