


고순도 SiC 파우더를 이용한 반절연 SiC 단결정 성장

이채영¹, 최정민¹, 김대성¹, 박미선¹, 장연숙¹, 이원재¹ , 양인석², 김태희²,
 첸시우팡³, 슈시앙강³

¹ 동의대학교 신소재공학과

² STC

³ 산둥대학교 결정소재실험실

Semi-Insulating SiC Single Crystals Grown with Purity Levels in SiC Source Materials

Chae Young Lee¹, Jeong Min Choi¹, Dae Sung Kim¹, Mi Seon Park¹, Yeon Suk Jang¹, Won Jae Lee¹,
 In Seok Yang², Tae Hee Kim², Xiufang Chen³, and Xiangang Xu³

¹ Department of Advanced Materials Engineering, Dong-Eui University, Busan 47340, Korea

² STC, Hwaseong 18623, Korea

³ State Key Laboratory of Crystal Materials, Shandong University, Jinan 250100, China

(Received October 17, 2018; Revised November 14, 2018; Accepted November 14, 2018)

Abstract: The change in vanadium amount according to the growth direction of vanadium-doped semi-insulated (SI) SiC single crystals using high-purity SiC powder was investigated. High-purity SiC powder and a porous graphite (PG) inner crucible were placed on opposite sides of SiC seed crystals. SI SiC crystals were grown on 2 inch 6H-SiC Si-face seeds at a temperature of 2,300°C and growth pressure of 10~30 mbar of argon atmosphere, using the physical vapor transport (PVT) method. The sliced SiC single crystals were polished using diamond slurry. We analyzed the polytype and quality of the SiC crystals using high-resolution X-ray diffraction (XRD) and Raman spectroscopy. The resistivity of the SI SiC crystals was analyzed using contactless resistivity mapping (COREMA) measurements.

Keywords: Silicon carbide, Semi-insulating, Vanadium, High purity powder

1. 서론

반절연 탄화규소(SI-SiC) 웨이퍼는 SiC 및 GaN 기반의 고주파, 고전력 전자 제품을 개발하는 핵심 기판으로 여겨지고 있다 [1,2]. 마이크로웨이브 디바이스 분야를 위한 반절연 SiC 기판은 높은 저항성과 낮은 유전 소실을 가져야 한다 [3]. 하지만 고온에서의 결정

성장 동안 잔여 불순물 제어의 어려움으로 인해 높은 저항성을 갖는 고순도 SiC 기판으로의 성장은 어렵다 [4-6]. 바나듐이 도핑된 반절연 SiC 단결정 성장을 위해 내부 도가니에 바나듐 카바이드(VC) 분말을 채워 사용하였다. PVT (physical vapor transport)법을 이용한 벌크(bulk) SI-SiC 성장에서 바나듐은 잔류 불순물의 전기적 보상을 위한 깊은 억셉터(deep acceptor) 또는 깊은 도너(deep donor)로 SiC에서 작용할 수 있다. 이러한 이유로 바나듐의 혼입은 균질한 전기적 성능을 가진 SiC 기판을 얻기 위한 핵심 요소이다 [1,7]. 본 연구에서는 PVT법을 이용하여 바나듐이 도핑된 반절연 SiC 결정 성장에서 다공성 흑연 구조물과 고순도

✉ Won Jae Lee; leewj@deu.ac.kr

Copyright ©2019 KIEEME. All rights reserved.
 This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

파우더를 사용하여 성장한 결정의 저항성에 어떠한 영향을 미치는지 알아보고자 한다.

2. 실험 방법

고저항의 반절연 SiC 결정을 얻기 위해 바나듐 카바이드(VC) 분말을 사용하여 성장시켰으며 그림 1은 본 실험에 사용된 도가니 내부의 모식도를 보여주었다. 바나듐이 도핑된 반절연 SiC 결정 성장을 위해 두 가지 방법으로 진행되었으며 방법 A는 일반 SiC 분말(99.99%)을 사용하였고, 방법 B는 고순도 SiC 분말(99.999%)을 사용하였다. 두 방법 모두 다공성 흑연을 캡슐 형태로 제작하여 도가니 상부에 위치시켰고 이때 바나듐 카바이드 분말은 다공성 흑연 캡슐 내부에 채운 후 성장을 진행하였으며 2인치의 6H-SiC (Si-face)를 종자정으로 사용하였다.

그림 2는 본 실험의 성장 조건이다. 도가니와 SiC 분말 내부의 질소 농도를 줄이기 위해 10시간 동안 소결 공정을 진행하였고, Ar의 분위기에서 2,300°C 이상

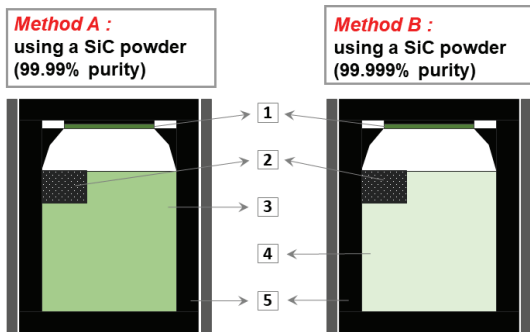


Fig. 1. Schematic diagram of SiC single crystal growth equipment: 1-SiC Seed, 2-porous graphite inner crucible filled VC, 3-SiC powder (99.99% purity), 4-SiC powder (99.999% purity), 5-graphite crucible.

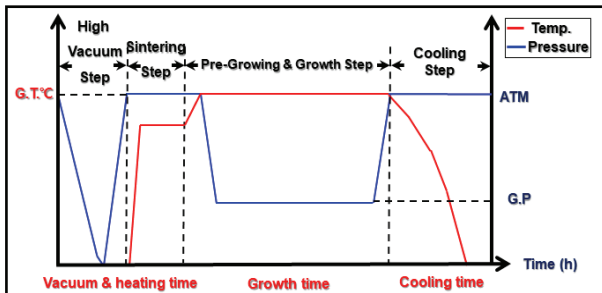


Fig. 2. Process condition by PVT Method.

의 성장 온도와 40 mbar의 성장의 압력을 유지하였다.

일반 SiC 분말과 고순도 SiC 분말의 불순물 함량을 알기 위해 GDMS (glow discharge mass spectrometry) 분석을 진행하였다. 성장된 결정은 High resolution X-ray 회절 패턴과 결정성을 확인하였으며, 라만 산란 (Raman spectra) 분석을 통해 폴리타입(polytype)을 확인하였다. 습식에칭(wet etching)을 위해 KOH 용액 450°C에서 10분간 진행하였고, 결함 및 표면 관찰을 위해 광학현미경을 사용하였으며 SEM (scanning electron microscope), EDS (energy dispersive spectrometer) 분석을 통해 불순물 농도를 측정하였다. COREMA (contactless resistivity mapping) 측정을 통해 비저항 값을 확인하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 3은 PVT방법으로, 방법 A는 일반 SiC 분말을 사용하였고 방법 B는 고순도 SiC 분말을 사용 성장하여 얻은 바나듐이 도핑된 잉곳 사진이다. 방법 B를 사용하여 얻어진 투명한 SiC 웨이퍼 #3, #10, #17은 다양한 분석을 위해 선택되었고, 방법 A를 사용하여 얻어진 웨이퍼는 상대적으로 어두운 색상으로 높은 불순물이 섞여 있는 것으로 예상된다.

표 1은 방법 A와 B에 사용한 SiC 분말의 GDMS 분석 결과이다. 일반 SiC 분말보다 고순도 SiC 분말의 Al, Ti, V, Fe, B, Na, W 등의 불순물 함량이 더 낮은 것을 알 수 있었다.

그림 4는 성장된 두 잉곳의 웨이퍼 결정다형을 나타

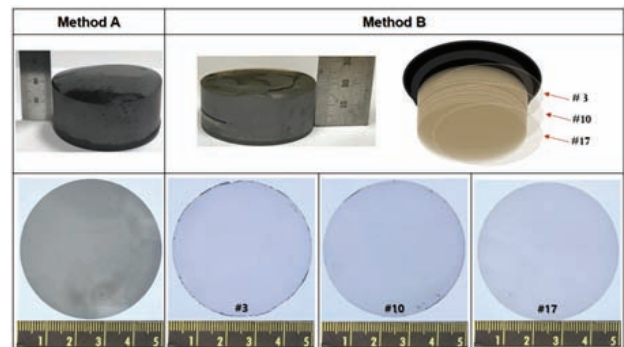


Fig. 3. Photographs of SiC ingots grown with powder source of 99.99% (method A) and 99.999% (Method B) and three wafers sliced wafers from different position of grown ingot (method B).

Table 1. GDMS data for method A and B.

Element	Concentration [ppm wt]	
	Method A (99.99% purity)	Method B (99.999% purity)
Al	16	0.33
Ti	1.4	0.07
V	0.2	<0.05
Fe	1.8	0.27
B	7.5	0.25
Na	0.17	<0.05
W	0.6	0.21

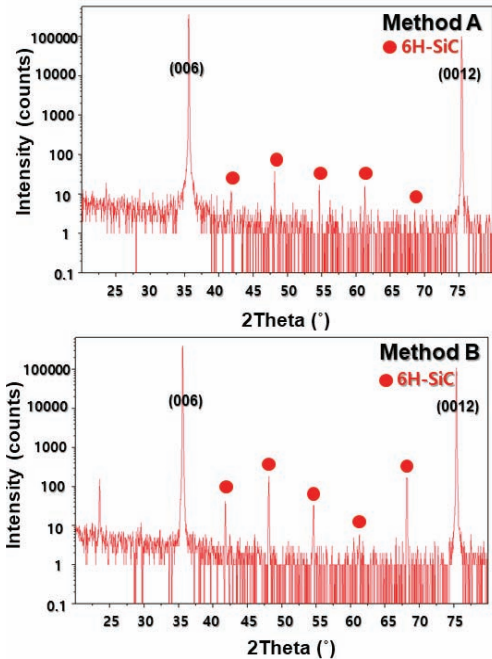


Fig. 4. XRD pattern of vanadium doped SiC crystals.

낸 XRD 패턴을 보여준다. 두 개의 주 피크(peak) 사이에 이중회절효과(double diffraction effect)와 관련된 작은 주기적인 피크 수는 SiC의 결정다형을 나타낸다 [8]. 두 웨이퍼의 분석 결과 (006)과 (0012)회절 면에서 나타나는 두 주요 피크 사이에 5개의 작은 피크가 관찰되었고 이 결정은 6H-SiC로 확인되었다.

바나듐 도핑으로 성장된 반절연 SiC wafer를 에칭 전/후 비교를 위해 광학 현미경 Nomarski mode, SEM/EDS를 이용하여 분석을 진행한 결과를 그림 5에 나타내었다. 방법 A로 성장된 SiC에서 바나듐과 관련된 일부 석출물이 검출되었지만 방법 B로 성장된 SiC는 석출물이 거의 관찰되지 않았다. 이러한 바나듐의 석출물

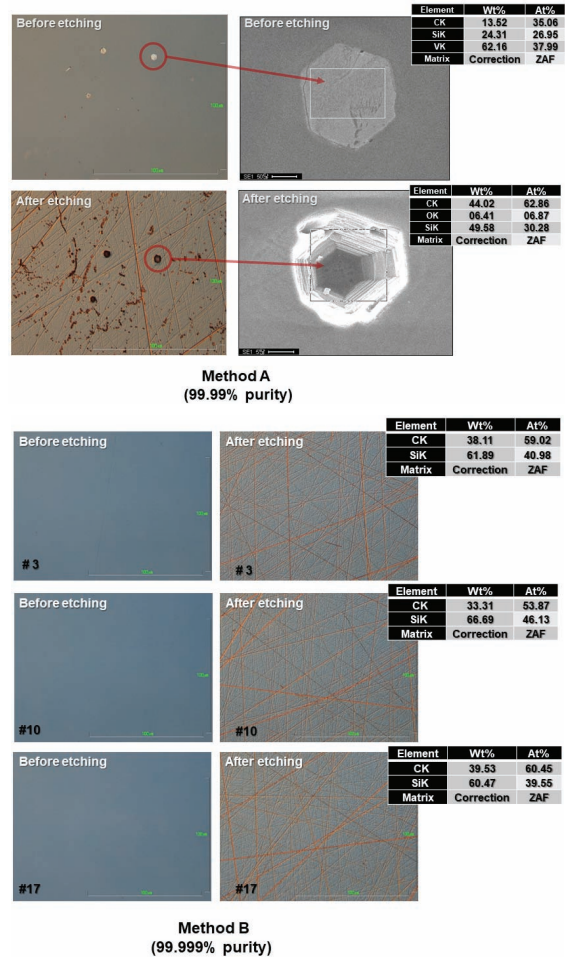


Fig. 5. The optical microscope and SEM & EDS image of vanadium-doped SiC crystal grown by Method A and Method B.

차이는 결정 품질에 영향을 미칠 것으로 예상된다.

그림 6은 COREMA 장비로 비접촉 정전 용량 웨이퍼 평가는 실온에서 $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^{12} \Omega \text{cm}$ 범위의 저항률 ρ 의 절대값과 저항률 ρ 의 변화를 고해상도 이미지로 나타내었다 [9]. 방법 A의 평균 비저항 값은 약 $1 \times 10^8 \Omega \text{cm}$ 이었지만 방법 B의 평균 비저항 값은 위치에 관계없이 모두 $1 \times 10^{11} \Omega \text{cm}$ 이상의 값으로 균일하게 나타났다. 상대적으로 불순물이 많은 방법 A가 바나듐의 보상을 높여 바나듐 석출물이 결정 내부에 존재하게 되어 비저항의 균일성을 저하시키는 것으로 예상된다.

일반적으로 성장이 진행됨에 따라 질소가 감소하기 때문에 평균 비저항 값이 증가함을 알 수 있다 [10]. 하지만 방법 B(#3) 웨이퍼가 방법 B(#10) 웨이퍼보다 비저항이 더 높음을 알 수 있었다. 이러한 비정상적인 비저항의 원인을 알고자 방법 B(#3) 웨이퍼의 A 영역

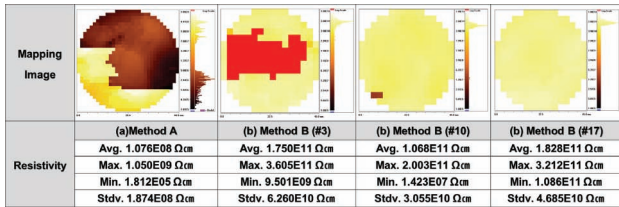


Fig. 6. The resistivity mapping data (COREMA) of SiC wafers fabricated from SiC crystals grown on method A and method B.

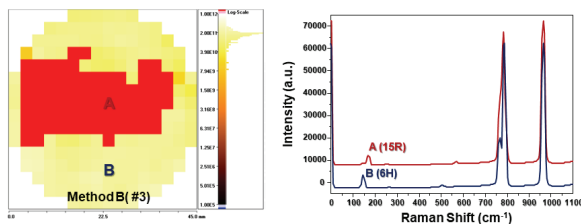


Fig. 7. Foreign polytype like 15 R on method B (#3) was detected by a Raman spectra analysis and different polytype exhibited different resistivity.

과 B 영역을 라만 산란 방법으로 분석한 결과를 그림 7에 나타내었다. 방법 B(#3) 웨이퍼의 A 영역과 B 영역에서 15R-, 6H-SiC의 폴리타입이 각각 검출되었고, 6H-SiC 웨이퍼에 다른 폴리타입이 혼입되어 있을 경우 평균 비저항 값이 증가함을 알 수 있었다 [11].

4. 결론

고순도의 SiC 분말을 이용하여 성장시킨 반절연 SiC 단결정에서 바나듐의 분포가 관찰되었다. 고순도 분말과 내부캡슐은 시드의 반대편에 위치시켜 성장하였고 2,300°C의 성장온도에서 6H-SiC 시드상에 단결정을 성장시켰다. 순도가 낮은 SiC 분말을 사용하여 성장시킨 SiC 결정의 품질보다 고순도의 SiC 분말을 사용하여 성장시킨 SiC 결정이 고품질을 갖는 것으로 나타났다. 또한 고순도 SiC 분말을 사용하여 1×10^{10} Ωcm 이상의 평균 비저항 값과 균일한 비저항 값을 갖는 반절연 웨이퍼를 얻을 수 있었다.

ORCID

Won Jae Lee

<https://orcid.org/0000-0002-7447-7974>

감사의 글

이 논문은 2018학년도 동의대학교 교내연구비 지원에 의해 연구되었음 (201802820001).

REFERENCES

- [1] M. Bickermann, R. Weingärtner, and A. Winnacker, *J. Cryst. Growth*, **254**, 390 (2003). [DOI: [https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(03\)01179-5](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(03)01179-5)]
- [2] M. E. Zvanut, V. V. Konovalov, H. Wang, W. C. Mitchel, W. D. Mitchell, and G. Landis, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **96**, 5484 (2004). [DOI: <https://doi.org/10.1063/1.1797547>]
- [3] St. G. Mueller, D. Hofmann, E. N. Mokhov, M. G. Ramm, A. D. Roenkov, Y. A. Vodakov, and A. Winnacker, *SIMC*, 219 (1996).
- [4] J. R. Jenny, M. Skowronski, W. C. Mitchel, H. M. Hobgood, R. C. Glass, G. Augustine, and R. H. Hopkins, *J. Appl. Phys.*, **78**, 3839 (1995). [DOI: <https://doi.org/10.1063/1.359899>]
- [5] H. McD. Hobgood, R. C. Glass, G. Augustine, R. H. Hopkins, J. Jenny, M. Skowronski, W. C. Mitchel, and M. Roth, *Appl. Phys. Lett.*, **66**, 1364 (1995). [DOI: <https://doi.org/10.1063/1.113202>]
- [6] P. Grosse, G. Basset, C. Calvat, M. Couchaud, C. Faure, B. Ferrand, Y. Grange, M. Anikin, J. M. Bluet, K. Chourou, and R. Madar, *Mater. Sci. Eng., B*, **61**, 58 (1999). [DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5107\(98\)00445-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5107(98)00445-0)]
- [7] M. Bickermann, D. Hofmann, T. L. Straubinger, R. Weingärtner, and A. Winnacker, *Mater. Sci. Forum*, **433**, 51 (2003). [DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.433-436.51>]
- [8] S. Nishino, T. Higashino, T. Tanaka, and J. Saraie, *J. Cryst. Growth*, **147**, 339 (1995). [DOI: [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(94\)00658-X](https://doi.org/10.1016/0022-0248(94)00658-X)]
- [9] P. Grosse, G. Basset, C. Calvat, M. Couchaud, C. Faure, B. Ferrand, Y. Grange, M. Anikin, J. M. Bluet, K. Chourou, and R. Madar, *Mater. Sci. Eng., B*, **61**, 58 (1999). [DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5107\(98\)00445-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5107(98)00445-0)]
- [10] Q. Li, A. Y. Polyakov, M. Skowronski, E. K. Sanchez, M. J. Loboda, M. A. Fanton, T. Bogart, and R. D. Gamble, *J. Appl. Phys.*, **97**, 113705 (2005). [DOI: <https://doi.org/10.1063/1.1921340>]
- [11] X. Yang, K. Yang, Y. Cui, Y. peng, X. Chen, X. Xie, X. Hu, and X. Xu, *A. Sin.*, **27**, 1083 (2014).