

Doi:10.3969/j.issn.1003-5060.2012.12.000

# EB-PVD 制备硅基 SiC 薄膜及其性能研究

潘训刚, 何晓雄, 胡冰冰, 马志敏

(合肥工业大学 电子科学与应用物理学院, 安徽 合肥 230009)

**摘要:**文章采用电子束蒸发物理气相沉积(EB-PVD)技术在单晶 Si 片上制备 SiC 薄膜,通过台阶仪(surface profiler)、原子力显微镜(AFM)、半导体综合测试仪、X 射线衍射(XRD)和扫描电子显微镜(SEM)对薄膜表面形貌、电学性能及其结构进行分析。结果表明:SiC 薄膜越厚,表面平均粗糙度越低;退火温度越高,薄膜结晶质量越好;对 SiC 薄膜进行辐照的光频率越高,光电流越大。

**关键词:**SiC 薄膜;电子束蒸发物理气相沉积;原子力显微镜;扫描电子显微镜;X 射线衍射

**中图分类号:**TN305.8      **文献标识码:**A      **文章编号:**1003-5060(2012)12-1665-04

## Preparation and properties of SiC film deposited by EB-PVD

PAN Xun-gang, HE Xiao-xiong, HU Bing-bing, MA Zhi-min

(School of Electronic Science and Applied Physics, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

**Abstract:** SiC film was deposited by electron beam-physical vapor deposition(EB-PVD) technology on the Si substrates. The surface morphology, photoelectric properties and structures of the film were analyzed by surface profiler, atomic force microscopy(AFM), current-voltage tester, X-ray diffraction(XRD) and scanning electron microscope(SEM). The results show that the thicker the SiC film, the lower the surface roughness; the crystalline quality of SiC film can be improved with higher annealing temperature; the greater the incident optical frequency, the higher the current.

**Key words:** SiC film; electron beam-physical vapor deposition(EB-PVD); atomic force microscopy(AFM); scanning electron microscope(SEM); X-ray diffraction

SiC 材料硬度高、热膨胀系数小、具有优良的高温热稳定性和热导性,能够很好地抵御高能中子辐射和  $\alpha$  粒子的轰击<sup>[1]</sup>,因此广泛应用于超高温陶瓷涂层、航天器抗热辐射涂层和聚变堆包层结构材料等领域<sup>[2-3]</sup>。EB-PVD 是以电子束为热源的一种蒸发镀膜方法,在真空环境下利用高能量密度的电子束轰击蒸镀材料(金属、陶瓷等)使之熔化、气化、蒸发,在基片上沉积形成薄膜。与传统的薄膜制备技术相比,EB-PVD 技术具有蒸发和沉积速率高,基片与薄膜之间有较强的结合力<sup>[4]</sup>等诸多优点,因此被广泛应用于国防和民用领域<sup>[5]</sup>。

本文采用 EB-PVD 技术,通过改变镀膜时间、退火温度等工艺参数,在单晶 Si(100)基片上制备了 SiC 薄膜,采用 AFM、XRD、台阶仪和半导体特性测试仪对 SiC 薄膜进行表征,研究 EB-PVD 技术制备 SiC 薄膜的工艺参数与薄膜表面平均粗糙度、电导率、结晶质量等性能的关系。

### 1 SiC 薄膜的制备与表征

#### 1.1 SiC 薄膜的制备

实验采用中国科学院沈阳科学仪器公司研制的 DZS-500 电子束沉积系统。选择单晶 Si(100)作为基片,并将其切割成 10 mm×5 mm 的方片。

收稿日期:2012-03-12;修回日期:2012-05-28

基金项目:安徽省自然科学基金资助项目(11040606M63);安徽省高校省级自然科学研究重点资助项目(KJ2009A091;KJ2012A228)

作者简介:潘训刚(1984-),男,安徽巢湖人,合肥工业大学硕士生;

何晓雄(1956-),男,安徽宿松人,合肥工业大学教授,博士生导师。

对基片分别用丙酮、乙醇和去离子水超声清洗 15 min。靶材采用纯度为 98 % 的 SiC 压片。坩埚和基片之间的垂直距离为 500 mm。在 EB-PVD 蒸发沉积过程中, E 型枪所产生的高能电子束流将 SiC 靶材熔化蒸发, 使其沉积到基板的 Si 片上形成薄膜, 如图 1 所示。沉积过程中真空度为  $6.7 \times 10^{-3}$  Pa, 设定沉积速率为 0.6 nm/s, 薄膜沉积时间分别为 40、60 min。电子束流强度 30~60 mA。沉积结束后继续保持高真空状态, 待自然冷却后, 打开真空室取出试样。对制备态试样在  $2.0 \times 10^{-2}$  Pa 真空中进行退火处理, 退火温度分别为 600、900 °C, 退火时间均为 2 h, SiC 薄膜制备工艺参数见表 1 所列。

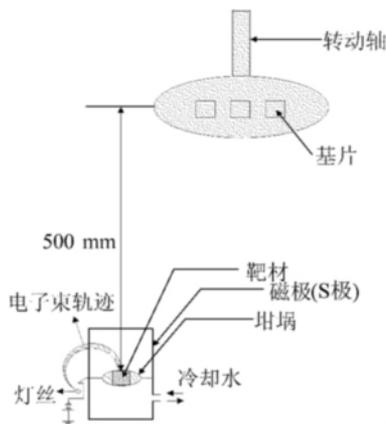


图 1 DZS-500 沉积系统真空室示意图

表 1 在 Si(100) 上制备 SiC 薄膜的工艺参数

样品编号	沉积时间/min	退火温度/°C	退火时间/h
A	60	900	2
B	40	900	2
C	60	600	2
D	40	600	2

1.2 SiC 薄膜结构分析

用 X 射线衍射仪(D/MAX2500V)、原子力显微镜(CSPM4000)、扫描电子显微镜(FEI Sirion200)、台阶仪(Xp-100)对 SiC 薄膜的结构、组织、形貌进行表征和分析, 用半导体特性综合测试仪(Keithley 4200)测量薄膜的 I-V 曲线, 进行电学性能评估。

(1) X 射线衍射分析。图 2 所示为沉积 40 min, 厚度为 1.5 μm 的 SiC 薄膜样品 B 和 D 分别进行 600、900 °C 真空退火后的 XRD 图谱。由图 2 可知, 样品经退火后, 在 34°均出现 SiC(111) 衍射峰。在 900 °C 退火后, SiC(111) 面的衍射峰强度显著增加, 同时在 61°、65°出现了新的 SiC

(110)和(116)衍射峰。

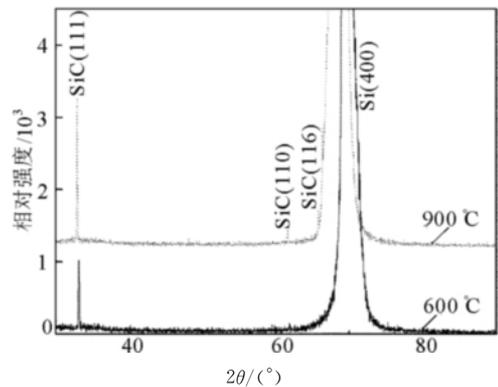


图 2 SiC 薄膜在不同退火温度下的 XRD 曲线

XRD 结果表明随着退火温度的升高, SiC 薄膜的结晶质量变好<sup>[6]</sup>。

(2) SiC 薄膜的 AFM 形貌分析。图 3 所示的 SiC 薄膜的 AFM 扫描面积为 25 μm<sup>2</sup>, SiC 薄膜表面形态光滑致密无空洞。SiC 薄膜样品 A 和 C 的平均粗糙度 S<sub>a</sub> 分别为 1.65、1.73 nm, 样品 B 和 D 的 S<sub>a</sub> 分别为 5.39、7.90 nm。这表明退火温度越高, 薄膜表面越平滑。因为随着退火温度提高, 薄膜的结晶质量提高, 结构致密。在相同退火条件下, 沉积时间越长, 薄膜厚度越厚, SiC 粒径大小趋于均匀化, 使薄膜表面粗糙度降低。

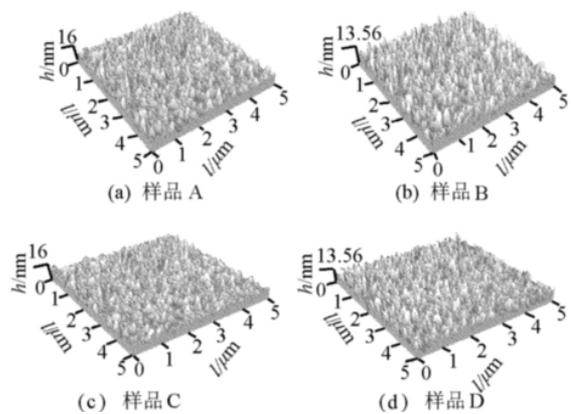


图 3 SiC 薄膜的 AFM 图像

(3) SiC 薄膜的 SEM 形貌分析。图 4 所示为厚度为 1.5 μm 的 SiC 薄膜样品 B 经 900 °C 退火 2 h 后的 SEM 图像。图 4 表明, SiC 薄膜晶粒的晶界清晰, 结晶状态良好, 薄膜表面平整且致密。

(4) SiC 薄膜的膜厚测量。使用台阶仪(Xp-100)测量 SiC 薄膜的厚度。图 5 所示分别为样品 A、B 的膜厚测试曲线, 由图 5 得到样品 A 的膜厚

约为 2.0 μm,样品 B 的膜厚约为 1.5 μm。这表明镀膜时间越长,沉积膜层越厚。

1 mm 2 点所测的 I-V 曲线,图 6b 所示为不同膜厚的样品在真空条件下 900 °C 退火 2 h 后,白光辐照所测的 I-V 曲线。

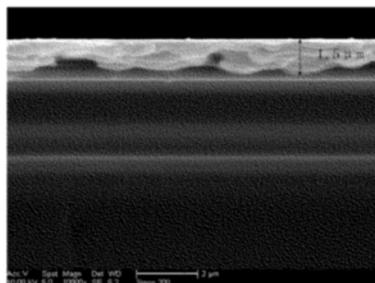
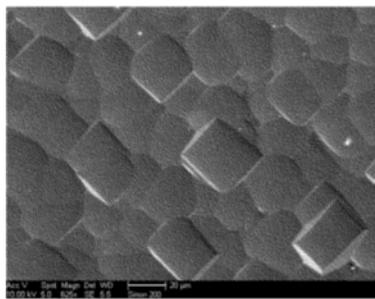


图 4 900 °C 退火温度样品 B 的 SEM 图像

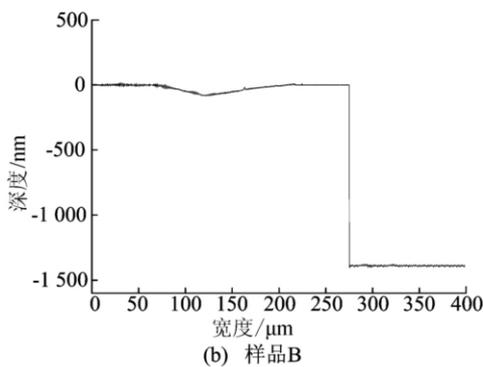
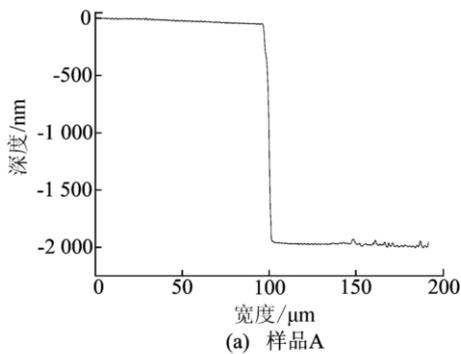


图 5 膜厚测试曲线图

(5) I-V 曲线测试。SiC 薄膜的光电性质由 I-V 曲线表征。图 6a 所示为膜厚 1.5 μm 的样品 B 在真空条件下 900 °C 退火 2 h 后,分别在紫外光、白光辐照和黑室条件下,在 SiC 薄膜上距离

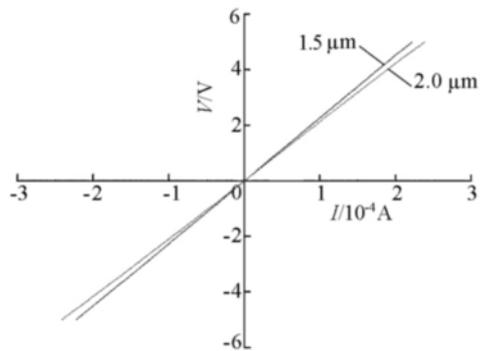
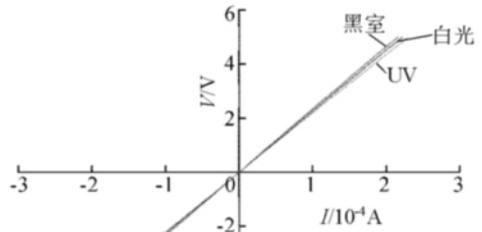


图 6 SiC 薄膜在不同光照条件下的 I-V 曲线图

图 6 表明,经过 900 °C 退火 2 h 膜厚为 1.5 μm 的 SiC 薄膜在 3 种不同辐照条件下,总体的趋势相同,当施加相同电压时,紫外光条件下所测的电流最大,白光次之,黑室电流最小;在相同的退火条件下,不同厚度的 SiC 薄膜,在白光照下,施加相同电压时,膜越厚,电流越大。这是因为当光照射半导体时,若光子的能量等于或大于半导体的禁带宽度时,价带中的电子吸收光子后进入导带,产生电子-空穴对。这种类型的载流子亦称光生载流子。光子的能量与频率有关,当光照射到半导体时,就会产生光电效应。紫外光的频率最大,产生的光电效应最大,而黑室下无入射光,产生的光电效应最小。SiC 薄膜越厚,其含有的载流子数量越多,电流也就越大。

## 2 结 论

采用 EB-PVD 法成功制备出 SiC 薄膜,通过实验和分析得出以下结论:① 经过 40 min 和 60 min 的沉积时间,可在 Si(100) 基片上制备出

厚度分别为 1.5、2.0  $\mu\text{m}$  的 SiC 薄膜;② 在相同膜厚情况下,退火温度越高, SiC 薄膜结晶质量越好,薄膜表面平均粗糙度越低;在相同退火条件下,薄膜越厚,薄膜表面平均粗糙度越低;③ 在 SiC 薄膜上施加相同的电压时,紫外光照射下电流最大,白光次之,黑室电流最小,在相同辐照条件下,薄膜越厚,电流越大。

### [参 考 文 献]

[1] Morkoc H, Strite S, Gao G B, et al. Large-band-gap SiC, III-V nitride, and II-VI ZnSe-based semiconductor device technologies[J]. *Journal of Applied Physics*, 1994, 76(3):

1363—1398.

- [2] 赵 娟,王 贵,刘 朗,等. SiC 涂层对不同碳基体氧化防护行为的研究[J]. *表面技术*, 2007, 36(2): 1—3.
- [3] Yi J, He X D, Sun Y. Characterization of stoichiometric SiC film deposited on a thermally oxidized Si substrate [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, 461: 11—13.
- [4] 滕 敏,孙 跃,赫晓东,等. EB-PVD 及其制备功能涂层的研究进展[J]. *材料工程*, 2007(21): 131—134.
- [5] 王玉霞,何海平,汤洪高. 宽带隙半导体材料 SiC 研究进展及其应用[J]. *硅酸盐学报*, 2002, 30(3): 372—381.
- [6] 都 智,李合琴,聂竹华. SiC 薄膜的退火工艺及其结构和光学性能 [J]. *理化检验: 物理分册*, 2010, 46(12): 753—756.

(责任编辑 闫杏丽)

(上接第 1664 页)

## 4 结 束 语

本文研究了二维弹性导体在电场和应力场耦合作用下的表面稳定性问题,利用摄动分析对表面由扩散导致的失稳模式和失稳波长进行了推导,得出了表面失稳是应变能、表面能和静电能 3 种能量竞争的结果,表面能总是抑制表面失稳,而应变能和静电能促进表面失稳,利用这种物理机制可以调控生成周期性纳米图案,为工程应用提供理论指导和参考。

### [参 考 文 献]

[1] Asaro R J, Tiller W A. Interface morphology development during stress corrosion cracking: part I[J]. *Via surface diffusion Metall Trans*, 1972, 3: 1789—1796.

[2] Srolovitz D J. On the stability of surfaces of stressed solids [J]. *Acta Metall Mater*, 1989, 37: 621—625.

[3] Grinfeld M A. Instability of the separation boundary between a non-hydrostatically stressed elastic body and a melt [J]. *Sov Phys-Dokl*, 1986, 31: 831—834.

[4] Spencer B J, Voorhees P W, Davis S H. Morphological instability in epitaxially strained dislocation-free solid films [J]. *Phys Rev Lett*, 1991, 67: 3696—3699.

- [5] Chiu C H. The self-assembly of uniform heteroepitaxial islands[J]. *Appl Phys Lett*, 1999, 75: 3473—3475.
- [6] Savina T V, Voorhees P W, Davis S H. The effect of surface stress and wetting layers on morphological instability in epitaxially strained films[J]. *J Appl Phys*, 2004, 96: 3127—3133.
- [7] Du D X, Srolovitz D. Electrostatic field-induced surface instability[J]. *Appl Phys Lett*, 2004, 85: 4917—4919.
- [8] Schaffer E, Thurn-Albrecht T, Russell T P, et al. Electrically induced structure formation and pattern transfer[J]. *Nature*, 2000, 403: 874—877.
- [9] Kim D, Lu W. Three-dimensional model of electrostatically induced pattern formation in thin polymer films[J]. *Phys Rev B*, 2006, 73: 035206.
- [10] Chiu C H, Poh C T, Huang Z. Morphological stability of the Stranski-Krastanow systems under an electric field [J]. *Appl Phys Lett*, 2006, 88: 241906.
- [11] Gill V, Guduru P R, Sheldon B W. Electric field induced surface diffusion and micro/nano-scale island growth[J]. *Inter J Solids & Struct*, 2008, 45: 943—958.
- [12] Chou S Y, Zhuang L, Guo L J. Lithographically induced self-construction of polymer microstructures for resistless patterning[J]. *Appl Phys Lett*, 1999, 75: 1004—1006.
- [13] Nichols F A, Mullins W W. Surface-(interface-) and volume-diffusion contributions to morphological changes driven by capillarity[J]. *Trans Metall Soc AIME*, 1965, 233: 1840—1848.

(责任编辑 何晓雄)