

KOH Etching을 통한 4H-SiC Epitaxy 박막에서의 전위결함 거동

신윤지^{1,2}, 김원정¹, 문정현², 방 옥^{2,a}

¹ 창원대학교 물리학과

² 한국전기연구원 에너지반도체센터

Characterization of Dislocations in 4H-SiC Epitaxy Using Molten-KOH Etching

Yun Ji Shin^{1,2}, Won Jeong Kim¹, Jeong Hyun Moon², and Wook Bahng^{2,a}

¹ Department of Physics, Changwon National University, Changwon 641-773

² Korea Electrotechnology Research Institute, Center for Energy Efficient Semiconductors, Changwon 641-120, Korea

(Received August 5, 2011; Revised September 8, 2011; Accepted September 19, 2011)

Abstract: The morphology of etch pits in commercial 4H-SiC epi-wafer were investigated by molten-KOH etching. The etching process was optimized in 525~570°C at 2~10 min and the novel type of etch pits was revealed. This type of etch pits have been considered as TED (threading edge dislocation) II, its origin and nature, however, are not reported yet. In this work, the morphology and evolution of etch pits during epitaxial growth were analyzed and the different behavior between TED and TEDII was discussed.

Keywords: 4H-SiC, Dislocation, KOH etching, Etch pit

1. 서 론

SiC는 우수한 전기적, 기계적 특성 및 화학적 안정성으로 인해 고집적, 고전압, 고속의 차세대 반도체 소자로의 응용연구가 활발하다. 하지만 SiC 내 존재하는 많은 결함, 그중에서도 전위 (dislocation)결함이 소자의 특성 및 신뢰성 저하를 야기하고 있다 [1]. 대표적인 전위결함으로는 MP (micropipe), 칼날 전위 (threading edge dislocation, TED), 나선 전위 (threading screw dislocation, TSD), 기저면 전위 (basal plane dislocation, BPD) 등이 보고되고 있다. 아직까지는 많은 결함들의 정확한 생성 메커니즘이 파악되지 않은 상태이다. 따라서 SiC 내 결함들의 정

확한 파악 및 이를 제어하기 위한 연구가 필수적이다.

전위결함의 분포, 배열과 밀도를 연구하고, 특성을 분석하기 위한 기술은 크게 비파괴분석과 파괴분석으로 나눌 수 있다. 대표적인 비파괴분석법으로 X-선 회절 토포그래피 (x-ray diffraction topography)가 있다 [2]. 이 방법은 $\leq 10^4 \text{ mm}^{-2}$ 의 낮은 전위결함 밀도에도 적용할 수 있어서 유용하지만, 전위결함에 대한 전자의 회절 벡터값(\vec{g})의 미세한 조절이 매우 까다롭다.

파괴분석법은 비파괴분석법과 달리 시편을 특수 처리하여 전위결함을 시각적으로 관찰, 분석할 수 있는 기술이다. 대표적으로 표면법 (surface methods)이 있는데, molten KOH를 이용한 화학적 에칭 (etching) 방법이 가장 일반적이다. 결정에서의 전위결함은 밀이 날카로운 원추형의 특정한 기본형을 가지고, 각

a. Corresponding author; bahng@keri.re.kr

전위결함별 특징에 따라 구체적인 형태나 크기가 달라진다 [3].

본 연구에서는 표면법을 통하여 SiC epiwafer의 전위결함을 관찰하였다. 각 전위결함을 명확히 판별하기 위한 에칭 조건 확립한 후, epitaxy layer에서 전위의 거동을 관찰하였다. 새로운 거동 및 특성을 보이는 새로운 TED (이하 TEDⅡ)에 대해서도 고찰하였다.

2. 실험 방법

실험에 이용한 샘플은 $[11\bar{2}0]$ 방향으로 8° 기운 off-axis 상용 4H-SiC epitaxy wafer로써, 4.273 mm^2 의 영역을 지정하고 molten KOH를 이용한 에칭 실험을 실시하였다. 도가니는 Al_2O_3 로 제작하였고, 실험은 내화벽돌로 이루어진 소형 chamber 안에서 이루어졌다.

실험은 크게 두 단계를 거쳐 진행되었다. 첫째, 에치 피트 (etch pit)를 가장 명확히 구별하고 관찰할 수 있는 조건을 찾기 위하여 $525\sim 570^\circ\text{C}$ 에서 2~10분 사이로 수차례 테스트를 거쳤고, 540°C 2 min이 가장 적합한 조건임을 확인하였다. 각 에칭 조건에 따른 에치 피트 형태의 차이점은 그림 1과 같다. 그림 1(a), (b), (d)는 온도와 시간 조건이 맞지 않아서 여러 종류의 전위를 구분하기가 어렵지만, (c)는 적합한 조건에서 에칭이 되어 쉽게 전위를 구별할 수 있다.

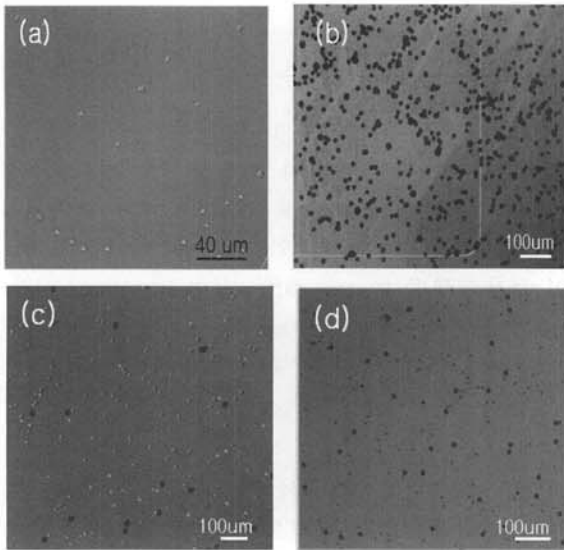


Fig. 1. Shapes of etch pits formed at conditions of (a) 525°C , 10 min, (b) 540°C , 10 min, (c) 540°C , 2 min, (d) 570°C , 3 min.

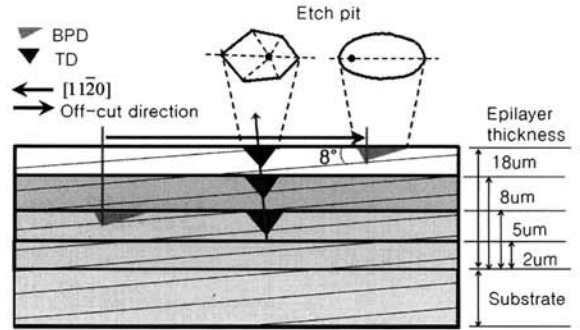


Fig. 2. Schematic diagram of respective KOH etching and polishing process.

둘째, diamond paste를 이용하여 에치 피트가 사라질 때까지 표면을 연마한 후 다시 에칭을 반복하며 전위의 거동을 관찰하였다. 그림 2에서 보듯이 에피층 두께가 $18 \mu\text{m}$ 인 샘플을 세 번에 걸쳐 각 $10 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$ 가량 polishing하며 3번에 걸쳐 두께가 다른 에피층의 표면을 관찰하였다.

에치 피트의 기본적인 형상과 거동은 광학 현미경 (normal-ski optical microscopy, NOM)을 통해 관찰하였고, 보다 정밀한 morphology를 관찰하고자 SEM (scanning electron microscopy)와 AFM (atomic force microscopy) 측정을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 BPD의 거동

BPD는 off-axis 기판 상에 성장시킨 에피층에서 주로 발견되는 결함으로, 소자의 신뢰성을 저하시키는 적층결함 (stacking fault)를 유발시켜 killer defect로 주목받고 있다. BPD는 $[0001]$ 기저면에 line vector(\vec{l})와 burgers vector(\vec{b})가 존재한다. 그래서 다른 전위에 비해 SiC 기판에서 에피층 표면에 이르는 동안 이동거리가 가장 길다. 그림 2에 보이는 붉은 화살표는 TD (threading dislocation)과 BPD의 이동방향 및 거리를 개략적으로 보여주고 있다. epitaxy 성장 과정에서 step flow의 영향으로 직선이 아닌 곡선으로 이동하지만, 최종적으로 표면에 도달하면 대부분 step flow 방향인 $[11\bar{2}0]$ 로 정렬된다. BPD의 진로는 line vector로 인해 특정 방향으로 길게 늘어진

형상을 통해 미리 짐작할 수 있다.

3.2 BPD와 TED의 상호작용(interaction)

BPD의 거동을 관찰하면서 BPD가 다른 전위와 소멸 혹은 생성, 반발 등의 상호작용이 일어나는 것을 발견하였다. 특히 burgers vector가 같은 기저면에 존재하는 TED를 만났을 때, 50%는 그림 3(a)와 같이 서로 소멸하였는데, 10%의 경우 (b)처럼 아무런 현상도 발생하지 않았다. 그리고 39%는 (c)에 보이듯 같은 지점에서 쌍으로 생성되었다.(표 1) 두 결함이 서로 근접하면 전위 주변에 발생하는 응력장 (stress field)의 영향으로 대부분 에치 피트 형태가 일그러지게 된다. 이러한 상호작용은 BPD와 TED의 burgers vector 방향의 영향을 받는다.

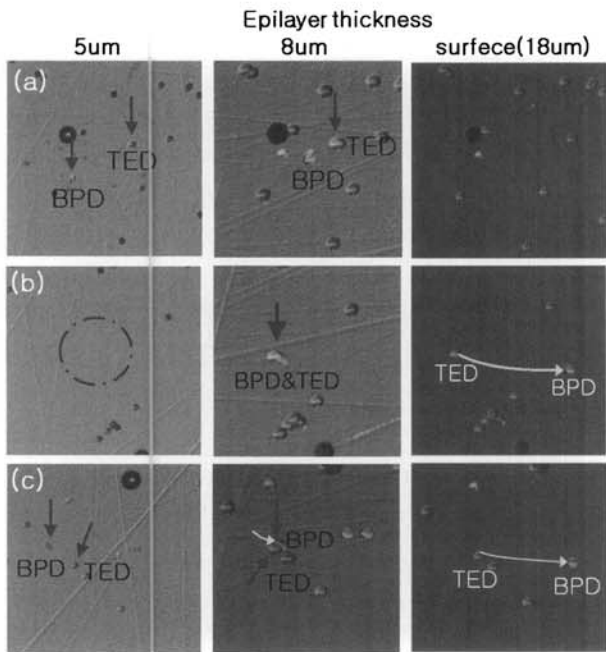


Fig. 3. Interaction between BPDs and TEDs. (a) BPD and TED recombination and vanishing, (b) simultaneous generation of BPD-TED pair, (c) no interaction.

최근에는 BPD의 밀도를 줄이기 위한 연구가 활발히 진행되고 있는데, SiC epitaxy 성장 중 선택적 에칭 후 re-growth 하는 방법을 이용하여 BPD를 TED로 바꾸는 기법이 널리 알려져 있다 [4]. 이것은 앞서 설명한 것처럼 두 결함의 burgers vector가 동일한 면상에 존재하기 때문에 가능한 현상이다.

3.3 새로운 에치 피트 - TEDII

기존의 TED와 형상과 거동이 다른 새로운 에치 피트를 발견하였다. 그림 4에서 보듯이 육각형이 아닌 타원형을 띄고 있었고, 기존의 TED 보다 더 작았다. B. Chen은 EBIC (electron beam induced current)를 이용하여 이것이 기존의 TED보다 contrast가 더 작은 TEDII 전위라고 보고하였다 [5].

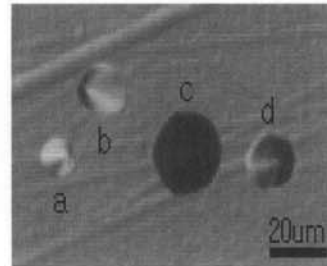


Fig. 4. Typical shapes of (a) TEDII, (b) BPD, (c) TSD, and (d) TED.

본 실험에서 TEDII는 기존의 TED와 달리 BPD와 어떠한 상호작용도 일으키지 않았다. 그리고 BPD와 TED가 보여주던 응력장에 의한 변형도 발생하지 않았다.(그림 5) 표 1은 BPD와 TED가 서로 근접할 때 발생하는 현상과 BPD와 TEDII이 근접할 때 발생하는 현상에 대한 통계치다. BPD와 TED가 상호작용하는 확률은 89.5%였지만, BPD와 TEDII는 아무 반응이 없었다(0%).

추가적으로 TEDII와 다른 전위의 morphology 차이를 정밀하게 파악하기 위해 SEM과 AFM을 측정하였다.(그림 6) AFM 분석을 통해 TSD와 TED, TEDII의 정확한 사이즈를 비교할 수 있었다.(표 2) 측정 결과, TEDII가 TED에 비하여 길이가 4 μm가량 짧고, 깊이도 0.6 μm가량 얇았다. 샘플 전체적으로 그 크기 차이는 비슷하였으며, 오차범위는 0.1~0.5 μm이었다.

Table 1. Probability of interactions between BPD and TEDs.

	BPD and TED	BPD and TEDII
Extinction	43(50%)	-
Generation	34(39.5%)	-
Non-reaction	9(10.5%)	11(100%)

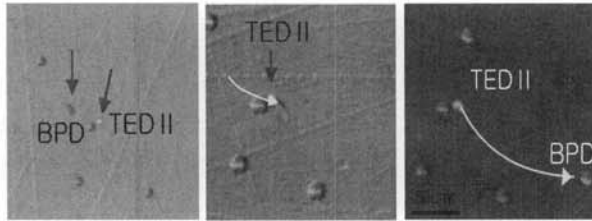


Fig. 5. Optical microscopy images of BPD and TEDII. There is no interaction between BPD and TEDII.

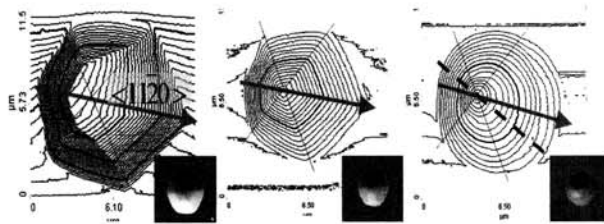


Fig. 6. AFM images of typical dislocations. (a)TSD, (b)TED, and (c)TEDII, respectively. (insets are SEM images).

Table 2. Heights and widths of TEDs.

	Height(μm)	Width(μm)
TED	1.8(± 0.2)	15(± 0.02)
TEDII	1.2(± 0.5)	11(± 0.1)

그림 6의 녹색/붉은색 라인은 육방정계의 여섯 가지 $[11\bar{2}0]$ 등가방향을 나타낸다. 그 중에서 녹색 화살표 방향은 step-flow(혹은 off-axis)방향인 $[11\bar{2}0]$ 이다. 에치 피트 형상은 burgers vector의 방향과 무관하게 line vector의 방향에만 의존한다. TSD와 TED는 burgers vector가 존재하는 면상은 다르지만 line vector의 방향은 동일한 $[0001]$ 방향이므로, 형태가 비슷하다. 반면, TEDII는 보라색 점선으로 표시한 바와 같이 line vector의 방향이 $[11\bar{2}0]$ 에서 약 30° 벗어났음을 확인하였다.

3.4 line vector and burgers vector of TEDII

에치 피트의 크기는 burgers vector 크기에 영향을

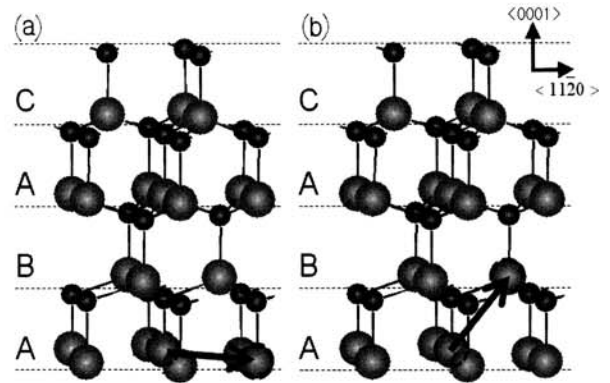


Fig. 7. 3-Dimensional model of 4H-SiC. Red arrows show smallest burgers vector on (a) the basal plane and on (b) the $(11\bar{2}0)$ plane.

받는다. SiC 결정에서 전위가 가질 수 있는 burgers vector의 최솟값은 TED의 그것에 해당하는 0.251 nm 이고, 방향은 $a/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 이다. TED와 BPD의 burgers vector는 동일하게 기저면인 $\{0001\}$ 에 존재한다. TED의 burgers vector가 SiC 결정에서의 최솟값이다. 따라서 TED 보다 에치 피트 사이즈가 더 작은 것은 성립되지 않으므로, TEDII의 line vector와 burgers vector가 이루는 각도나 방향이 기존의 TED와 다를 것으로 고려하였다. 더불어 기존의 TED와 달리 BPD와 상호작용 하지 않는 것으로 보아 burgers vector가 $\{0001\}$ 가 아닌 다른 면상에 존재할 것으로 추정하였다. 이것은 Kallinger의 SXRT (synchrotron x-ray topography) 실험으로도 증명된 바 있다 [3].

Kallinger는 TEDII를 g vector = $0001, 10\bar{1}9, 2\bar{1}116$ 에 대해 각각 측정하였고, 그 결과 TEDII의 burgers vector가 $\{0001\}$ 면에 존재하지 않는 것을 확인하였다.

결정학적으로 전위의 이동은 슬립(slip)을 일으킨다. 슬립면은 보통 원자 밀도가 가장 높은 '주면'이고, 슬립방향은 조밀충진 방향이다. 육방정계의 첫 번째 조밀면은 기저면 $\{0001\}$ 이 되고, 두 번째 조밀면은 1주면에 해당하는 $\{1\bar{1}00\}$, 그 다음은 2주면 $\{11\bar{2}0\}$, 그 다음은 3주면 $\{10\bar{1}1\}$ 이다 [6].

그림 7은 4H-SiC의 격자구조를 도식화시킨 것이다 [7]. 그림 7(a)는 burgers vector가 $\langle 0001 \rangle$ 방향으로 이동할 수 있는 기본적인 최단 경로를 표시한 것이고, 그림 7(b)의 붉은 화살표는 우리가 A-site (기저

면)에서 B-site로 burgers vector가 이동할 때 가능할 것으로 예측한 최단 경로를 표시한 것이다. A-site에서 B-site로 이동하는 vector를 계산하면 $[40\bar{4}1]$ 이 되고, 이 vector는 2주면인 $(\bar{1}2\bar{1}0)$ 면과 cubic-system의 $\{100\}$ 에 해당하는 $(\bar{3}038)$ 면에 놓인다 [8]. TED II는 기저면과 54.7° 의 각을 갖는 $[40\bar{4}1]$ burgers vector를 가진 새로운 edge dislocation으로 고려된다.

4. 결 론

4H-SiC epiwafer의 에치 피트의 특성 및 거동을 파악하기 위해, molten KOH를 이용한 에칭과 diamond paste를 이용한 표면 연마 과정을 반복하며 에치 피트의 거동의 분석하였다. 기존의 TED는 BPD와 90% 상호 작용하였다. 기존의 TED와 형태와 거동이 다른 TED II를 발견하였는데, BPD와 상호작용을 하지 않았다. TED II는 기존의 TED보다 약 4 μm 더 작고, 깊이가 약 0.6 μm 정도 얕으며, 타원형을 띄고 있었다. 최소의 burgers vector를 가질 수 있는 방향을 추정된 결과, 기존의 TED와 달리 $\langle 0001 \rangle$ 가 아닌 $\langle 30\bar{3}8 \rangle$ 면상에 있을 것으로 추정된다.

향후 TEM (transmission electron microscopy)과 SXRT를 통하여 이에 대한 정밀 분석을 진행할 예정이다.

감사의 글

본 실험은 지식경제 기술혁신사업(WPM사업)으로 수행되고 있는 '초고순도 SiC소재' 개발 사업의 지원으로 수행되었다.

REFERENCES

- [1] H. Lendenmann, F. Dahlquist, N. Johansson, R. Söderholm, P. A. Nilsson, J. P. Bergman, and P. Skytt, *Mater. Sci. Forum*, 353, p. 727 (2000).
- [2] H. Tsuchida, I. Kamata, and M. Nagano, *J. Cryst. Growth*, 306, 254 (2007).
- [3] B. Kallinger, S. Polster, P. Berwian, J. Friedrich, G. Müller, A. N. Danilewsky, A. Wehrhahn, and A. D. Weber, *J. Cryst. Growth*, 312, 21 (2011).
- [4] R. E. Stahlbush, B. L. VanMil, R. L. Myers-Ward, K-K. Lew, D. K. Gaskill, and C. R. Eddy, *J. Appl. Phys. Lett.*, 94, 041916 (2009).
- [5] B. Chen, J. Chen, T. Sekiguchi, A. Kinoshita, H. Matsuhata, H. Yamaguchi, I. Nagai, and H. Okumura. *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.*, 19, 219 (2008).
- [6] D. Hull and D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 5th ed. (Butterworth-Heinemann, USA, 2011) p. 8.
- [7] S. M. Koo, Ph. D. Thesis, p. 6, KTH, Royal Institute of Technology, Kista-Stockholm (2003).
- [8] T. Furusho, R. Kobayashi, T. Nishiguchi, M. Sasaki, K. Hirai, T. Hayashi, H. Kinoshita, and H. Shiomi, *Mater. Sci. Forum*, 527, 35 (2006).