

# POPRAWA JAKOŚCI POLEROWANYCH PŁYTEK SiC METODĄ CHEMICZNEGO UTLENIANIA I OBRÓBK TERMICZNEJ. BADANIA JAKOŚCI POWIERZCHNI METODAMI RENTGENOWSKIMI

Halina Sakowska<sup>1</sup>, Krystyna Mazur<sup>1</sup>, Dominika Teklińska<sup>1,3</sup>, Wojciech Wierzchowski<sup>1</sup>,  
Krzysztof Wieteska<sup>2</sup>, Maciej Gała<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych

ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa; e-mail: halina.sakowska@itme.edu.pl

<sup>2</sup>Narodowe Centrum Badań Jądrowych, ul. A. Sołtana 7, 05-400 Otwock-Świerk

<sup>3</sup>Politechnika Warszawska, Wydział Inżynierii Materiałowej

ul. Wołoska 141, 02-507 Warszawa

**Streszczenie:** W artykule przedstawiono wyniki badań wpływu utleniania chemicznego i wygrzewania na poprawę jakości polerowanej, krzemowej, powierzchni płytek SiC. Do chemicznego utleniania zastosowano reakcję Fentona. Czynnikiem utleniającym były rodniki hydroksylowe (OH<sup>\*</sup>) powstające z rozkładu nadtlenku wodoru (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) w obecności jonów żelaza Fe(II). Uzyskano poprawę parametrów chropowatości przy określonych warunkach utleniania. Wygrzewanie płytek polerowanych standardowo, w odpowiednio dobranych warunkach, pozwoliło na uzyskanie chropowatości na poziomie atomowym Ra ~ 0,1 nm oraz znaczną redukcję warstwy uszkodzonej. Jakość krystaliczną płytek badano przy użyciu metod rentgenograficznych: dyfraktometrii, topografii i reflektometrii. Pomiaru gładkości powierzchni, przed i po obróbce badano przy pomocy mikroskopu optycznego z kontrastem Nomarskiego i mikroskopu sił atomowych AFM.

**Słowa kluczowe:** SiC, utlenianie katalityczne, polerowanie

**Improvement of the quality of SiC wafers polished using chemical oxidation and heat treatment. Examination of the quality of the surface using X-ray techniques.**

**Abstract:** Experimental results of chemical oxidation and thermal annealing and their influence on the improvement of the quality of the polished surface of silicon carbide (SiC) wafers have been presented. The Fenton process was used in the process of chemical oxidation. Hydroxyl radicals (OH<sup>\*</sup>) generated during the decomposition of a hydrogen peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) solution were the oxidizing agents. The quality of the roughness parameters was improved. After thermal annealing in vacuum at T 900°C a very smooth surface was obtained, subsurface damaged layers were reduced, with Ra ~ 0,1 nm. Both the crystallographic quality and roughness of the layers were investigated using X-ray methods. The surface smoothness before and after processing was measured using an atomic force microscope (AFM) and an optical microscope.

**Key words:** SiC, catalytic oxidation, polishing

## 1. WPROWADZENIE

Własności materiałowe jakie posiada węgiel krzemu (SiC) czynią go materiałem bardzo atrakcyjnym do zastosowań w mikro-urządzeniach dużych mocy, wielkich częstotliwości oraz pracujących w wysokich temperaturach. Ponadto wytrzymałość mechaniczna, wysoka przewodność cieplna, wysoka odporność na przebicia elektryczne oraz odporność na działanie czynników chemicznych powodują, że urządzenia wytworzone na bazie SiC mogą pracować w agresywnych środowiskach i w temperaturze powyżej 300°C.

Jakość wytwarzanych urządzeń zależy od wielu czynników, w tym również od sposobu przygotowania powierzchni SiC - powierzchni płytek stosowanych jako zarodki, na których wzrastają monokryształy SiC oraz powierzchni płytek podłożowych stosowanych do otrzymywania warstw i struktur epitaksjalnych zarówno SiC, jak i azotków półprzewodnikowych.

Węgiel krzemu (SiC) jest materiałem trudnym w obróbce, uzyskanie polerowanej powierzchni o gładkości atomowej (Ra ≤ 0,2 nm), a jednocześnie pozbawionej podpowierzchniowej warstwy uszkodzonej nie jest łatwym zadaniem.

Dostępne na rynku polerowane płytki SiC, w zależności od sposobu polerowania charakteryzują się różnym stopniem gładkości powierzchni. Firma SiCrystal oferuje standardowo polerowane *EPI-ready* płytki SiC o gładkości powierzchni Ra ≤ 2 nm, a chińska firma Tanke Blue płytki polerowane techniką CMP (chemo-mechaniczne polerowanie) o gładkości < 0,5 nm.

Trudności w uzyskaniu gładkiej i pozbawionej warstwy uszkodzonej polerowanej powierzchni SiC wynikają z budowy chemicznej (inertność wobec czynników chemicznych) i własności fizycznych (twardość i kruchość) tego materiału. Jedną ze stosowanych metod jest utlenienie powierzchni SiC do SiO<sub>2</sub>, a następnie usunięcie powstałej warstwy SiO<sub>2</sub> [1]. Utlenienie SiC do SiO<sub>2</sub> może być realizowane na dwa sposoby: chemicznie [2 - 4] bądź termicznie [5-6]. Podobnie usuwanie warstwy utlenionej może odbywać się mechanicznie, chemicznie lub termicznie.

Przedmiotem niniejszego opracowania jest sposób obróbki standardowo polerowanych powierzchni strony krzemowej SiC, prowadzący do poprawy jakości tej powierzchni [7].

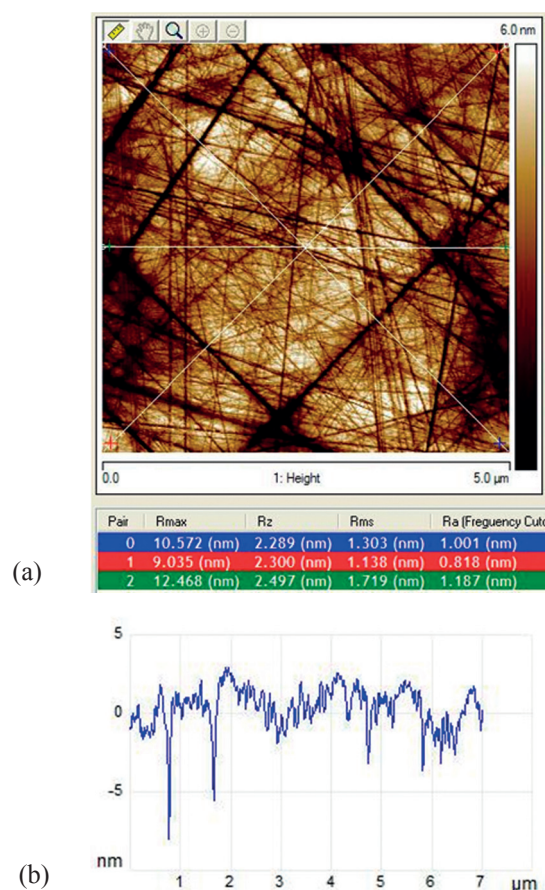
## 2. EKSPERYMENT

Polerowanie powierzchni węgla krzemu (SiC) jest ostatnim etapem obróbki płytek podłożowych i stosowanych jako zarodki do wzrostu nowych kryształów objętościowych. Polerowaniu poddawana jest, w zależności od wymagań, strona krzemowa, strona węglowa lub obie strony płytki SiC. Wyniki zamieszczone w prezentowanej pracy dotyczą polerowania powierzchni krzemowej płytek SiC (polityp 4H i 6H). Standardowy proces polerowania polega na stosowaniu zawiesin diamentowych o różnym stopniu rozdrobnienia diamentu (9,0 μm, 6,0 μm, 1,0 μm). Polerowanie płytek SiC przeprowadzono korzystając z polerki PHOENIX 4000 f-my BU-EHLER.

Kontrola morfologii powierzchni węgla krzemu została przeprowadzona za pomocą mikroskopu sił atomowych – mikroskop z sondą skanującą (*Scanning Probe Microscope*). Pomiar parametrów chropowatości przebiegał za pomocą analizy powierzchni próbki ostrzem (igłą) umieszczonym na dźwigni sondy skanującej. Poprzez oddziaływanie między powierzchnią próbki, a ostrzem następuje analogiczne wychylenie dźwigni, które to jest rejestrowane za pomocą lasera oraz detektora. Detektor dokonuje analizy zmian położenia wiązki lasera w trakcie przemieszczania się sondy na powierzchni próbki. Tak uzyskane wyniki umożliwiają utworzenie komputerowej mapy topograficznej powierzchni analizowanej próbki.

Mikroskop sił atomowych jest wyposażony w dwa tryby skanowania: tryb bezkontaktowy (*Tap-*

*ping Mode AFM*), w którym ostrze oscyluje nad powierzchnią analizowanej próbki, oraz tryb kontaktowy (*Contact Mode AFM*), gdzie ostrze sondy znajduje się w bezpośrednim kontakcie z badaną próbką. W trybie kontaktowym igła znajduje się na dźwigni o niższej stałej sprężystości, niż ta, która umożliwia utrzymanie atomów próbki połączonych ze sobą. Sonda skanująca analizuje powierzchnię próbki poprzez pomiar wychylenia dźwigni analogicznie do zmian topografii na próbce. W trybie bezkontaktowym pomiar topografii powierzchni następuje poprzez analizę amplitudy drgań zależnej bezpośrednio od odległości pomiędzy ostrzem, a próbką. W odległości kilku do kilkudziesięciu nanometrów nad powierzchnią próbki znajduje się oscylująca dźwignia z ostrzem. Dźwignia w trakcie



**Rys. 1.** AFM: a) obraz powierzchni 6H SiC 4° off (0001) po polerowaniu zawiesiną diamentową o uziarnieniu 1,0 μm. Powierzchnia 5 μm x 5 μm; Ra<sub>sr</sub> = 1,002 nm; Rmax<sub>sr</sub> = 10.692 nm, b) przekrój poprzeczny chropowatości powierzchni.

**Fig. 1.** AFM: a) image of the 6H SiC 4° off (0001) surface after diamond slurry (1.0 μm) polishing. Surface area 5 μm x 5 μm; Ra<sub>sr</sub> = 1.002 nm; Rmax<sub>sr</sub> = 10.692 nm, b) surface roughness in cross section.

pomiaru jest przesuwana wzdłuż powierzchni analizowanego obszaru w taki sposób, aby była zachowana stała amplituda drgań. Jakakolwiek zmiana amplitudy drgań dźwigni zostaje odzwierciedlona na komputerowej mapie topograficznej powierzchni analizowanej próbki.

W celu charakteryzacji powierzchni podłoży wykonanych z węgliku krzemu SiC wykorzystano tryb bezkontaktowy z sondą OTESPA (dodatkowo pokrytą warstwą aluminium, co powoduje zwiększenie intensywności odbitego od niej światła lasera, zwiększając przy tym rozdzielczość).

Na Rys. 1 przedstawiono obraz z mikroskopu sił atomowych (AFM) powierzchni 6H SiC 4° off (0001) polerowanej standardowo zawiesiną diamentową o uziarnieniu 1  $\mu\text{m}$ .

Podobny obraz powierzchni rejestrowano dla płytek SiC dostępnych komercyjnie, po standardowym polerowaniu. Powierzchnie o lepszych parametrach gładkości poddawane są dodatkowym działaniom, np. polerowanie submikronowym ziarnem diamentowym (0,25  $\mu\text{m}$  i 0,1  $\mu\text{m}$ ) czy polerowanie chemo-mechaniczne (CMP).

Parametr Rmax określa rozrzut pomiędzy najwyższym i najniższym punktem profilu powierzchni wzdłuż analizowanej linii pomiarowej profilu (AFM).

Dodatkowe polerowanie submikronową zawiesiną diamentową daje gładką powierzchnię, ale nie usuwa podpowierzchniowej warstwy uszkodzonej. Na uzyskanej gładkiej powierzchni ciągle widoczne są mikrorzysy.

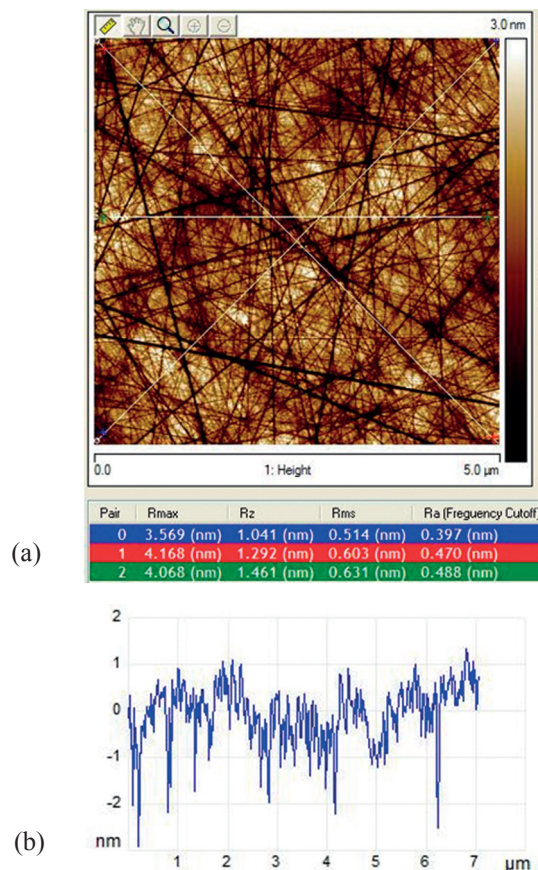
Na Rys. 2 przedstawiono widok z AFM powierzchni 4H SiC 8° off (0001) polerowanej zawiesiną submikronową o uziarnieniu 0,25  $\mu\text{m}$ . Średnia wartość parametru chropowatości  $Ra_{sr}$  powierzchni zmniejszyła się z 1,002 nm do 0,452 nm, odpowiednio dla polerowania zawiesiną diamentową o średnim ziarnie 1.0  $\mu\text{m}$  i zawiesiną o średnim ziarnie 0,25  $\mu\text{m}$ .

Usunięcie podpowierzchniowej warstwy uszkodzonej może być realizowane jedną z kilku metod:

- 1) w procesie trawienia *in situ*, poprzedzającym bezpośrednio wzrost epitaksjalny, przy pomocy bardziej lub mniej agresywnych trawiaczy, takich jak propan, silan lub wodór, lub trawienia termicznego *ex situ*, tzn. wygrzewania płytek SiC w wysokiej temperaturze, w kontrolowanej atmosferze,

- 2) w procesie polerowania elektrochemiczno-mechanicznego (ECMP), z wykorzystaniem anodowego utleniania strony krzemowej płytki SiC,

- 3) w procesie chemicznego utleniania strony krzemowej powierzchni SiC, wykorzystując zmo-



**Rys. 2.** AFM: a) obraz powierzchni 4H SiC 8° off (0001) po polerowaniu zawiesiną diamentową o uziarnieniu 0,25  $\mu\text{m}$ . Powierzchnia 5  $\mu\text{m}$  x 5  $\mu\text{m}$ ;  $Ra_{sr} = 0,452$  nm;  $Rmax_{sr} = 3,935$  nm, b) przekrój poprzeczny chropowatości powierzchni.

**Fig. 2.** AFM: a) image of the 4H SiC 8° off (0001) surface after diamond slurry (0.25  $\mu\text{m}$ ) polishing. Surface area 5  $\mu\text{m}$  x 5  $\mu\text{m}$ ;  $Ra_{sr} = 0.452$  nm;  $Rmax_{sr} = 3.935$  nm, b) surface roughness in cross section.

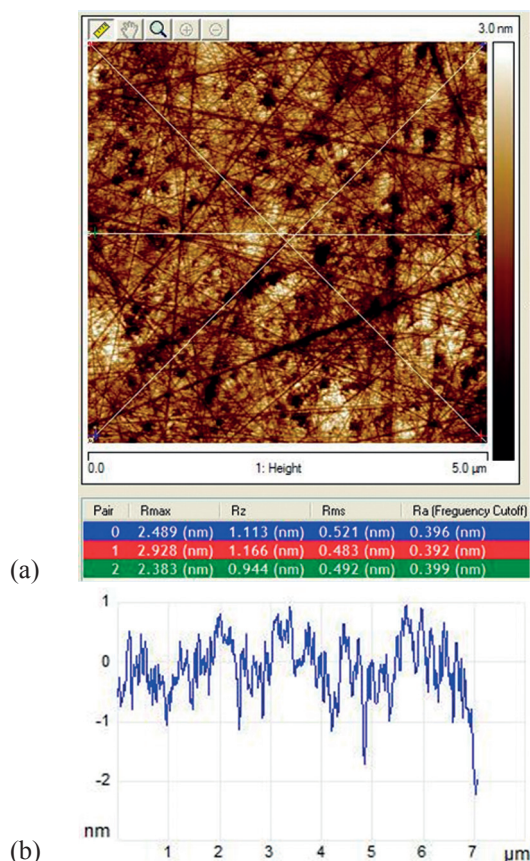
dyfikowany proces Fentona, z udziałem reakcji wolnorodnikowych (rodnik hydroksylowy i siarczanowy).

W pracy badano wpływ dwóch wymienionych metod na poprawę jakości polerowanych płytek SiC – chemicznego utleniania i trawienia termicznego.

Metoda chemicznego utleniania wykorzystuje wolne rodniki hydroksylowe ( $\text{OH}^{\bullet}$ ), generowane w procesie Fentona, w obecności czynnika utleniającego.

Produkt powstały w wyniku reakcji utleniania powierzchni SiC, czyli  $\text{SiO}_2$  usuwa się jednym ze stosowanych sposobów, tzn. przez rozpuszczanie w odpowiednim kwasie lub przez polerowanie.

Na Rys. 3 przedstawiono obraz mikroskopowy (AFM) powierzchni 4H SiC 8° off (0001) polerowanej zawiesiną submikronową o uziarnieniu 0,25  $\mu\text{m}$  a następnie poddanej utlenianiu chemicznemu.

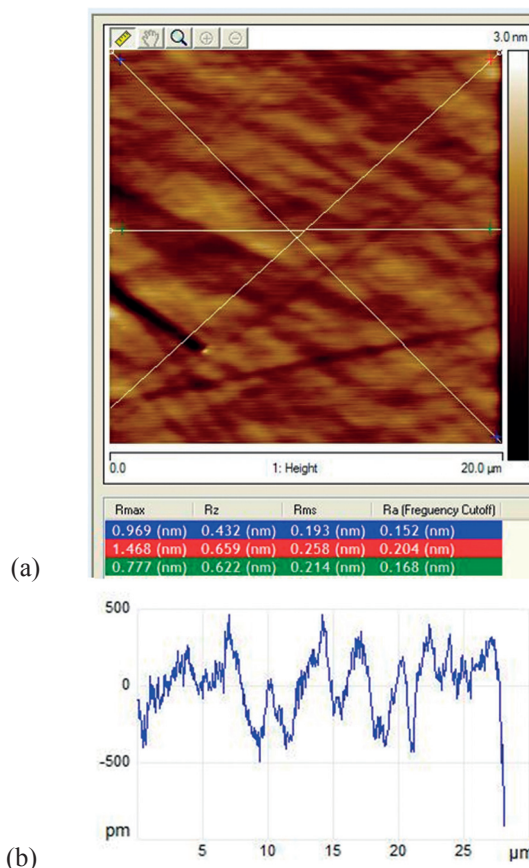


**Rys. 3.** AFM: a) obraz powierzchni 4H SiC 8° off (0001) po polerowaniu zawiesiną diamentową o uziarnieniu 0,25 μm i utlenianiu chemicznym. Powierzchnia 5 μm x 5 μm;  $Ra_{sr} = 0,396$  nm;  $Rmax_{sr} = 2,552$  nm, b) przekrój poprzeczny chropowatości powierzchni.

**Fig. 3.** AFM: a) image of the 4H SiC 8° off (0001) surface after diamond slurry (0.25 μm) polishing and chemical oxidation. Surface area 5 μm x 5 μm;  $Ra_{sr} = 0.396$  nm;  $Rmax_{sr} = 2.552$  nm, b) surface roughness in cross section.

Porównując Rys. 2 i Rys. 3 widać, że na skutek utleniania chemicznego parametr Ra zmniejszył się z wartości  $Ra_{sr} = 0,452$  nm do wartości  $Ra_{sr} = 0,396$  nm. Warstwa uszkodzona nie została całkowicie usunięta, ale została zredukowana. Świadczy o tym również zmniejszenie parametru  $Rmax_{sr}$  z wartości 3,935 nm do wartości 2,552 nm.

Drugą metodą, którą zastosowano w celu poprawy jakości standardowego polerowania powierzchni SiC było trawienie termiczne. Stosując wygrzewanie w dobranych eksperymentalnie warunkach, tzn. w optymalnej temperaturze, utrzymując określony czas przetrzymania w tej temperaturze, jak również odpowiednią atmosferę wygrzewania płytek SiC poddanych wcześniej standardowemu polerowaniu zawiesinami diamentowymi, uzyskano satysfakcjonujące rezultaty gładkości powierzchni. Na Rys. 4 przedstawiono obraz z AFM oraz wyniki pomiaru



**Rys. 4.** AFM: a) obraz powierzchni 4H SiC 8° off (0001) po polerowaniu zawiesiną diamentową o uziarnieniu 0,25 μm i wygrzewaniu w odpowiednich warunkach. Powierzchnia 20 μm x 20 μm;  $Ra_{sr} = 0,175$  nm;  $Rmax_{sr} = 1,071$  nm, b) przekrój poprzeczny chropowatości powierzchni.

**Fig. 4.** AFM: a) 2d image of the 4H SiC 8° off (0001) surface after diamond slurry (0.25 μm) polishing and thermal annealing under adequate conditions. Surface area 5 μm x 5 μm;  $Ra_{sr} = 0.175$  nm;  $Rmax_{sr} = 1.071$  nm, b) surface roughness in cross section.

parametrów chropowatości powierzchni uzyskane po trawieniu termicznym płytki 4H SiC 8° off (0001), którą wcześniej poddano polerowaniu zawiesinami diamentowymi. Uzyskana powierzchnia charakteryzuje się bardzo dobrą gładkością ( $Ra_{sr} = 0,175$  nm) i jest wolna od widocznych zarysowań. Podpowierzchniowa warstwa uszkodzona być może została całkowicie usunięta, a na pewno została znacznie zredukowana. W celu wykonania bardziej dokładnej analizy, w przypadku tak gładkich powierzchni, jak na Rys. 4 zwiększono wielkość skanu wykonanego za pomocą mikroskopu sił atomowych do powierzchni 20 μm x 20 μm.

W ramach pracy badano wpływ udoskonalonych metod przygotowania powierzchni zarodki monokryształów węgla krzemu na jakość strukturalną wzrastających monokryształów SiC.

### 3. BADANIA RENTGENOGRAFICZNE

W celu sprawdzenia jakości i skuteczności przygotowania polerowanej powierzchni płytek SiC poprzez chemiczne utlenianie powierzchni przeprowadzono badania rentgenograficzne za pomocą wysokorozdzielczego dyfraktometru z konwencjonalną lampą rentgenowską - promieniowanie  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\lambda = 0,154 \text{ nm}$ ) zaadaptowanym do wykonywania pomiarów wysokokątowych jak i reflektometrycznych. Ważnym elementem modyfikacji jest wykorzystanie w układzie dyfraktometru liniowego ogniska lampy położonego pionowo. Zastosowany układ zapewnia skuteczną separację charakterystycznej linii  $\text{CuK}_\alpha$  poprzez zastosowanie dwuodbiciowego monochromatora Ge 004 i pozwala na zachowanie stosunkowo dużej intensywności wiązki promieniowania rentgenowskiego.

W przeprowadzonej pracy na ww. dyfraktometrze wykonano badania:

- krzywych odbicia za pomocą wysokokątowej dyfraktometrii wysokorozdzielczej (HRXRD) oraz
- rentgenowskiej reflektometrii zwierciadlanej (XRR).

Ponadto przeprowadzono badania na synchrotronie DORIS III (w Hamburgu).

Wykorzystanie wymienionych metod pozwala na całościowe oszacowanie zarówno jakości strukturalnej monokryształów, jak i morfologii powierzchni monokrystalicznych płytek.

Badania wysokokątowe wykonywano w refleksie 004 dla SiC 4H i w refleksie 006 dla SiC 6H w modzie  $\theta/2\theta$ , w którym próbka i detektor zmieniają podczas przebiegu pozycje w sposób sprzężony.

Badania za pomocą reflektometrii rentgenowskiej polegają na badaniu odbicia promieniowania rentgenowskiego od płaskich i gładkich powierzchni w zakresie kątów poślizgu  $\omega$  bliskich kątowni dla odbicia zupełnego, który jest równy:

$$\theta_c = \sqrt{|\chi_{000}^{\text{Cu}}|} \quad (1)$$

gdzie:  $\chi_{000}$  oznacza polaryzowalność w refleksie zerowym.

Kąt krytyczny  $\theta_c$  jest najmniejszym kątem, przy którym promienie rentgenowskie mogą przenikać do drugiego ośrodka przez granicę ośrodków.

Wartość kąta krytycznego  $\theta_c$  dla większości ciał stałych i promieniowania  $\text{CuK}_\alpha$  wynosi ułamki stopnia, a dla SiC 4H  $\theta_c = 0,26135^\circ$ .

Głębokość wnikania promieniowania rentgenowskiego  $\Lambda$  dla kątów poślizgu  $\theta < \theta_{kr}$  jest niezależna od absorpcji próbki i wynosi:

$$\Lambda_{\min} = \frac{\lambda}{2\pi\sqrt{\chi_{000}}} \quad (2)$$

gdzie:  $\lambda$  - długość fali promieniowania rentgenowskiego. Dla większości materiałów  $\Lambda_{\min} = 40 - 60 \text{ \AA}$ .

Po przekroczeniu wartości kąta krytycznego  $\theta > \theta_{kr}$  głębokość wnikania gwałtownie wzrasta i jest ograniczona przez absorpcję materiału, jednocześnie współczynnik odbicia  $R$  spada proporcjonalnie do  $\theta_1^{-4}$ .

Wpływ szorstkości powierzchni na współczynnik odbicia zwierciadlanego  $R_f$  uwzględnia się stosując współczynnik tłumiący  $\gamma$ , co można zapisać

$$R_f = R_i \gamma(\lambda, \theta_i, \sigma) \quad (3)$$

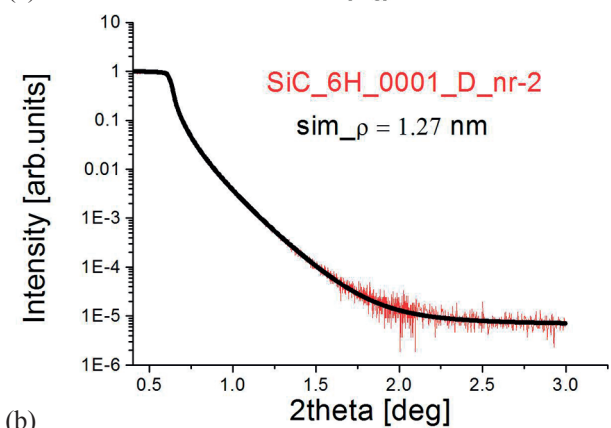
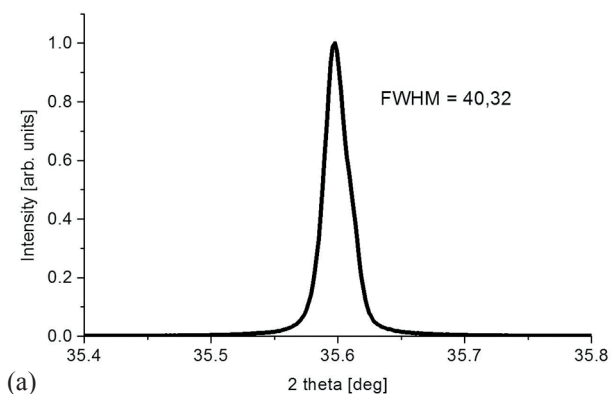
gdzie:  $R_i$  - współczynnik odbicia od powierzchni idealnie gładkiej,  $\lambda$  - długość fali wiązki padającej,  $\theta_i$  - kąt padania wiązki,  $\sigma$  - średnie kwadratowe odchylenie od płaskości powierzchni kryształu

Dla określenia szorstkości powierzchni badanych próbek  $\sigma$  rejestrowano tzw. krzywą reflektometryczną pokazującą zmianę natężenia odbitej zwierciadlanej wiązki promieni X w okolicy kąta krytycznego. Korzystając z programu REFSIM szacowano szorstkość powierzchni próbek  $\sigma$  przez dopasowywanie krzywej teoretycznej do otrzymanej eksperymentalnie. Wymieniony układ pomiarowy pozwala na uzyskanie uśrednionej informacji z obszaru  $14 \times 8 \text{ mm}$ .

W celu zweryfikowania skuteczności niestandardowej metody przygotowania płytek SiC przygotowano dwie, różnie obrabiane płytki 6H SiC (0001), które posłużyły jako zarodki do monokrystalicznego wzrostu kryształu metodą transportu fizycznego z fazy gazowej. Płytki pochodziły z kryształu f-my SiCrystal. Zarówno operacje cięcia kryształu, szlifowania, polerowania płytek, jak i wzrost nowych kryształów wykonano w ITME, w Zakładzie Technologii Monokryształów Tlenkowych (Z-18). Na płytce wypolerowanej standardowo wyhodowano kryształ 6H SiC (0001) oznaczony jako F2 11 05 17, a na płytce poddanej dodatkowo trawieniu chemicznemu uzyskano kryształ o symbolu F2 11 12 05. Kryształy wzrastały w atmosferze argonu z domieszką azotu, w temperaturze  $\sim 2150^\circ\text{C}$

Na Rys. 5 przedstawiono wyniki badań rentgenowskich w postaci krzywych dyfraktometrycznych i reflektometrycznych płytki 6H SiC (0001) stanowiącej zarodek, przygotowanej w sposób standardowy.

Na Rys. 5b czarna krzywa obrazuje teoretyczną krzywą szorstkości, a czerwona krzywą eksperymentalną. Zamieszczone poniżej krzywe wska-



**Rys. 5.** Płytkę 6H SiC (0001) (kryształ SiCrystal) polerowana standardowo zawiesiną diamentową o uziarnieniu 1  $\mu\text{m}$ : a) krzywa dyfraktometryczna, b) krzywa reflektometryczna.

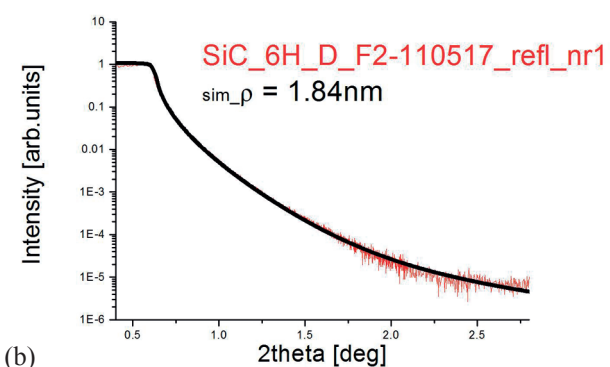
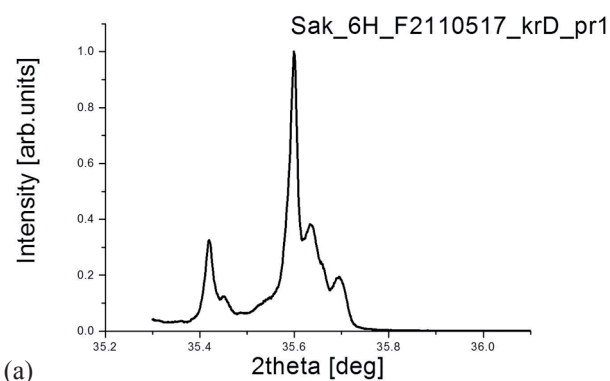
**Fig. 5.** Diffractometric (a) reflectometric, (b) curve of the 6H SiC (0001) crystal manufactured by SiCrystal and polished with 1  $\mu\text{m}$  diamond slurry.

zują, że zarówno jakość krystalograficzna płytki ( $\text{FWHM} = 40,32''$ ), jak i jakość polerowania była dobra ( $\rho = 1,27 \text{ nm}$ ).

Na standardowo przygotowanym zarodku (f-my SiCrystal) przeprowadzono proces wzrostu monokryształu objętościowego (ITME, Z-18), uzyskując kryształ 6H SiC, oznaczony jako F2 11 05 17. Wyniki badań rentgenowskich płytki pochodzącej z tego kryształu przedstawiono na Rys. 6.

Uzyskane dane świadczą o gorszej jakości krystalograficznej otrzymanego kryształu. Przebieg krzywej dyfraktometrycznej wskazuje na politypizm uzyskanego kryształu SiC. Zaobserwowana niejednorodność politypowa niewątpliwie wpływa na jakość polerowania. Stąd szorstkość powierzchni oszacowana z badań reflektometrycznych jest nieco wyższa i wynosi  $\rho = 1,84 \text{ nm}$ .

Kolejną próbą było sprawdzenie wpływu przygotowania płytki przeznaczonej na zarodek na jakość wyhodowanego na tym zarodku kryształu.



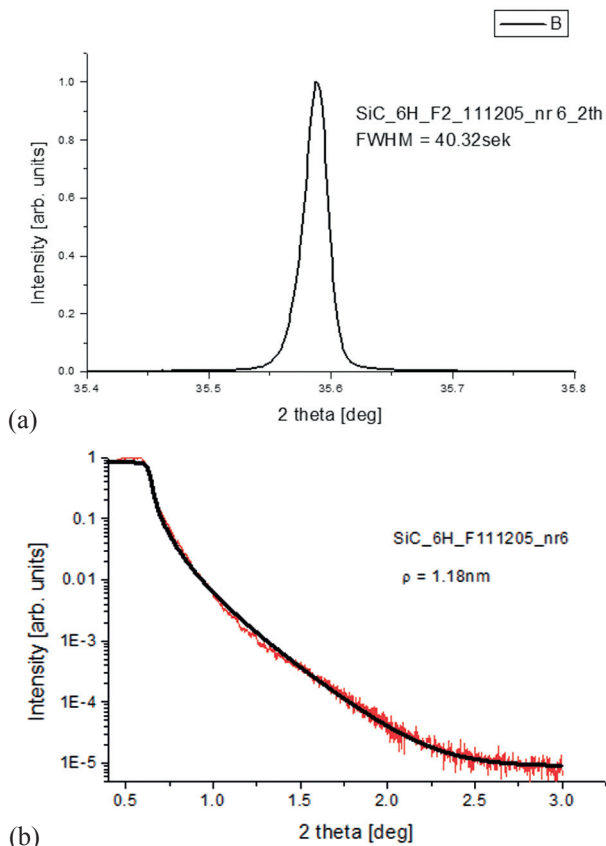
**Rys. 6.** Płytkę 6H SiC (0001) pochodzącą z kryształu ITME F2 11 05 17, wyhodowanego na niemieckim zarodku. Zarodek przygotowano standardowo, tzn. polerowano zawiesiną diamentową 6  $\mu\text{m}$  i 1  $\mu\text{m}$ : a) krzywa dyfraktometryczna, b) krzywa reflektometryczna.

**Fig. 6.** Diffractometric (a) and reflectometric (b) curves of the 6H SiC (0001) ITME F2 11 05 17 crystal grown on the seed cut out of a German crystal and polished following standard procedure, i.e. using 6  $\mu\text{m}$  and 1  $\mu\text{m}$  diamond slurry.

W tym celu płytkę pochodzącą z kryształu 6H SiC (0001) (SiCrystal) przygotowano niestandardowo, tzn. po standardowej obróbce zawiesinami diamentowymi wykonano trawienie chemiczne. Na tak przygotowanej płytce w wyhodowano (w ITME) kryształ 6H SiC (0001), który oznaczono symbolem F2 11 12 05.

Na Rys. 7 przedstawiono wyniki badań rentgenowskich jednej z płytek uzyskanych z kryształu F2 11 12 05. Uzyskane wyniki świadczą o dobrej jakości krystalograficznej wyhodowanego kryształu. Krzywa dyfraktometryczna pokazuje tylko jedno silnie zaznaczone maksimum, odpowiadające odmianie politypowej SiC 6H. Szerokość połówkowa krzywej dyfraktometrycznej  $\text{FWHM}$  wynosi  $40,32''$  i odpowiada wielkościom otrzymywanym dla kryształów f-my SiCrystal i Cree na wyżej opisanym wysokorozdzielczym dyfraktometrze. Oszacowana z krzywej reflektometrycznej szorstkość wypolerowanej

powierzchni wynosi  $\rho = 1,18 \text{ nm}$  i jest najniższa z dotychczas badanych dla płytek krystalograficz-

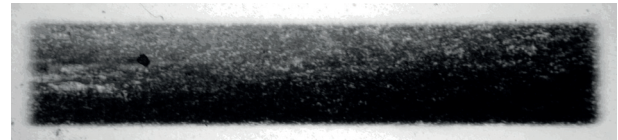


**Rys. 7.** Krzywe: a) dyfraktometryczna i b) reflektometryczna płytki 6H SiC (0001) pochodzącej z kryształu ITME F2 11 12 05, wyhodowanego na niemieckim zarodku. Zarodek przygotowano niestandardowo.

**Fig. 7.** Diffractometric (a) and reflectometric (b) curves of the 6H SiC (0001) ITME F2 11 12 05 crystal grown on a German crystal with the surface prepared in a non standard manner.

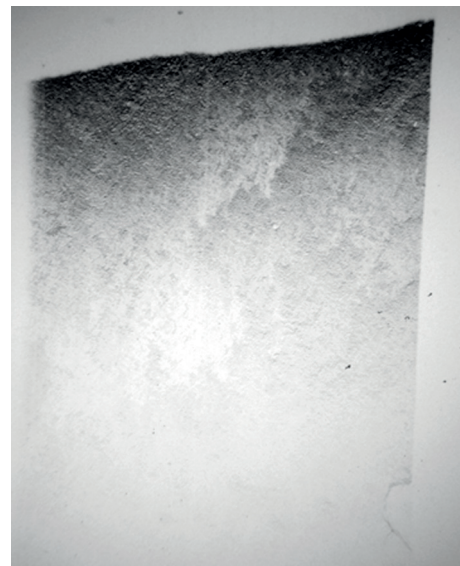
nych SiC 6H za pomocą metody rentgenowskiej reflektometrii.

Przykładowe dyfrakcyjne topogramy synchrotronowe w wiązce monochromatycznej i białej pokazano na Rys. 8-9. Spośród topogramów synchrotronowych w wiązce białej wybrano jeden przykładowy topogram przekrojowy zapewniający najlepszy kontrast na dyslokacjach. Uzyskane topogramy w wiązce monochromatycznej i białej zapewniają częściowe rozdzielanie dyslokacji, których gęstość można na tej podstawie oszacować na  $\sim 2-5 \times 10^4/\text{cm}^2$ . Oprócz dyslokacji w odwzorowywanych polach można zauważyć szereg defektów typu mikrorurek dających rozleglejsze jasne kontrasty otoczone ciemniejszą obwódką. Topogramy nie wykazują obecności struktury mozaikowej ani silnych naprężeń.



**Rys. 8.** Topogram synchrotronowy typu „zebra” (uzyskany z kilku naświetlonych na tym samym filmie ekspozycji dla kilku skokowo zmienianych co  $0,05^\circ$  kątów poślizgu) w refleksie 00·6 dla promieniowania 0,1115 nm (poszczególne prążki zebry się nakładają). Szerokość pozioma odwzorowywanego obszaru wynosi  $\sim 8 \text{ mm}$ .

**Fig. 8.** “Zebra pattern” synchrotron monochromatic beam topograph in the 00·6 reflection for the 0.1115 nm radiation, obtained by exposing a number of topographs for subsequently step-wise altered glancing angles with a step of  $0.05^\circ$  on the same film (the subsequent fringes are overlapping). The width of the reproduced area is close to 8 mm.



**Rys. 9.** Przykładowy topogram przekrojowy, naświetlony wąską poziomą wiązką o szerokości  $5 \mu\text{m}$  w wiązce białej i odwzorowujący defekty z obszaru przecinanego wiązką. Szerokość pozioma odwzorowanego obszaru wynosi 7 mm.

**Fig. 9.** Representative white beam back-reflection section topograph exposed using a beam collimated with a  $5 \mu\text{m}$  slit which reveals the defects from the area intersected by the beam. The width of the reproduced area is close to 7 mm.

#### 4. PODSUMOWANIE

W celu poprawy jakości polerowania strony krzemowej płytek SiC polerowanych uprzednio zawiesinami diamentowymi badano wpływ chemicznego utleniania oraz trawienia termicznego w dobranych warunkach temperatury i atmosfery.

Do chemicznego utleniania zastosowano reakcję Fentona, w wyniku której w obecności środka utleniającego uwalniane są rodniki hydroksylowe ( $\text{OH}^\bullet$ ) biorące udział w procesie utleniania SiC do  $\text{SiO}_2$ .

Stosując proces trawienia termicznego uzyskano gładkość powierzchni na poziomie atomowym oraz niemal całkowitą redukcję przypowierzchniowej warstwy uszkodzonej. Ra mierzone dla obszaru  $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  wynosi:  $Ra_{sr} = 0,175 \text{ nm}$ .

Rentgenowskie badania reflektometryczne potwierdziły korzystny wpływ metody chemicznego utlenienia powierzchni na poprawę jakości polerowanej powierzchni SiC. Świadczy o tym zmniejszający się parametr szorstkości  $\rho$ , który maleje po utlenianiu chemicznym ( $\rho = 1,27 \text{ nm}$  przed do  $\rho = 1,18 \text{ nm}$  po procesie utleniania chemicznego). Weryfikacją korzystnego wpływu chemicznego utlenienia powierzchni SiC było przygotowanie zarodka, na którym wykonano wzrost kryształu SiC. Badania rentgenowskie płytki wyciętej z tego kryształu wykazały dobrą jakość krystalograficzną, nie gorszą niż jakość komercyjnych płytek wielu producentów zagranicznych. Należy brać pod uwagę fakt, że sposób przygotowania i jakość zarodka jest tylko jednym z elementów warunkujących uzyskanie dobrego kryształu. Decydującą rolę odgrywa technologia procesu krystalizacji.

## LITERATURA

- [1] Kikuchi M., Takahashi Y., Suga T., Suzuki S., Bando Y.: Mechanochemical polishing of silicon carbide single crystal with chromium (III) oxide abrasive, *Journal of the American Ceramic Society*, 75, (1992), 189-94
- [2] Zhou L., Audurier V., Piruoz P., Powell J.A.: Chemomechanical polishing of silikon carbide, *Journal of Electrochemical Society*, 144, 6, (1997), L 161-163
- [3] Yagi K., Murata J., Kubota A., Sano Y., Hara H., Arima K., Okamoto T., Mimura H., Yamauchi K.: Defect-free planarization of 4H-SiC (0001) substrate using reference plate, *Japanese Journal of Applied Physics*, 47, 1, (2008), 104-107
- [4] Kubota A., Yoshimura M., Fukuyama S., Iwamoto C., Touge M.: Planarization of C-face 4H-SiC substrate using Fe particles and hydrogen peroxide solution, *Precision Engineering*, 36, (2012), 137-140
- [5] Richtarch C.: Method of preparing a surface of a semiconductor wafer to make it epi-ready, United States Patent: US 7,060, 620, B2, 2006
- [6] Lebedev S.P., Dementev P.A., Lebedev A.A., Petrov V.N., Titkov A.N.: Fabrication and use of atomically smooth steps on 6H-SiC for callibration of z-displacements in scanning probe microscopy, 13th International Conference of Silicon Carbide and Related Materials, Nürnberg, Germany, October 11-16, 2009
- [7] Sakowska H., Mazur K., Wierchowski W., Gała M., Batijewski R., Ostrzyżek P., Zagubieniak W., Manikowski K.: Sprawozdanie ITME, 2011, Poprawa jakości polerowanych płytek SiC metodą chemicznego utleniania i obróbki termicznej. Rentgenograficzne badania reflektometryczne i dyfraktometryczne wpływu udoskonalonych metod przygotowania powierzchni zarodzi na poprawę jakości strukturalnej monokryształów SiC.