

不同退火方式对 Ni/SiC 接触界面性质的影响

卢吴越 张永平 陈之战 程越 谈嘉慧 石旺舟

Effect of different annealing treatment methods on the Ni/SiC contact interface properties

Lu Wu-Yue Zhang Yong-Ping Chen Zhi-Zhan Cheng Yue Tan Jia-Hui Shi Wang-Zhou

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 64, 067303 (2015) DOI: 10.7498/aps.64.067303

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.067303>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2015/V64/I6>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

基底表面纳米织构对非晶四面体碳膜结构和摩擦特性的影响研究

Effect of ion-beam surface modification technology on the variation of surface texture

物理学报.2015, 64(3): 036801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.036801>

纳米 FePt 颗粒: MgO 多层复合薄膜的外延生长、微观结构与磁性研究

Epitaxial growth micro-structure and magnetic studies of FePt nanoparticles: MgO multi-layer composite thin films

物理学报.2014, 63(16): 166801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.166801>

高速率沉积磁控溅射技术制备 Ge 点的退火生长研究

Study on the annealing growth of Ge dots at high deposition rate by using magnetron sputtering technique

物理学报.2014, 63(15): 156802 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.156802>

硅油基底上受限金属薄膜自组装褶皱的原子力显微镜研究

Atomic force microscopy studies on self-organized wrinkles in constrained metallic films deposited on silicone oil substrates

物理学报.2014, 63(11): 116801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.116801>

金属与半导体 Ge 欧姆接触制备、性质及其机理分析

Properties and mechanism analysis of metal/Ge ohmic contact

物理学报.2013, 62(16): 167304 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.167304>

## 不同退火方式对Ni/SiC接触界面性质的影响\*

卢吴越 张永平 陈之战† 程越 谈嘉慧 石旺舟

(上海师范大学, 光电材料与器件实验室, 上海 200234)

(2014年5月17日收到; 2014年12月3日收到修改稿)

采用快速热退火 (rapid thermal annealing, RTA) 法和脉冲激光辐照退火 (laser spark annealing, LSA) 法, 在 n 型 4H-SiC 的 Si 面制备出 Ni 电极欧姆接触. 经传输线法测得 RTA 样品与 LSA 样品的比接触电阻分别为  $5.2 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$ ,  $1.8 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$ . 使用扫描电子显微镜、原子力显微镜、透射电子显微镜、拉曼光谱等表征手段, 比较了两种退火方式对电极表面形貌、电极/衬底截面形貌和元素成分分布、SiC 衬底近表层碳团簇微结构的影响. 结果表明, 相比于 RTA, LSA 法制备出的欧姆接触在电极表面形貌、界面形貌、电极层组分均匀性等方面都具有明显优势, 有望使 LSA 成为一种非常有潜力的制备欧姆接触的退火处理方法.

**关键词:** SiC, 欧姆接触, 快速热退火, 脉冲激光辐照退火**PACS:** 73.40.Cg, 68.55.-a**DOI:** 10.7498/aps.64.067303

## 1 引言

碳化硅 (SiC) 材料的宽禁带、高热导率、高饱和电子漂移速度、高击穿电场等特性决定了其在高温、大功率领域的巨大潜力. 要使得 SiC 材料的潜力得到充分发挥, 需解决的一个关键科学问题是欧姆接触的制备. 当金属材料沉积在 SiC 表面时, 由于接触势垒的存在, 其伏安特性往往表现为整流特性. 为了获得良好的 SiC 欧姆接触, 已进行了大量的研究工作. 目前广泛采用的制备 SiC 欧姆接触的方法是在衬底表面沉积金属电极层后进行高温热退火, 使衬底和沉积层产生化学反应, 以降低接触势垒, 得到欧姆接触. 但该方法仍存在许多不足, 其一便是衬底与电极层间的反应将会对衬底表面产生侵蚀, 影响界面形貌及附近区域内物质分布的均匀性<sup>[1,2]</sup>. Ni 及 Ni 与其他元素的复合体系是制备 SiC 欧姆接触最常用的一类材料, 围绕 Ni/SiC 欧姆接触, 已经有许多报道<sup>[3,4]</sup>.

利用激光与半导体材料相互作用在半导体表面制备欧姆接触在 20 世纪 70 年代已有报道, 当时

主要用于 GaAs, InP 等 III-V 族化合物材料的欧姆接触制备<sup>[5-7]</sup>. 2013 年, Rupp 等<sup>[8]</sup>报道了使用 XeCl 激光从 SiC 晶片背面进行辐照获得欧姆接触的现象, 表明激光辐照技术同样适用于制备 SiC 欧姆接触. 目前, 使用激光辐照退火法制备 SiC 欧姆接触的相关工作鲜有报道. 本文系统研究了快速热退火 (RTA) 和脉冲激光辐照退火 (LSA) 对 Ni/SiC 表面、界面性质的影响, 比较了两种退火方法的优缺点.

## 2 实验

采用氮掺杂 4H-SiC 单晶片为衬底, 衬底片厚度 380  $\mu\text{m}$ , 电阻率 0.015—0.028  $\Omega \cdot \text{cm}$ , 经 RCA 清洗并吹干后待用. 采用线性传输线模型测试比接触电阻, 使用光刻工艺做出测试台面与电极图形. 电极由 7 个 50  $\mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  的长方形并排排列组成, 它们之间的距离分别为 40, 80, 120, 160, 200, 240  $\mu\text{m}$ . 使用 ULVAC ACS-4000-C4 型磁控溅射仪在 SiC 衬底片的 Si 面沉积 Ni 电极, 溅射工艺参数设定为: 氩气分压约 1.0 Pa, 溅射功率 50 W, 衬

\* 国家重点基础研究发展计划 (批准号: 2012CB326402)、上海市教委科研创新项目 (批准号: 13ZZ108) 和上海市科委重点支撑项目 (批准号: 13520502700) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: zzchen@shnu.edu.cn

底温度 200 °C. 经 120 min 溅射后, 使用 BRUKER DektakXT 型台阶仪测得 Ni 膜厚约 100 nm.

将样品分为三组: 第 1 组样品为溅射后不做进一步处理的样品, 记为沉积态 (as-deposited) 样品; 第 2 组样品为脉冲激光辐照退火的样品, 记为 LSA 样品. 本实验所用激光器为 COHERENT COM-Pex Pro 205 F 型 KrF 准分子脉冲激光器, 激光波长 248 nm, 脉宽 2.5 ns, 频率 30 Hz, 以一焦距 1 m 的透镜进行聚焦. 激光辐照退火时, 样品被置于自制的传送装置上, 有电极层的一面垂直朝向激光光束方向, 以约  $0.5 \text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$  的速度水平移动, 经过激光光束焦点处以实现激光辐照退火. 需要注意的是, 为避免衬底的非电极区域被激光照射而变性进而影响后续的电学性能测试的准确性, 以 lift-off 工艺剥离光刻胶来形成电极图形的步骤应放在激光辐照处理之后, 以使得衬底的非电极区域在激光辐照过程中被覆盖其上的光刻胶与 Ni 金属层掩盖, 达到避免 (或减少) 激光照射的目的. 第 3 组样品为快速热退火的样品, 记为 RTA 样品. 本实验中采用的退火炉为北京东星公司生产的 RTP500 型快速退火炉, 退火温度 1050 °C, 退火时间 2 min. 为了避免退火时样品被氧化, 两种退火过程均在氩气保护氛围中进行.

使用 LakeShore 775 HMS Matrix 型霍尔效应测试系统对上述三组样品进行了伏安特性曲线测试. 使用 Hitachi S-4800 型扫描电子显微镜 (SEM)、BRUKER Dimension Edge 型原子力显微镜 (AFM) 对电极表面形貌进行了观察. 使用 FEI Tecnai G2 F20 型透射电子显微镜 (TEM) 对第 2 组、第 3 组样品的电极/衬底截面形貌进行了观察并对其元素组成进行了测试分析. 将第 2 组和第 3 组样品以质量分数 35% 的稀硝酸浸泡 3 h, 再用质量分数 15% 的氢氟酸浸泡 12 h, 以清除电极物质, 随后对电极覆盖下的衬底表面以 HORIBA labRAM HR800 型 Raman 光谱仪进行了 Raman 光谱测试.

### 3 结果与讨论

图 1 是室温下三组样品的伏安特性曲线 (电极间距 200  $\mu\text{m}$ ). 沉积态样品的伏安特性曲线呈整流特性, RTA 样品和 LSA 样品的伏安特性都呈现很好的线性关系, 意味着电极与衬底之间形成了欧姆接触. 计算得到 RTA 样品与 LSA 样品的比接触电

阻分别为  $5.2 \times 10^{-4} \Omega\cdot\text{cm}^2$ ,  $1.8 \times 10^{-4} \Omega\cdot\text{cm}^2$ .

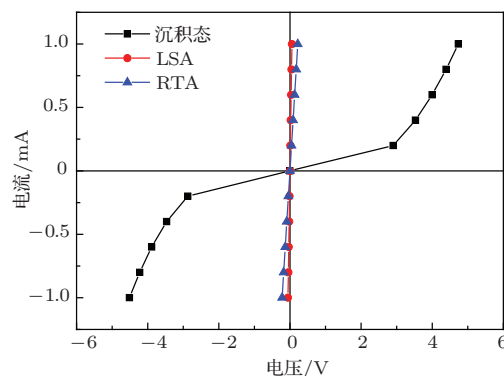


图 1 (网刊彩色) 室温下各样品的伏安特性曲线

图 2 为三种样品电极表面形貌照片. 沉积态样品成膜质量较好, 表面较平整, 表面粗糙度 RMS 值为 8.65 nm; LSA 样品表面粗糙度较沉积态样品有所上升, RMS 值为 17.5 nm; RTA 样品电极表面出现球缩, 形成的颗粒高度达数十至上百纳米, 表面粗糙度 RMS 值为 91.3 nm.

图 3 (a) 为 RTA 样品截面的 TEM 照片. 电极层表面十分粗糙, 电极/衬底界面也被严重侵蚀, 变得凹凸不平. 电极层内出现了大量杂质, 大致分布在距离界面约 20—30 nm 区域内, 电极表面也聚集了一层杂质. 图 3 (b)—(d) 为 RTA 样品截面各元素分布示意图 (由于测试前制样的要求, 电极层表面被覆以一层保护层, 其中包含 C 元素, 所以电极层上方的 C 元素与本分析无关, 下同). 整个电极层内都有 Si 元素分布, 说明 Ni 已完全耗尽, 与 Si 反应生成了 NiSi 化合物, XRD 测试表明, 主要产物为  $\text{Ni}_2\text{Si}$ . 同时, 电极层表面也有一层 Si 元素聚集, 这是反应过程中 Si 元素向 Ni 层持续扩散、积累所致 [9]. 而不与 Ni 反应的 C 元素则大致富集于电极层中距离界面 20—30 nm 区域内.

图 4 (a) 为 LSA 样品截面的 TEM 照片. 电极层表面平整, 电极/衬底界面也十分平整, 在 SiC 衬底靠近电极/衬底界面的区域, 清晰可见一层扩散区, 厚度约 5—10 nm, 说明 Ni 向 SiC 发生了扩散. 此外值得注意的是, 扩散区并未形成连续的薄膜, 而是以直径数十纳米的小块的形式散布在界面处, 这可能是由于 Ni 与 SiC 反应时间过短, 反应程度较低所致. 图 4 (b)—(d) 为 LSA 样品截面的元素分布示意图. 少量 Ni 元素进入了 SiC 衬底内, 分布于距离界面 10 nm 左右深度范围内, 未见 Si, C 元素向上扩散至 Ni 层. 图 4 (e) 为 LSA 样品截面电极/衬底界

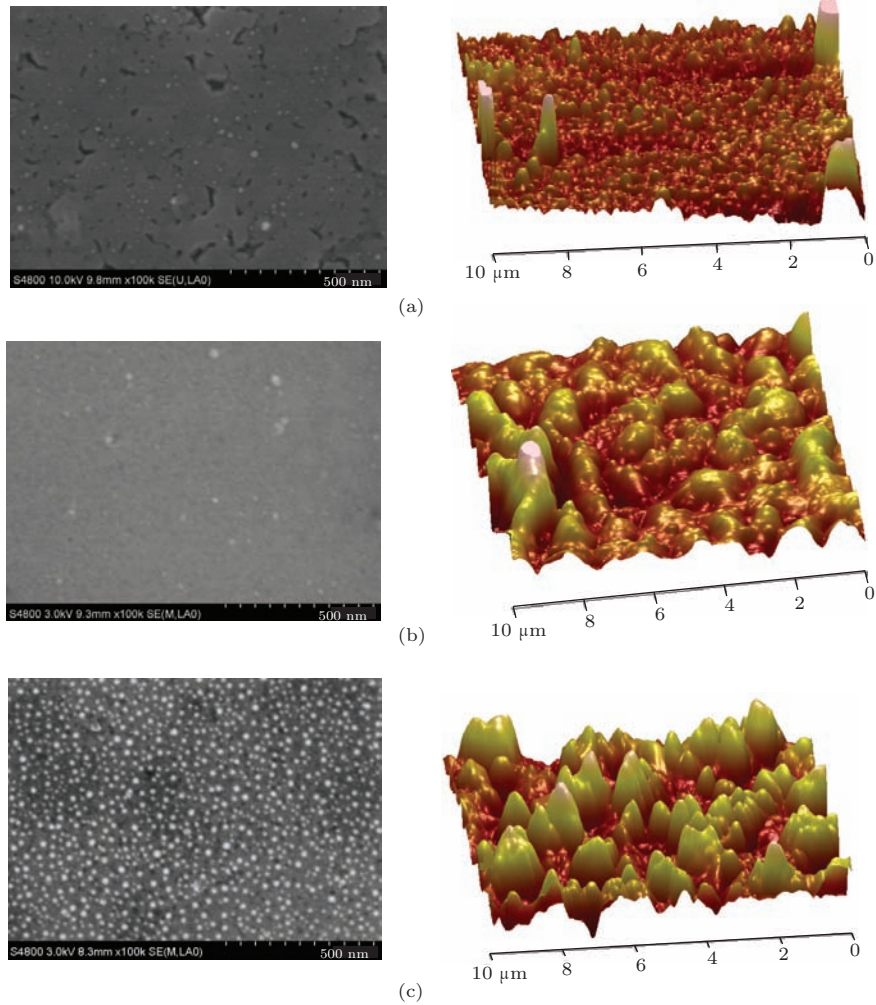


图2 (网刊彩色) 电极表面 SEM(左) 和 AFM(右) 形貌图 (a) 沉积态样品; (b) LSA 样品; (c) RTA 样品

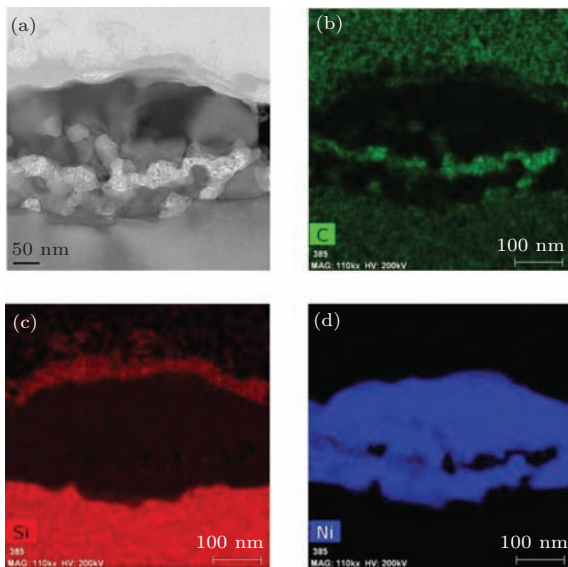


图3 (网刊彩色) (a)RTA 样品截面的 TEM 照片, Ni/SiC 截面 C(b), Si(c), Ni(d) 元素分布图

面附近扩散区内的元素分布曲线. 扫描由电极层中向下进行到 SiC 衬底内, 电极/衬底界面位于 15 nm

位置, 扫描总长度 40 nm. 在 15—25 nm 区间内, 即 SiC 衬底中 10 nm 深度内, C, Si, Ni 三种元素均有分布, 且各元素含量在此区间内较平稳. 这说明在 SiC 衬底中 10 nm 深度内形成了一个三种元素分布均匀的扩散区.

根据比尔-朗伯定律,

$$A = \lg \frac{I_0}{I_t}, \quad (1)$$

其中  $A$  为吸光度,  $I_0$  为入射光强,  $I_t$  为透射光强. 根据测量, 本实验中 Ni 膜对 248 nm 波长紫外光的吸光度为 4.279. 将  $A = 4.279$  代入 (1) 式, 可得

$$\frac{I_t}{I_0} = \frac{1}{10^{4.279}} \approx 0.00526\%. \quad (2)$$

由 (2) 式可见, 激光几乎完全被 Ni 层吸收, 只有极少部分透过 Ni 层到达 SiC 衬底. 即, 该实验中, 被激光加热的部分基本被局限在 Ni 层内. 高温的 Ni 与 SiC 发生反应, 扩散到 SiC 晶体中, 而 SiC 晶体几乎未被加热, 不会发生分解、扩散. 这就可以解释

为什么只观察到Ni向SiC衬底发生了扩散而未发现Si, C向Ni层扩散.

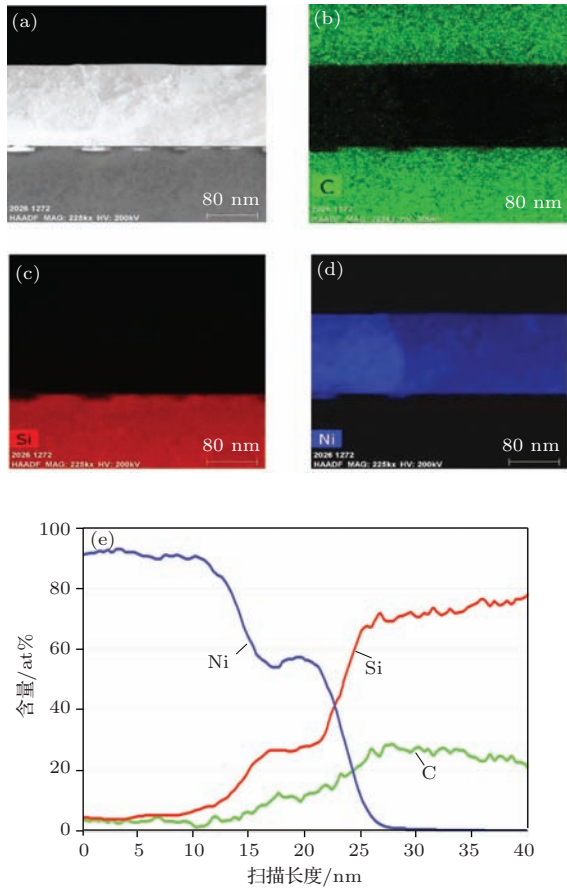


图4 (网刊彩色) (a)LSA样品截面的TEM照片, Ni/SiC截面C(b), Si(c), Ni(d)元素分布图及元素分布曲线(e)

图5为酸洗处理后LSA与RTA样品SiC表面电极区域与非电极区域的Raman光谱. 由图可见, 非电极区域SiC表面的谱线在1525, 1699, 1720  $\text{cm}^{-1}$ 处有几个较强的峰, 另外在1460—1680  $\text{cm}^{-1}$ 区间内还有数个较弱的峰, 是n型4H-SiC的典型二级拉曼峰<sup>[10]</sup>.

RTA样品电极区域SiC表面的谱线除了SiC衬底的峰外, 在1359, 1589, 1631, 2704  $\text{cm}^{-1}$ 出现了四个峰, 分别为D峰、G峰、二级D峰与二级G峰, 意味着样品中石墨多晶(也有可能为石墨烯结构)的存在. C团簇的平均尺寸 $L_a$ 可由下式估算<sup>[11]</sup>:

$$\frac{I(D)}{I(G)} = \frac{C(\lambda)}{L_a}, \quad (3)$$

其中 $I(D)$ 、 $I(G)$ 分别是D峰与G峰的强度.  $C(\lambda)$ 是光源波长的函数, 其值可估算如下<sup>[12]</sup>:

$$C = -12.6 + 0.033\lambda, \quad (4)$$

当 $\lambda = 514 \text{ nm}$ 时,  $C(\lambda) \approx 44 \text{ \AA}$ . 经计算可得 $L_a \approx 40 \text{ \AA}$ .

LSA样品电极区域SiC表面的Raman谱线有别于RTA样品, 并未出现尖锐的D峰与G峰, 而是在相应位置形成了两个很宽的峰包, 是无定形C的典型峰形. 对于无定形C(团簇尺寸小于20  $\text{\AA}$ ), (3)式不再适用, 其团簇尺寸 $L'_a$ 转由下式来计算<sup>[11]</sup>:

$$\frac{I(D)}{I(G)} = C'(\lambda)L'^2_a, \quad (5)$$

其中 $C'(514 \text{ nm}) \approx 0.0055$ <sup>[9]</sup>. 可得 $L'_a \approx 12 \text{ \AA}$ .

由Raman光谱和元素分析发现, RTA过程中游离的C元素充分聚集形成石墨相, 并在一定区域内富集形成富C区分布在电极层中. 而LSA过程中, 反应时间极短, 游离的C元素未能形成较大团簇并进一步富集, 以小尺寸团簇形式散布在SiC衬底近表层. Rupp等<sup>[8]</sup>利用310 nm波长、150 ns脉宽XeCl脉冲激光从背面对Ti/NiSi/SiC接触进行辐照后, 在NiSi/SiC界面处观察到了线度数十纳米的富C区, 与本文结果有所出入. 这种现象的产生, 可能是由于本文中激光脉宽更短(2.5 ns), C团簇来不及充分聚集, 也可能是由于本文中激光是从正面进行辐照, 温升被局限在Ni层内. C团簇充分聚集产生明显富集区所需的时间长度及其与激光能量、辐照方式等之间的关系, 还有待进一步研究.

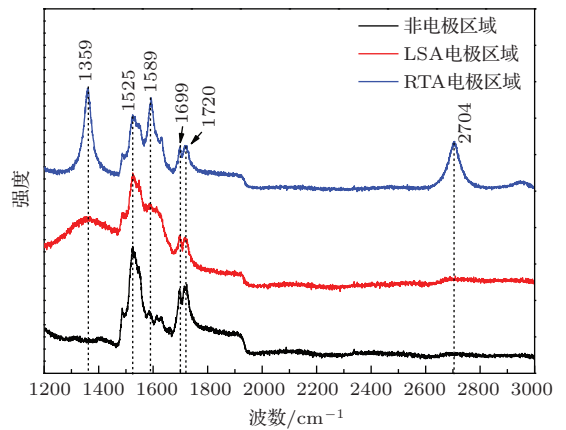


图5 (网刊彩色) 酸洗处理后LSA样品与RTA样品SiC表面电极区域与非电极区域的Raman光谱

## 4 结 论

LSA样品电极/衬底界面十分平整, 少量Ni元素扩散至SiC衬底内, 在距离Ni/SiC界面几纳米到几十纳米深度范围, 形成了一层C, Si, Ni三种元素分布均匀的不连续扩散区, 未见Si, C元素向上

扩散至Ni层; SiC衬底电极区域近表层的C团簇平均尺寸较RTA样品为小, 未形成明显的C富集区. RTA样品电极/衬底界面被严重侵蚀, Si元素扩散至整个电极层并形成Ni的硅化物; 不与Ni反应的C元素形成平均尺寸较大的团簇, 并进一步聚集形成石墨相, 大致呈层状富集在距离电极/衬底界面约20—30 nm区域内.

### 参考文献

- [1] Marinova T, Kakanakova-Georgieva A, Krastev V, Kakanakov R, Neshev M, Kassamakova L, Noblanc O, Arnodo C, Cassette S, Brylinski C, Pecz B, Radnoczi G, Vincze G 1997 *Mater. Sci. Eng. B* **46** 223
- [2] Zhou T Y, Liu X C, Dai C C, Huang W, Zhou S Y, Shi E W 2014 *Mater. Sci. Eng. B* **188** 59
- [3] Huang W, Chen Z Z, Chen B Y, Zhang J Y, Yan C F, Xiao B, Shi E W 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 3443 (in Chinese) [黄维, 陈之战, 陈博源, 张静玉, 严成锋, 肖兵, 施尔畏 2009 物理学报 **58** 3443]
- [4] Huang W, Chen Z Z, Chen Y, Shi E W, Zhang J Y, Liu Q F, Liu Q 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 3466 (in Chinese) [黄维, 陈之战, 陈义, 施尔畏, 张静玉, 刘庆峰, 刘茜 2010 物理学报 **59** 3466]
- [5] Zhu B, Bao X M, Li H S, Pan M H, Mao B H, Sheng Y X 1984 *J. Semi.* **5** 554 (in Chinese) [朱兵, 鲍希茂, 李和生, 潘茂洪, 茅保华, 盛永喜 1984 半导体学报 **5** 554]
- [6] Zhou S C, Wang W Y, Lin C L, Xia G Q 1983 *Acta Electron. Sin.* **1** 104 (in Chinese) [邹世昌, 王渭源, 林成鲁, 夏冠群 1983 电子学报 **1** 104]
- [7] Oraby A H, Murakami K, Yuba Y, Gamo K, Namba S, Masuda Y 1981 *Appl. Phys. Lett.* **38** 562
- [8] Rupp R, Kern R, Gerlach R 2013 *Proceedings of the 25th International Symposium on Power Semiconductor Devices & ICs Kanazawa, Japan, May 26–30, 2013* p51
- [9] Kurimoto E, Harima H, Toda T, Sawada M, Iwami M, Nakashima S 2002 *J. Appl. Phys.* **91** 10215
- [10] Burton J C, Sun L, Long F H, Feng Z C, Ferguson I T 1999 *Phys. Rev. B* **59** 7282
- [11] Ferrari A C, Robertson J 2000 *Phys. Rev. B* **61** 14095
- [12] Matthews M J, Pimenta M A, Dresselhaus G, Dresselhaus M S, Endo M 1999 *Phys. Rev. B* **59** 6585

# Effect of different annealing treatment methods on the Ni/SiC contact interface properties\*

Lu Wu-Yue Zhang Yong-Ping Chen Zhi-Zhan<sup>†</sup> Cheng Yue  
Tan Jia-Hui Shi Wang-Zhou

(Key Laboratory of Optoelectronic Material and Device, Shanghai Normal University, Shanghai 200234, China)

( Received 17 May 2014; revised manuscript received 3 December 2014 )

## Abstract

Nickle ohmic contacts on the Si-face of n-type 4H-SiC are prepared by both rapid thermal annealing (RTA) and laser spark annealing (LSA). The effects of the different annealing procedures on the cathode surface morphology, cathode/substrate cross sectional morphology, element composition, microscopic structure of carbon clusters in the SiC substrate near surface, are characterized by scanning electron microscopy (SEM), atomic force microscope (AFM), transmission electron microscopy (TEM), and Raman spectra, respectively. The tests and analyses show that both thermal treatments can help to form ohmic contacts. The specific contact resistances of RTA sample and LSA sample are measured to be  $5.2 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$  and  $1.8 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}^2$  by transmission line model, respectively. The Ni film of RTA sample shrinks badly thus forms tiny islands on the surface, while the surface of LSA sample remains relatively smooth. The root-mean-square (RMS) values of surface roughness of the Ni films of as-deposited, RTA and LSA samples are 8.65 nm, 91.3 nm and 17.5 nm, respectively. The Ni/SiC interface of RTA sample corrodes badly, and Si can be found in the whole Ni film, indicating an overall consumption of Ni to react with Si forming NiSi compounds; C atoms, which do not react with Ni atoms, cluster to the average size of about 40 Å, and gather approximately as a layer located about 20–30 nm off the Ni/SiC interface. The Ni/SiC interface of LSA sample is relatively smooth, and a small quantity of Ni atoms diffuse into the SiC wafer, forming lots of ternary phase diffusion zones of about tens of nanometers deep into the SiC wafer, in which C, Si, Ni atoms are distributed uniformly; the average size of C clusters is smaller than that in RTA sample and no obvious C enriched zone was found, while neither Si atom nor C atom is found to diffuse into the Ni film.

The ohmic contacts prepared by LSA have obvious advantages compared with those by RTA in many aspects such as cathode surface morphology, interface morphology, uniformity of components in cathode films, etc. All the results mentioned above make LSA a promising method of thermal treatment in preparation of ohmic contacts.

**Keywords:** SiC, Ohmic contact, rapid thermal annealing, laser spark annealing

**PACS:** 73.40.Cg, 68.55.-a

**DOI:** 10.7498/aps.64.067303

\* Project supported by the National Basic Research Program of China (Grant No. 2012CB326402), the Innovation Program of Shanghai Municipal Education Commission, China (Grant No. 13ZZ108), and the Shanghai Science and Technology Commission, China (Grant No. 13520502700).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: [zzchen@shnu.edu.cn](mailto:zzchen@shnu.edu.cn)