

## A study on the SiC single crystal growth conditions by the resistance heating method

Seung-Min Kang<sup>†</sup>

International Design Convergence Graduate School, Hanseo University, Seosan 31962, Korea

(Received April 6, 2016)

(Revised April 11, 2016)

(Accepted April 13, 2016)

**Abstract** 6H-SiC single crystals were grown by using a resistance heating system. It was recognized that the growth behavior was different according to the different growth temperatures. It was revealed that the temperatures at the source feeding and at the crystal growth position had to be controlled independently. In this report, the effect of growth temperature on the SiC crystal growth was discussed.

**Key words** SiC, Resistance heating, Single crystal, Growth behavior, Growth condition

## 저항가열 방식에 의한 SiC 단결정 성장 조건에 관한 연구

강승민<sup>†</sup>

한서대학교 국제디자인융합전문대학원, 서산, 31962

(2016년 4월 6일 접수)

(2016년 4월 11일 심사완료)

(2016년 4월 13일 게재확정)

**요약** 저항가열 방식으로 제작된 설비를 이용하여 SiC 단결정을 성장하였다. 성장 조건에 따라 결정의 성장 양상이 달랐으며, 원료부의 온도와 결정 성장부의 온도에 따라 각각 온도 설정이 필요함을 알았다. 본 논문에서는 SiC 결정의 성장 온도에 따른 성장 결과에 대하여 고찰해 보았으며, 이에 대한 결과를 보고하고자 한다.

### 1. 서론

SiC 단결정은 높은 밴드갭 에너지(6.2 eV)를 나타내기 때문에 전력용 반도체로서 기존의 Si 반도체를 대체할 수 있는 차세대 반도체 소재로 주목받고 있다. 성장 온도가 비교적 높기 때문에 SiC 단결정 성장에서 열원으로 고주파 유도가열(Radio Frequency Induction Heating) 방식을 채택하고 있다. 그러나, 최근 유도가열 방식으로 성장된 단결정과 저항가열식으로 성장된 단결정의 품질에 대한 비교 고찰을 통하여 저항가열방식의 적용 가능성을 모색해보려는 시도에 대한 필요성이 공식적인 논문의 연구 보고는 없으나, 소수의 연구 개발 필요성을 인식하고 있다[1-3].

본 연구에서는 SiC 단결정을 성장하기 위하여 상하의

2대역 저항가열 방식을 적용한 성장 장비를 개발하고 이를 이용하여 직경 2인치급의 6H-SiC 단결정을 성장한 결과를 보고하고자 한다. 특히, 성장 압력을 낮춤에 따라 결정의 성장온도가 낮은 조건에서 성장하는가에 대한 것을 알아보고자 하였으며, 이러한 성장 공정의 고려는 유사한 성장 공정으로 성장되는 AlN 단결정의 경우에서도 중요하게 고려되어야 하며[4, 5], 이는 결정의 생산 원가에도 영향을 미치는 요인이 되므로 중요한 의미가 있을 것으로 사료된다. 또한, 그래파이트로 사용되는 부자재의 수명 변화는 온도에 매우 영향을 받고 있음은 실험을 통해서 조사되었기 때문에, 이에 대한 대책 마련을 위하여 성장 온도를 낮추는 성장 공정의 설정이 필요하다고 사료된다. 그러나, 성장 온도가 낮아짐에 따라 결정이 성장될 수 있는 온도 조건이 정밀해 져야 하며, 결정의 성장 양상과 거동, 그리고 전위의 형성이 달라지게 된다. 특히 성장 계면의 온도 변화율은 적어져서 결정의 품질 균일성을 향상될 수 있지만, 다결정상이나 2

<sup>†</sup>Corresponding author  
E-mail: smkang@hanseo.ac.kr

차상들의 형성등과 같은 결함이 생성될 수도 있어서, 이에 따른 최적화된 성장 조건의 설정 기술을 연구할 필요성이 있다.

따라서, 본 논문에서는 성장된 결정의 결과 고찰에 있어 성장 결정의 외관과 성장된 결과를 성장 공정과 관련하여 고찰하였다. 고찰의 방법은 단순한 성장 결과에 대한 고찰에 국한되어 있으나, 성장 온도와 성장 압력, 성장 시간등 성장 공정에 따른 결과의 변화가 확실하게 나타나고 있음을 제시할 수 있다는 것에 중요한 의미가 있다고 판단되며, 성장 온도에 대한 결정 성장 결과에 대하여 기술적인 조건에 대한 고찰 결과를 보고하고자 한다.

## 2. 실험

성장에 사용된 합성에 사용된 원료는 연마재로 사용되는 SiC 분말(쇼와덴코사(일본), 순도 95% 이상,  $\alpha$ 상)을 사용하였고, 평균 분말의 입경은 연마재 입도 표기에 따라 약 44  $\mu\text{m}$  정도의 것을 사용하였다. 이 원료를 도가니에 충전하여 충전 원료의 표면의 위치가 증착이 일어나는 상부와 약 70~100 mm 정도의 성장 공간을 설정하여 주었으며, 이는 가열부가 상부와 하부의 2대역으로 구분되어 짐에 따른 성장위치를 고려하여 설정하였다.

본 실험에 사용된 가스는 5 N급 이상의 Ar 가스를 사용하였으며, 압력의 조절을 위하여 20~200 sccm의 양으로 주입하였으며, 성장 압력은 10 torr로 설정하여 성장 실험을 행하였다. 이는 성장 압력에 따라 결정의 성장 온도가 변화하는가에 대한 검증실험이라고도 할 수 있으며 압력 조건을 저압으로 고정하였을 때 성장 온도 범위와 최적 성장 조건을 설정하는 것을 목표로 진행하였다.

가열 및 승온 과정에서 온도 승온 속도는 1000°C까지는 10°C/min로 하고, 성장 온도도달까지는 5°C/min로 승온 공정을 진행하였다. 성장 온도설정은 원료가 위치하는 도가니 하부의 온도는 2200, 2150, 2100°C의 세 경우에서 설정하였고, 이 때 상부의 온도는 1900~2150°C의 범위에서 조절되도록, 상하부의 히터에 대한 가열 온도를 설정하여 결정 성장을 행하였다.

사용된 도가니는 그래파이트 도가니를 사용하였고, 길이는 180 mm, 외경은 약 90 mm였다. 원료의 투입량과 도가니 내에서의 원료의 위치는 매우 중요한 팩터가 되는데, 본 연구에서는 seed 표면과 원료의 상부까지의 거리를 70 mm 정도로 유지하였으며, 이는 가열 히터의 위치가 상부와 하부로 나뉘어져 있기 때문에 이에 맞추어 원료의 위치를 조절하였다.

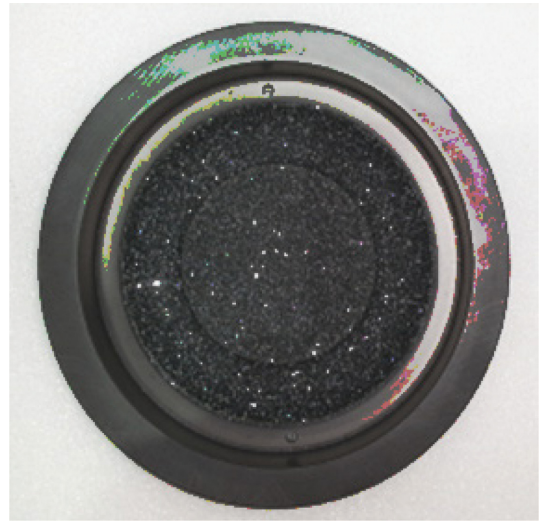


Fig. 1. A photograph of SiC polycrystals grown on the crucible lid without seed at the growth condition of lower temperature of 2100°C and upper one of 1900°C.

## 3. 결과 및 고찰

성장된 SiC 결정의 상은 다결정 상과 단결정 상을 얻을 수 있었으며, 종자결정을 사용하지 않고 성장한 결과와 종자결정을 사용하여 성장한 결과를 고찰하고자 한다.

Fig. 1은 원료부 2100°C, 결정부는 1900°C로 성장된 모습을 나타내었다. 성장 압력은 10 torr, 성장 시간은 20 hrs 동안 성장한 것으로 성장된 두께는 약 0.15 mm, 성장 속도는 약 75  $\mu\text{m/hr}$  정도로 성장된 다결정 상이었다. 입계 성장이 독립적으로 일어나고 있지만, 유사한 성장 방향의 결정립들 간의 상호 병합 성장은 진행되어 있지 않은 상태로 성장이 종료된 것으로 보이며, 이러한 상태로 장시간 성장이 진행될 경우는 각각의 결정이 성장되는 형태로 나타날 것으로 예상되어 진다. 이는 결정이 성장하는 계면에서 원자들이 각자의 위치로의 이동에 필요한 에너지가 다소 낮은 상태에서 성장된 결과라고 판단할 수 있다.

Fig. 2에 상부 온도를 원료부 2200°C, 결정부는 2000°C로 성장된 모습을 보였다. 성장 압력은 10 torr, 성장 시간은 50 hrs 동안 성장한 것으로 성장된 두께는 약 2.07 mm, 성장 속도는 약 40  $\mu\text{m/hr}$  정도로 성장된 다결정 상이었다. Fig. 1의 다결정상과 비교하여 입계 성장이 좀 더 크게 성장된 양상을 보이고 있다.

그러나, 종적 성장 속도가 커서 결정립 개별로 성장되어져 결정립간의 병합 현상이 나타나지 않았다. 또한 원료의 상부에서 임의의 결정이 매우 잘 성장된 모습을 관찰할 수 있었으며, 결과적으로 도가니 내에서 결정이 성장할 수 있는 위치가 상부보다는 원료의 표면 부근에서 설정된 것으로 판단된다. 따라서, 상부의 결정 성장부

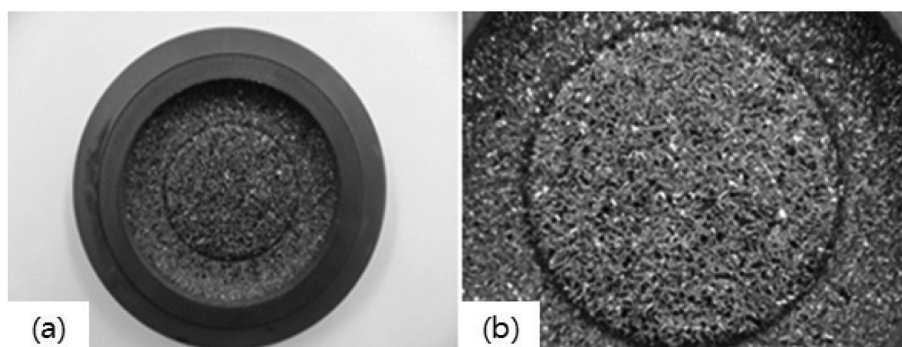


Fig. 2. Photographs of SiC polycrystals grown on the crucible lid without seed at the growth condition of lower temperature of 2200°C and upper one of 2000°C and (b) the central part of it.



Fig. 3. A photograph of SiC crystals grown on the upper part of source materials inside of the crucible.

에서는 다소 느린 속도로 작은 결정립이 성장된 결과라고 사료된다.

Fig. 3에 성장 온도를 올려서 종자 결정을 사용하지 않고 성장된 모습을 나타내었다. 성장된 다결정 상의 성장 조건은 원료부 2200°C, 결정부는 2100°C로 각각 설정하였으며, 성장 압력은 10 torr로 유지하여 50 hrs 동안

성장한 것으로, 성장된 다결정상의 두께는 약 4.13 mm 였다. 성장 속도는 약 80  $\mu\text{m/hr}$ 였다.

성장된 다결정상은 핵생성 이후에 입자 성장이 일어나 결정립의 성장이 진행되어진 양상으로, 결정립간 병합 현상이 일어났음을 알 수 있다.

이러한 성장 조건에서는 종자결정을 사용하였을 때 단 결정상의 결정을 성장할 수 있는 조건이라고 판단할 수 있다.

Fig. 5에 Fig. 4의 조건에서 재현성을 확인하기 위하여 성장 시간을 길게 하여 성장 실험을 수행하였다. 상부 온도를 Fig. 4와 같이 원료부 2200°C, 결정부는 2100°C로 하였고, 성장 압력은 10 torr, 성장 시간은 112 hrs 동안 성장한 것으로 성장된 두께는 약 7.114 mm, 성장 속도는 약 63.5  $\mu\text{m/hr}$  정도로 성장된 다결정 상을 보였다. 결정립의 성장이 균일하게 이루어져 있음을 알 수 있었고, 종자 결정을 이용하여 성장 실험을 시도하였다.

다결정상의 성장을 기초로 하여 직경 2인치의 종자결정을 사용하여 결정성장을 수행하였으며, 종자결정의 부착성을 위해 성장 온도를 낮추어 성장을 수행하였다. Fig. 6에 상부 온도를 원료부 2150°C, 결정부는 2080°C로 성장된 모습을 보였다. 성장 압력은 10 torr, 성장 시간은 Fig. 6과 같이 100 hrs, 성장된 두께는 약 6.149 mm,

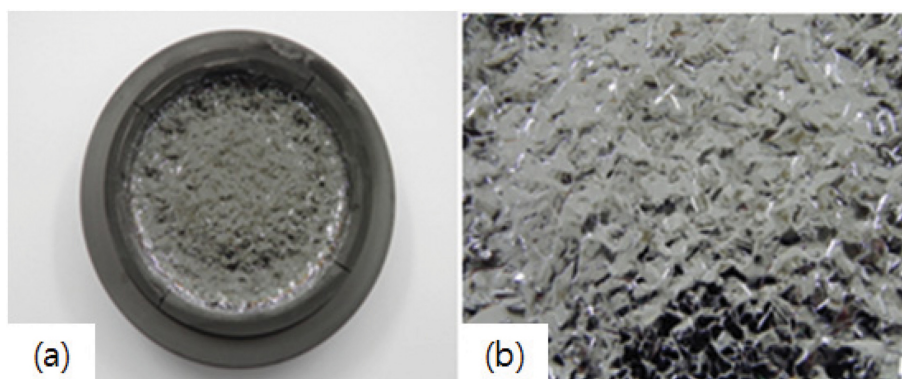


Fig. 4. Photographs of (a) SiC polycrystals grown on the crucible lid without seed at the growth condition of lower temperature of 2200°C and upper one of 2100°C and (b) the central part of it.

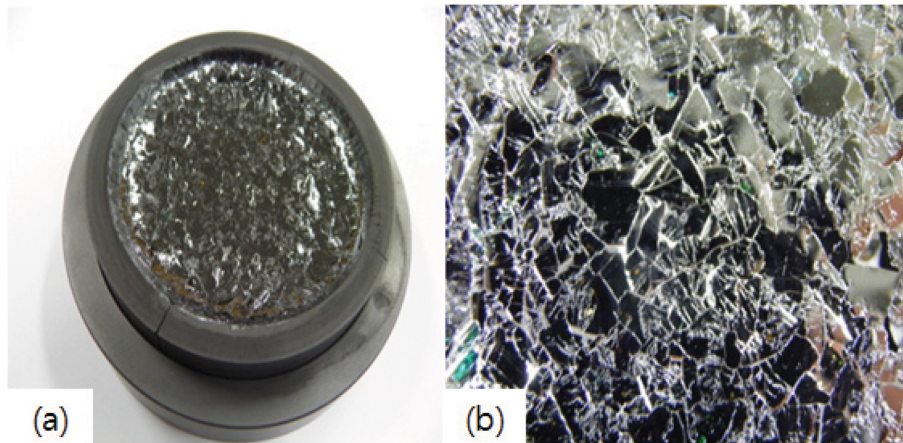


Fig. 5. Photographs of (a) SiC polycrystals grown on the crucible lid without seed at the growth condition of lower temperature of 2200°C and upper one of 2100°C and (b) the central part of it.

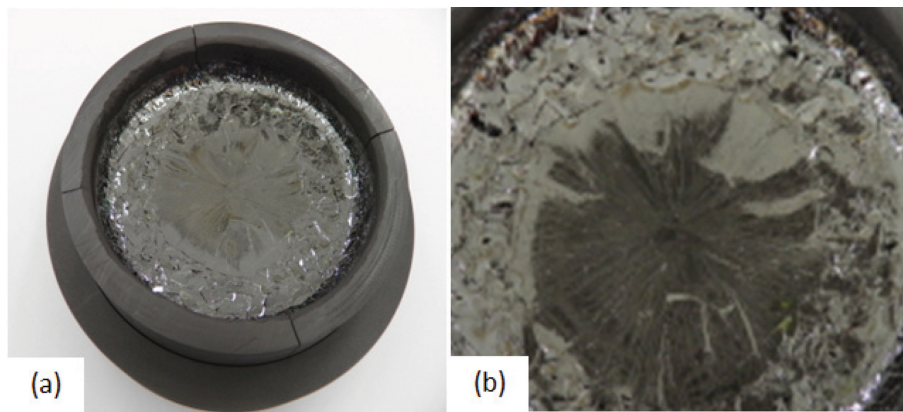


Fig. 6. Photographs of (a) SiC polycrystals grown on the crucible lid without seed at the growth condition of lower temperature of 2150°C and upper one of 2080°C and (b) the central part of it.

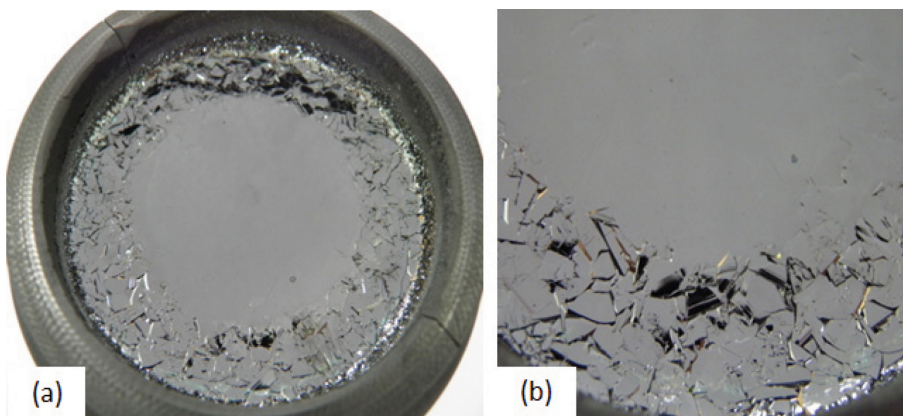


Fig. 7. Photographs of (a) SiC polycrystals grown on the crucible lid without seed at the growth condition of lower temperature of 2100°C and upper one of 2050°C and (b) the peripheral region of it.

성장 속도는 약 61  $\mu\text{m/hr}$  정도의 단결정상을 보였다.

Fig. 7에 성장 온도를 좀더 낮추어 2100°C의 하부 온도, 상부온도는 2050°C, 성장 시간 100 hrs 동안 성장한 결과를 보였다. 종자 결정이 위치한 부분은 단결정 상으

로 성장이 되었고, 성장 길이는 3.61 mm, 성장 속도는 약 36  $\mu\text{m/hr}$  임을 알 수 있었다. 종자 결정이 없는 부분에서 성장된 다결정 상과 일부 배열이 같아지는 부분도 관찰되었다.

#### 4. 결 론

최근 SiC 단결정이 Si를 대체할 수 있는 전력반도체용 웨이퍼 소재로 이용 가능하다는 점에 따라 대형의 고품질 SiC 단결정의 필요성이 크게 증가하고 있는 가운데, 가열 방식의 변화에 대한 연구의 필요성에 따라 저항가열 방식을 적용한 성장 공정을 개발하고자 하였다.

성장 공정의 확립에 있어 성장 결과에 대한 면밀한 분석은 매우 중요한데, 성장된 결과에 대하여 외형의 모폴로지 분석은 매우 중요한 의미를 갖는다.

본 연구에서의 결과로부터 성장 온도가 2100°C 수준까지 하강시킬 수 있음을 알 수 있었으며, 통상의 2300~2400°C 정도의 원료부 가열 공정보다 낮은 온도에서 성장할 수 있음을 알 수 있었다. 본 논문은 단순 모폴로지 분석이었지만, 향후 결정의 결함에 대하여 분석하여 성장 공정에 대한 최적화 가능성을 알아볼 수 있을 것이다.

#### 감사의 글

본 논문은 2014년도 중소기업청 기술혁신개발사업(과제번호: S2163962)의 지원으로 수행된 것입니다.

#### References

- [ 1 ] R. Gerhardt, "Properties and applications of silicon carbide" (InTech, Croatia, 2011) p. 361.
- [ 2 ] S.M. Kang, "Step growth and defects formation on growth interface for SiC sublimation growth", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 9 (1999) 558.
- [ 3 ] S.M. Kang, "The study on the formation of growth steps in the sublimation growth of SiC single crystals", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 11 (2001) 1.
- [ 4 ] G.P. Yin and S.M. Kang, "A study on the dependance of crucible dimension on AlN single crystal growth", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 25 (2015) 1.
- [ 5 ] S.M. Kang, "A study on the crystalline phases of AlN single crystals grown by PVT method", J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol. 24 (2015) 54.