

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 634 992**

51 Int. Cl.:

**H01L 21/20** (2006.01)

**C30B 25/10** (2006.01)

**C30B 25/20** (2006.01)

**C30B 29/36** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.03.2014 PCT/US2014/030022**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014 WO14145286**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.03.2014 E 14721146 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.05.2017 EP 2837020**

54 Título: **Método para fabricar un sustrato de SiC con película epitaxial de SiC**

30 Prioridad:

**15.03.2013 US 201361798819 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**02.10.2017**

73 Titular/es:

**DOW CORNING CORPORATION (100.0%)  
2200 West Salzburg Road  
Midland, Michigan 48686-0994, US**

72 Inventor/es:

**LOBODA, MARK, J. y  
ZHANG, JIE**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 634 992 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método para fabricar un sustrato de SiC con película epitaxial de SiC

**Referencia cruzada con aplicaciones relacionadas**

5 Esta solicitud reivindica el beneficio de, y prioridad a, la Solicitud de Patente Provisional de EE.UU. Nº 61/798,819, presentada el 15 de marzo de 2013, titulada "SUSTRATO DE SiC CON PELÍCULA EPITAXIAL DE SiC", la totalidad de cuya descripción se incorpora en la presente memoria por referencia.

**Antecedentes**

## 1. Campo

10 Esta invención hace referencia a la fabricación de sustratos de carburo de silicio y, más concretamente, a sustratos de carburo de silicio que tienen una película epitaxial que ha crecido sobre los mismos.

## 2. Técnica relacionada

15 El carburo de silicio, SiC, es un material semiconductor cristalino, que es reconocido por aquellos familiarizados con la ciencia de los materiales, la electrónica y la física por ser ventajoso para propiedades de banda prohibida ancha y también para propiedades de extrema dureza, elevada conductividad térmica y propiedades químicas inertes. Estas propiedades hacen del SiC un semiconductor muy atractivo para la fabricación de dispositivos semiconductores de potencia, lo que permite una mejora de la densidad de potencia y del rendimiento sobre dispositivos de materiales más comunes como el silicio.

20 Las formas más comunes de SiC consisten en disposiciones de átomos cúbicas o hexagonales. El apilamiento de capas de Si y C puede adoptar muchas formas, conocidas como politipos. El tipo de cristal de carburo de silicio está indicado por un número que denota el número de unidades de repetición en la secuencia de apilamiento, seguido de una letra que representa el formato cristalino. Por ejemplo, el politipo 3C-SiC hace referencia a una unidad de repetición de 3 y una red cúbica (C), mientras que un politipo 4H-SiC hace referencia a una unidad de repetición de 4 y una red hexagonal (H).

25 Los diferentes politipos de carburo de silicio tienen algunas variaciones en las propiedades de los materiales, en particular propiedades eléctricas. El politipo 4H-SiC tiene una banda prohibida relativamente mayor mientras que el 3C-SiC tiene una banda prohibida más pequeña, oscilando en medio las bandas prohibidas de la mayoría de los demás politipos. Para aplicaciones en dispositivos de potencia de alto rendimiento cuando la banda prohibida es mayor, el material tiene más capacidad, en teoría, para ofrecer una alta potencia y un rendimiento de la conductividad térmica relativamente más elevados.

30 Los cristales de SiC no se dan en la naturaleza y por tanto deben ser sintetizados. El crecimiento de los cristales de SiC puede ejecutarse por sublimación/transporte físico en fase vapor o deposición química en fase vapor.

35 Una vez que se producen los cristales de SiC, cada cristal debe cortarse y fabricarse en forma de obleas utilizando métodos planares de fabricación para fabricar dispositivos semiconductores. Debido a que muchos cristales semiconductores (p. ej., silicio, arseniuro de galio) se han desarrollado y comercializado de forma exitosa en forma de productos de obleas, son conocidos los métodos para fabricar obleas a partir de cristales a granel. Un análisis de las aproximaciones comunes a y los requerimientos para la fabricación de obleas y de los métodos estándar de caracterización puede encontrarse en Wolf y Tauber, Silicon Processing for the VLSI Era, Vol. 1 - Process Technology, Capítulo 1 (Lattice Press - 1986). Debido a su dureza, la fabricación de SiC en forma de sustratos de oblea presenta desafíos únicos en comparación con el procesamiento de otros cristales semiconductores habituales, como el silicio o el arseniuro de galio. Las modificaciones deben ser realizadas en las máquinas, y las opciones de materiales abrasivos efectivos van más allá de los materiales de uso común. Las modificaciones realizadas a las técnicas de fabricación de obleas habituales, para adaptar el SiC se mantienen a menudo como información sujeta a derecho de propiedad. Sin embargo, se ha descrito que se puede observar un daño sustancial de la capa subsuperficial en obleas de SiC con pulido espejo, y este puede reducirse o eliminarse utilizando métodos químicos de pulido mecánico mejorados similares a los utilizados en la industria del silicio (Zhou, L., et al., Chemomechanical Polishing of Silicon Carbide, J. Electrochem. Soc., Vol. 144, nº 6, Junio 1997, págs. L 161-L 163).

45 Para construir dispositivos semiconductores en obleas de SiC, deben depositarse películas adicionales de SiC cristalino en las obleas, para crear regiones activas del dispositivo con el valor de conductividad y el tipo de conductor requerido. Esto se realiza habitualmente utilizando métodos de deposición química en fase de vapor (CVD). Se han publicado técnicas para el crecimiento de SiC mediante epitaxia por CVD de grupos en Rusia, Japón y los Estados Unidos desde los años 70. La química más común para el crecimiento de SiC mediante CVD es una mezcla de una fuente de gas que contiene silicio (p. ej., monosilanos o clorosilanos) y una fuente de gas que contiene carbono (p. ej., un hidrocarburo gaseoso). Un elemento clave para el crecimiento de capas epitaxiales de baja concentración de defectos es que la superficie del sustrato se inclina alejándose del eje de simetría del cristal, para permitir que los átomos químicos se unan a la superficie en el orden de apilamiento establecido por el cristal del

sustrato. Cuando la inclinación no es adecuada, el proceso de CVD producirá defectos tridimensionales en la superficie, y tales defectos darán como resultado unos dispositivos semiconductores no operativos. Las imperfecciones de la superficie, tales como fisuras, daño subsuperficial, corrosión, partículas, arañazos o la contaminación interrumpirá la replicación de la estructura cristalina de la oblea por el proceso de CVD (ver, por ejemplo, Powell y Larkin, Phys. Stat. Sol. (b) 202, 529 (1997)). Por lo tanto, es importante que los procesos de pulido y limpieza utilizados para fabricar la oblea minimicen las imperfecciones de la superficie. En presencia de estas imperfecciones de la superficie, pueden generarse diversos defectos en las películas epitaxiales, incluyendo dislocaciones del plano basal e inclusiones cúbicas de SiC (ver por ejemplo, Powell, et. al. Transactions Third International High-Temperature Electronics Conference, Volumen 1, págs. 11-3 - 11-8, Sandia National Laboratories, Albuquerque, NM EE.UU., 9-14 Junio de 1996).

Los métodos de epitaxia de SiC han sido revisados por G. Wagner, D. Schulz, y D. Siche en Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials, 47 (2003) pág. 139-165. Wagner discute que la epitaxia de SiC puede lograr resultados favorables si se realiza en un reactor de pared caliente, donde todas las superficies de la celda de reacción que están expuestas a gases, incluyendo el susceptor que sostiene el sustrato de SiC, se calientan de forma activa. Esto ocurre en contraste con un reactor de pared fría donde únicamente el susceptor que soporta el sustrato de SiC se calienta de forma activa, mientras que las otras superficies se enfrían activamente o se diseñan para no calentarse. Hoy en día existe también el denominado sistema de CVD de pared caliente, que es un punto intermedio del diseño de pared caliente y fría, donde el susceptor de la celda de reacción que soporta el sustrato de SiC se calienta de forma activa, y se permite que las superficies superior y lateral de la celda adyacente a esta superficie calentada, sea calentada de forma indirecta. Los reactores de CVD de pared caliente y sus condiciones de funcionamiento preferidas se conocen a partir de la memoria US2009085044, W02011/142074 y por MYERS R L ET AL: "High epitaxial growth rate of 4H-SiC using horizontal hot-wall CVD", MATERIALS SCIENCE FORUM TRANS TECH PUBLICATIONS SWITZERLAND, vol. 527-529, 2006, págs. 187-190, XP002728678, ISSN: 0255-5476. Han surgido sistemas de CVD de pared caliente capaces de depositar epitaxia de SiC en diversas obleas simultáneamente, para aplicaciones comerciales. Tales sistemas han sido descritos por Burk, Jr. (US 5,954,881), Jurgensen, et. al, (WO 2002018670), y Hecht, et. al (Materials Science Forum Vols. 645-648 (2010) págs. 89-94).

Se conoce que los defectos en el SiC limitan o anulan el funcionamiento de los dispositivos semiconductores formados sobre los defectos. Neudeck y Powell describieron que las dislocaciones helicoidales (o en tornillo) con núcleo hueco, limitan de forma severa el rendimiento del bloqueo de voltaje en diodos de SiC (P. G. Neudeck y J. A. Powell, IEEE Electron Device Letters, vol. 15, nº 2, págs. 63-65, (1994)). Neudeck revisó el impacto de los defectos originados sobre el cristal (oblea) y la epitaxia en dispositivos de potencia en 1994, destacando las limitaciones de la función del dispositivo de potencia debido a dislocaciones helicoidales y defectos morfológicos de la epitaxia (Neudeck, Mat. Sci. Forum, Vols. 338-342, págs. 1161-1166 (2000)). Hull describió un desplazamiento a valores inferiores en la distribución de corriente de fuga de polarización inversa de diodos de alto voltaje, cuando los diodos se fabricaron sobre sustratos con una densidad inferior de dislocación helicoidal (Hull, et. al, Mat. Sci. forum, Vol. 600-603, p. 931-934 (2009)). Lendenmann describió que la degradación del voltaje directo en diodos bipolares estaba ligada a dislocaciones del plano basal en la capa epitaxial, que se originan a partir de las dislocaciones del plano basal en el sustrato (Lendenmann et. al, Mat. Sci. Forum, Vols. 338-342, págs. 1161-1166 (2000)).

### 3. Exposición del problema

Se requieren avances en el sustrato de SiC y la epitaxia para reducir la concentración de defectos que ejercen un impacto en los rendimientos del funcionamiento y la fabricación del dispositivo. Actualmente, los defectos formados en la superficie del sustrato durante la epitaxia de SiC por CVD son los defectos de mayor influencia que tienen un impacto en el funcionamiento y los rendimientos de los dispositivos semiconductores en los sustratos de SiC. En particular, los dispositivos de potencia de SiC que se requieren para manejar grandes corrientes (>50 A) con baja resistencia de conducción se realizan utilizando tamaños de troquel relativamente grandes, mayores de 7 mm por lado. Para lograr un buen rendimiento de fabricación de estos dispositivos, es necesario desarrollar métodos para reducir aún más los defectos originados en la epitaxia por CVD. Las soluciones de estos problemas deben también ser capaces de producir una deposición de películas repetible y consistente que sean suaves/lisas, uniformes en cuanto al grosor y a sus propiedades eléctricas, de manera que estos parámetros sean aún consistentes con altos rendimientos de fabricación del dispositivo.

En sistemas de CVD de SiC de pared caliente y de obleas múltiples, se introduce un gas reactivo en una zona de reacción del grafito en el centro del sistema, el flujo de gas se despliega en dirección radial y paralelo a la superficie del sustrato, y es evacuado finalmente en la periferia de la cámara. El suelo de la zona de reacción, o el susceptor, contiene los sustratos y se calienta de forma activa, convirtiéndolo en el punto más caliente de la zona de reacción. El calentamiento del susceptor puede ser realizado utilizando técnicas de inducción por RF o mediante calentadores resistivos. Las superficies adyacentes son calentadas indirectamente por el susceptor en la parte inferior de la cámara, y están a temperaturas más bajas que la temperatura objetivo del susceptor. Debido a las temperaturas de control requeridas para la epitaxia por CVD de SiC, la celda de reacción está construida a partir de grafito. Previamente a su uso, las partes de la zona de reacción se recubren a menudo con carbono pirolítico o películas de carburo de tantalio que actúan como barreras para la difusión externa de impurezas del grafito. Durante la CVD, depósitos adicionales de SiC crecen rápidamente en las superficies adyacentes a una velocidad más rápida que la superficie del susceptor/sustrato. A menudo, una máscara, tal como unas placas de SiC policristalino, pueden

descansar sobre las regiones no recubiertas del susceptor para enmascarar o proteger áreas del susceptor de depósitos adicionales. Cuando estos depósitos adicionales alcanzan un grosor crítico, esparcirán partículas sobre los sustratos, lo que se traduce en defectos en la película epitaxial que perjudicará el funcionamiento de los dispositivos semiconductores. Además, la formación de depósitos adicionales consume reactantes de gas de proceso que pueden conducir a variaciones entre cada serie en las propiedades de la película, la morfología de la superficie de la película, y particularmente en las propiedades eléctricas.

### Compendio

El siguiente compendio se incluye para proporcionar un entendimiento básico de algunos aspectos y características de la invención. Este compendio no es una visión general exhaustiva de la invención y como tal no pretende identificar en particular elementos clave o críticos de la invención o definir el alcance de la invención, la cual se define únicamente por las reivindicaciones adjuntas. Su único propósito es presentar algunos conceptos de la invención de forma simplificada como un prelude a la descripción más detallada que se presenta más adelante.

Diversas realizaciones descritas proporcionan un control de los defectos originados por la epitaxia del SiC por CVD, rugosidad de la superficie, grosor de la película epitaxial, dopado de la película epitaxial y consistencia de las partidas, utilizando un sistema multi-oblea por CVD.

De acuerdo con un aspecto, un método se describe proporcionando una estrategia de flujo de gas y control de temperatura para asegurar una distribución óptima de reactivos químicos gaseosos en la zona de reacción.

De acuerdo con otra realización, se describe un método que proporciona un tratamiento previo de una celda de reacción no utilizada para recubrirla con una capa de SiC de tal manera que los futuros depósitos adicionales tengan una buena adhesión a las superficies originales de la celda de reacción y eviten una morfología de crecimiento que pueda tener como resultado la separación de los depósitos de las paredes y partículas que caen sobre los sustratos. Este proceso podría repetirse cuando se coloca una celda de reacción nueva o reacondicionada en el sistema de CVD.

En un aspecto, se proporciona en la presente memoria un método de fabricación de una oblea epitaxial de 4H-SiC que comprende una película epitaxial de SiC en un sustrato de 4H-SiC monocristalino, donde el método comprende: cargar el sustrato de 4H-SiC monocristalino en un susceptor en una celda de reacción de un sistema de CVD de pared caliente; calentar el sistema controlando una temperatura del susceptor en la celda de reacción hacia un intervalo de 1500°C a 1620°C; y ejecutar un proceso de fabricación para producir la oblea epitaxial de 4H-SiC, donde el proceso de fabricación comprende suministrar un flujo de gas paralelo a una superficie del sustrato de 4H-SiC monocristalino, de tal manera que la velocidad total del gas se encuentre en un intervalo de 120 a 125 cm/s, y controlar una presión en el interior de la celda de reacción a un intervalo de 100 a 150 mbar, en donde el flujo de gas comprende una mezcla de gas de hidrógeno, gas de silicio, y gas de carbono, para producir la película epitaxial de SiC en el sustrato de 4H-SiC monocristalino.

En una realización de este aspecto, el método además comprende establecer un gradiente de temperatura desde una superficie de la oblea epitaxial hasta una parte superior de la celda de reacción en un intervalo de 25°C/cm a 80°C/cm.

En otra realización de este aspecto, el método comprende además: medir los parámetros de rendimiento de la oblea epitaxial de 4H-SiC; y retirar la celda de reacción utilizada cuando los parámetros de rendimiento medidos de la oblea epitaxial de 4H-SiC se encuentran por debajo de los límites umbral.

En otra realización de este aspecto, la etapa de carga del sustrato de 4H-SiC monocristalino sobre el susceptor en la celda de reacción del sistema de CVD de pared caliente está precedida por el tratamiento previo de la celda de reacción, donde el tratamiento previo comprende: cargar un sustrato de protección sobre el susceptor en la celda de reacción; sellar y evacuar la celda de reacción; purgar la celda de reacción utilizando gases hidrógeno e inerte; cocción de la celda de reacción a una temperatura en el intervalo de 1400°C a 1700°C a la vez que se hace fluir el gas hidrógeno mezclado con del 1% al 10% de gas hidrocarburo; realizar un proceso de deposición CVD para depositar una película de SiC en la pared lateral y la parte superior de la celda de reacción; y retirar el sustrato sacrificable de la celda de reacción.

En otra realización de este aspecto, la etapa de ejecución de un ciclo de fabricación para producir la oblea epitaxial de 4H-SiC comprende: colocar el sustrato de 4H-SiC monocristalino en el susceptor en la celda de reacción del sistema de CVD de pared caliente; evacuar la celda de reacción y a continuación purgar la celda de reacción con argón; terminar el flujo de argón e iniciar el flujo de gas hidrógeno en la celda de reacción; establecer el gradiente de temperatura desde la superficie de la oblea epitaxial hasta la parte superior en el intervalo de 25°C/cm a 80°C/cm; hacer fluir paralelo a la superficie de la oblea epitaxial, una mezcla gaseosa de gases de hidrógeno, silicio y carbono, a una velocidad total del gas de 120 a 250 cm/s; mantener las condiciones del proceso para lograr un depósito total de 3 a 120 μm de película en el sustrato de 4H-SiC monocristalino, para producir la película epitaxial de SiC en el sustrato de 4H-SiC monocristalino; enfriar el sistema a una temperatura menor de 300°C; y retirar el sustrato de 4H-SiC monocristalino.

En otra realización de este aspecto, el método comprende además someter a ensayo el rendimiento del sustrato de 4H-SiC monocristalino.

5 En otra realización de este aspecto, en la etapa de mantenimiento de las condiciones del proceso para lograr el depósito total de 3 a 120  $\mu\text{m}$  de película en el sustrato de 4H-SiC monocristalino para producir la película epitaxial de SiC en el sustrato de 4H-SiC monocristalino, el flujo de gas comprende además gas dopante.

En otra realización de este aspecto, el método comprende además hacer fluir un gas de ataque superficial en la celda de reacción para atacar superficialmente el sustrato de 4H-SiC monocristalino previamente a la etapa de mantener las condiciones del proceso para lograr el depósito total de 3 a 120  $\mu\text{m}$  de película en el sustrato de 4H-SiC monocristalino para producir la película epitaxial de SiC en el sustrato de 4H-SiC monocristalino.

10 En otra realización de este aspecto, el gas ataque superficial comprende un gas halógeno e hidrógeno.

En otra realización de este aspecto, el sustrato de 4H-SiC monocristalino comprende una oblea de 4H-SiC pulida con un diámetro que se encuentra en un intervalo de 100 a 200 mm y que tiene una concentración de nitrógeno de al menos  $1 \times 10^{18} / \text{cm}^3$ .

15 En otra realización de este aspecto, la película epitaxial de SiC se deposita en una superficie de silicio del sustrato de 4H-SiC monocristalino.

En otra realización de este aspecto, la película epitaxial de SiC se deposita en una superficie expuesta de carbono del sustrato de 4H-SiC monocristalino.

20 En otra realización de este aspecto, en la etapa de cargar un sustrato de 4H-SiC monocristalino en un susceptot en una celda de reacción de un sistema CVD de pared caliente, una pluralidad de cinco a doce sustratos de 4H-SiC monocristalinos se colocan en la celda de reacción.

En otra realización de este aspecto, cuando en la etapa de cargar el sustrato de 4H-SiC monocristalino en un susceptot en una celda de reacción de un sistema CVD de pared caliente, una pluralidad de sustratos de 4H-SiC monocristalinos se colocan en el susceptot en la celda de reacción del sistema CVD de pared caliente.

25 En otra realización de este aspecto, la celda de reacción comprende una celda de reacción de grafito, y además comprende el recubrimiento de los componentes de grafito de la celda de reacción con carbono pirolítico o películas de carburo de tantalio antes de ensamblar la celda para su uso en la epitaxia por CVD.

30 En otra realización de este aspecto, un sustrato de 4H-SiC monocristalino con una película epitaxial de SiC es producido por el método, y una variación del grosor total en el interior de la oblea de la película epitaxial de SiC es del 2 al 12%, ambos inclusive; una concentración de dopante en el interior de la oblea de la película epitaxial de SiC es del 5 al 40%, ambos inclusive; una superficie superior de la película epitaxial de SiC tiene un valor RMS de la rugosidad de 0,2 a 1,2 nm; ambos inclusive; y una densidad de los defectos de la superficie en la película epitaxial de SiC es de 0,25 a 2,0/cm<sup>2</sup>, inclusive.

35 En otro aspecto, se proporciona en la presente patente un método para la formación de una oblea epitaxial de 4H-SiC que comprende una película epitaxial de SiC en un sustrato de 4H-SiC monocristalino posicionado en un susceptot en un sistema CVD de pared caliente que tiene una celda de reacción que comprende el susceptot posicionado en una parte inferior, una pared lateral, y una parte superior, en donde el susceptot se calienta de forma activa, y la parte superior y pared lateral no se calientan activamente, sino que se permite que sean calentadas de forma indirecta por el susceptot, donde el método comprende: introducir un conjunto de celda de reacción sin utilizar en un sistema de epitaxia por CVD; un primer proceso para el tratamiento de preparación de la celda de reacción; y un segundo proceso para el crecimiento de películas epitaxiales; en donde el primer proceso para el tratamiento de preparación de la celda de reacción comprende las etapas de: cargar el susceptot con un sustrato sacrificable; sellar y evacuar la celda de reacción; purgar la celda de reacción utilizando gases argón e hidrógeno; cocción de la celda de reacción en una mezcla de gas hidrógeno e hidrocarburo; y realizar un proceso de deposición CVD para depositar una película de SiC sobre la pared lateral y la parte superior de la celda de reacción; y el segundo proceso para el crecimiento de películas epitaxiales comprende las etapas de: dejar enfriar la celda de reacción; colocar el sustrato de 4H-SiC monocristalino en el susceptot; evacuar y a continuación purgar la celda de reacción con gas argón; calentar el susceptot a una temperatura de 1200°C a 1400°C, ambas inclusive; finalizar el flujo de argón e iniciar el flujo de gas hidrógeno en la celda de reacción; hacer fluir, paralela a la superficie de las obleas, una mezcla gaseosa de gases de hidrógeno, silicio y carbono, a una velocidad de gas total de 120 a 250 cm/s; mantener una temperatura del susceptot a 1500°C a 1620°C; y controlar una presión en el interior de la celda de reacción a un valor de 100 a 150 mbar, ambos inclusive, para lograr un depósito total de 3 a 120  $\mu\text{m}$  de película sobre el sustrato.

En una realización de este aspecto, la etapa de cocción de la celda de reacción sin utilizar comprende calentar la celda de reacción a una temperatura de 1400°C a 1700°C y mantener la temperatura durante de 4 a 24 horas.

55 En otra realización de este aspecto, una relación del flujo volumétrico de gases de carbono con respecto a gases de silicio es menor de 1, pero mayor de 0,05.

En otra realización de este aspecto, la temperatura del susceptor, la velocidad total del gas, y el ajuste del regulador de la celda de reacción se controlan para mantener un gradiente de temperatura desde el sustrato hasta la parte superior en un intervalo de 25°C/cm a 80°C/cm.

En otra realización de este aspecto, la velocidad total del gas se mantiene de 120 a 160 cm/s, ambos inclusive.

5 En otra realización de este aspecto, la velocidad total del gas se mantiene de 175 a 250 cm/s, ambos inclusive.

En otra realización de este aspecto, la etapa de mantenimiento de la temperatura del susceptor de 1500°C a 1620°C del segundo proceso comprende establecer un gradiente de temperatura desde el sustrato de 4H-SiC hasta la parte superior de 25°C/cm a 80°C/cm.

10 En otra realización de este aspecto, se coloca una pluralidad de sustratos de 4H-SiC monocristalinos en la celda de reacción.

En aún otro aspecto que no es parte de la invención reivindicada, se proporciona en la presente memoria un sustrato de 4HSiC con una película epitaxial de SiC depositada en una superficie del mismo; en donde, un grosor de la película epitaxial total en el interior de la oblea varía del 2 al 12%, ambos inclusive; la concentración de dopante en el interior de la oblea de cada capa epitaxial varía del 5 al 40%, ambos inclusive; la superficie superior de la película epitaxial tiene un valor RMS de rugosidad en un intervalo de 0,2 a 1,2 nm, ambos inclusive; y la densidad de los defectos de la superficie en la película es de 0,25 a 2,0/cm<sup>2</sup>, ambos inclusive.

En aún otro aspecto, se proporciona en la presente memoria un método de formación de una película epitaxial de SiC sobre un sustrato de 4H-SiC monocristalino en un sistema de CVD de pared caliente, donde el sistema de CVD de pared caliente tiene una celda de reacción que comprende un susceptor situado en una parte inferior, una pared lateral y una parte superior, donde el método comprende: posicionar el sustrato de 4H-SiC monocristalino en el susceptor; evacuar la celda de reacción y a continuación purgar la celda con argón; calentar de forma activa el susceptor a una temperatura de 1200°C a 1400°C y permitir que la parte superior y la pared lateral sean calentados indirectamente por el susceptor, creando de este modo un gradiente de temperatura decreciente desde el susceptor hasta la parte superior; finalizar el flujo de argón e iniciar el flujo de gas hidrógeno hacia el interior de la celda de reacción; establecer el gradiente de temperatura desde la superficie de la oblea hasta la parte superior en un intervalo de 25°C/cm a 80°C/cm a través del sistema de calentamiento controlando la temperatura del susceptor hasta un intervalo de 1500°C a 1620°C; suministrar un flujo de gas paralelo a la superficie del sustrato, de tal manera que la velocidad total del gas esté en un intervalo de 120 a 250 cm/s y controlar la presión en el interior de la celda de reacción hasta un intervalo de 100 a 150 mbar, y en donde el flujo de gas comprende una mezcla de gas de hidrógeno, gas de silicio y gas de carbono; mantener las condiciones del proceso para lograr un depósito total de 3 a 120 µm de película sobre el sustrato; y enfriar el sistema a temperatura ambiente.

En una realización de este aspecto, la celda de reacción comprende una celda de reacción de grafito, y además comprende el recubrimiento de los componentes de grafito de la celda de reacción con películas de carbono pirolítico o carburo de tantalio antes de ensamblar la celda para su uso en epitaxia por CVD.

35 En otra realización de este aspecto, la celda de reacción comprende una celda de reacción de grafito, y además comprende el recubrimiento del interior de la celda de reacción con una película de SiC antes de la etapa de posicionamiento del sustrato de 4H-SiC monocristalino en el susceptor.

En otra realización de este aspecto, el interior de la celda de reacción se recubre con la capa de SiC con las etapas de: evacuar la celda de reacción y a continuación purgar la celda de reacción; hacer fluir una mezcla gaseosa de precursores de Si y C, en la que una relación del flujo volumétrico de gas de precursores de carbono con respecto a precursores de silicio, tomada como una relación de (número de átomos de C en la molécula precursora) x (flujo volumétrico de carbono) / (flujo volumétrico de silicio), es menor de uno pero mayor de 0,05; y calentar la celda de reacción para formar depósitos de SiC en el interior de la celda de reacción.

En otra realización de este aspecto, la mezcla gaseosa comprende además hidrógeno.

45 En otra realización de este aspecto, el método comprende además una etapa de calentamiento de la celda de reacción a una temperatura de 1400°C a 1700°C y cocción de la celda de reacción durante un periodo de 4 a 24 horas antes de la etapa de evacuación de la celda de reacción, y a continuación purgar la celda de reacción con argón.

En otra realización de este aspecto, la etapa de calentar activamente el susceptor a la temperatura de 1200°C a 1400°C y permitir que la parte superior y la pared lateral se calienten indirectamente por el susceptor, creando de este modo un gradiente de temperatura desde el susceptor hasta la parte superior, se realiza hasta que los depósitos de SiC alcanzan un grosor que equivale a un grosor de 5 a 10 µm depositado sobre las obleas de SiC.

En otra realización de este aspecto, en la etapa de suministrar el flujo de gas paralelo a la superficie del sustrato, de tal manera que la velocidad total del gas está en el intervalo de 120 a 250 cm/s y controlar la presión del interior de

la celda de reacción hasta el intervalo de 100 a 150 mbar, y en donde el flujo de gas comprende la mezcla de gas de hidrógeno, gas de silicio, se suministra un flujo de un gas dopante donador o aceptador.

En otra realización de este aspecto, una pluralidad de sustratos de 4H-SiC monocristalinos se colocan en la celda de reacción.

## 5 Breve descripción de los dibujos

Los dibujos anexos, que se incorporan en, y constituyen una parte de, esta especificación, ejemplifican las realizaciones de la presente invención y, junto con la descripción, se utilizan para explicar e ilustrar principios de la invención. Los dibujos pretenden ilustrar las principales características de los ejemplos de realización de forma esquemática. Los dibujos no pretenden representar cada característica de las realizaciones reales ni las dimensiones relativas de los elementos representados, y no están dibujados a escala.

La FIG. 1 es un diagrama de flujo que ilustra un proceso de tratamiento previo de acuerdo con una realización.

La FIG. 2 es un diagrama de flujo que ilustra una realización para el crecimiento epitaxial por CVD de una película sobre sustratos de SiC;

La FIG. 3 es un diagrama de flujo que ilustra una realización de un método de formación de una película epitaxial de SiC sobre una pluralidad de sustratos de SiC;

La FIG. 4 es un diagrama de flujo que ilustra una realización de un primer proceso para el tratamiento de preparación de la celda de reacción;

## Descripción detallada

Debe entenderse que esta invención no está limitada a la metodología, protocolos, etc., en particular descritos en la presente memoria y como tales pueden variar. La terminología utilizada en la presente memoria tiene el propósito de describir realizaciones en particular únicamente, y no pretende limitar el alcance de la presente invención, que se define únicamente por las reivindicaciones.

Tal como se utiliza en la presente memoria y en las reivindicaciones, las formas en singular incluyen la referencia en plural y viceversa, a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Excepto en los ejemplos de operación, o cuando se indique de otro modo, todos los números que expresan cantidades utilizados en la presente memoria deben entenderse modificados en todos los casos por el término "aproximadamente".

Todas las publicaciones identificadas se incorporan expresamente en la presente memoria por referencia, para el propósito de describir y divulgar, por ejemplo, las metodologías descritas en dichas publicaciones que podrían ser utilizadas en conexión con la presente invención. Estas publicaciones se proporcionan únicamente para su divulgación antes de la fecha de presentación de la presente solicitud. Nada a este respecto debe interpretarse como una admisión de que los inventores no tienen derecho a anticipar tal revelación en virtud de la anterior invención o por cualquier otra razón. Todas las declaraciones relativas a la fecha o representación relativa a los contenidos de estos documentos se basan en la información disponible para los solicitantes y no constituye ninguna admisión en cuanto a la exactitud de las fechas o contenidos de estos documentos.

A menos que se defina de otro modo, todos los términos técnicos y científicos utilizados en la presente memoria tienen el mismo significado que los entendidos comúnmente por un experto habitual en la técnica a la que pertenece esta invención. Aunque puede utilizarse cualquier método, dispositivo y material conocidos en la práctica o el ensayo de la invención, se describen métodos, dispositivos y materiales a este respecto en la presente memoria.

Los siguientes ejemplos ilustran algunas realizaciones y aspectos de la invención. Resultará obvio para los expertos en la técnica pertinente que pueden realizarse diversas modificaciones, adiciones, sustituciones y similares sin alterar el espíritu o alcance de la invención, y tales modificaciones y variaciones se abarcan dentro del alcance de la invención según se define en las reivindicaciones que figuran a continuación. Los siguientes ejemplos no limitan en forma alguna la invención.

La siguiente descripción proporciona ejemplos para llevar a cabo crecimiento epitaxial de SiC, a la vez que minimiza los defectos. Los métodos se implementan en un reactor de CVD de pared caliente.

Se determinaron en primer lugar los parámetros óptimos del proceso (temperatura, presión, flujo de gas) para la operación del proceso de crecimiento por CVD. Utilizando estos parámetros del proceso, se determinaron los parámetros "característicos" para el proceso de CVD y la configuración del reactor, utilizando modelos de elementos finitos. A partir de este trabajo de modelización, se determinó que los parámetros característicos importantes para el crecimiento de SiC en pared caliente son la velocidad del gas y el gradiente de temperatura entre la superficie de crecimiento de la oblea y el área superior de la zona de reacción.

La FIG. 1 es un diagrama de flujo que ilustra un proceso 100 de tratamiento de acondicionamiento previo a la epitaxia para un conjunto/unidad de celda de reacción nuevo o reacondicionado de acuerdo con una realización. El

proceso de tratamiento de acondicionamiento es un método de dos etapas que consiste en calentar la celda de reacción y a continuación depositar un recubrimiento de SiC en las superficies de la celda de reacción. El método se implementó en un sistema de CVD de pared caliente multi-obleas, con una celda de reacción consumible ensamblada a partir de piezas de grafito que están recubiertas con recubrimientos por CVD ya sea de carbono pirolítico o carburo de tantalio. Pueden utilizarse placas o máscaras de SiC policristalino para cubrir áreas abiertas del susceptor y se colocan obleas "sacrificables" en las cavidades de las obleas, dichas obleas no son productos del proceso y solamente se utilizan para proteger las cavidades de la deposición. Las regiones del susceptor que no soportan obleas, en algunas realizaciones, se cubren con máscaras o placas de SiC policristalino. De esta manera, el susceptor se protege totalmente y se forman depósitos adicionales en las placas y en las obleas sacrificables, y no en la superficie del susceptor. Estas placas pueden retirarse periódicamente y los depósitos de SiC mecanizarse por esmerilado. A continuación, las placas pueden ser reutilizadas. Este proceso puede prolongar la vida del susceptor. Las máscaras/placas se utilizan el 100% del tiempo de funcionamiento de la máquina.

Continuando el proceso de la FIG. 1, el primer sistema se sella, se evacúa (etapa 101) y se purga (etapa 105) con un gas inerte tal como el argón, y/o una mezcla gaseosa que contiene un gas inerte e hidrógeno para eliminar las impurezas del gas atmosférico. A continuación, en la etapa 110 un flujo de gas de H<sub>2</sub>, y opcionalmente se establece un flujo adicional de gas de hidrocarburo, y la presión controlada utilizando una válvula de mariposa hasta un valor en un intervalo de 100 a 900 mbar, ambos inclusive. La fracción de gas hidrocarburo está habitualmente en el intervalo de 0 a 10% en volumen. El sistema se calienta a continuación a una temperatura de 1400°C a 1700°C y se somete a cocción de 4 a 24 horas (etapa 115). Una vez que el sistema ha sido sometido a cocción, un recubrimiento base de SiC se aplica a continuación a las superficies de la celda de reacción utilizando un proceso de CVD con gases precursores de silicio y carbono, y con sustratos sacrificables cargados en las cavidades del susceptor para evitar la deposición en la cavidad. Este recubrimiento de la pared de la cámara facilita la buena adhesión de depósitos posteriores sobre las superficies no cubiertas por las obleas (etapa 120).

Se añadieron precursores gaseosos para Si y C al flujo de gas H<sub>2</sub> para formar una película de SiC sobre la pared lateral y la parte superior de la celda de reacción. Los precursores de Si y C se ajustan a unas condiciones en las que la relación del flujo volumétrico de los precursores de carbono con respecto a los precursores de silicio, tomada como la relación de (número de átomos de C en la molécula precursora) x (flujo volumétrico de carbono) / (flujo volumétrico de silicio), es menor de uno pero mayor de 0,05. La presión se ajusta a un intervalo de 100 a 200 mbar. Las condiciones del proceso se mantienen en la zona de reacción de tal manera que una película recubre las superficies internas de la celda de reacción, donde esta película equivale a un grosor de 5 a 10 µm depositado sobre las obleas de SiC. Este nivel de depósito de la oblea es suficiente para formar un recubrimiento de SiC con una buena adhesión a las superficies en la zona de reacción, y el proceso de tratamiento previo se completa finalizando el flujo de los precursores de Si y C y enfriando el sistema a condiciones ambientales bajo un flujo de H<sub>2</sub>. Los sustratos sacrificables se retiran del sistema, y el sistema está listo para ser utilizado para producir los productos de obleas epitaxiales de SiC. Habitualmente, el sistema se carga con sustratos de SiC monocristalino hexagonal pulido del politipo 4H-SiC. A medida que se repite el proceso de epitaxia, se forman recubrimientos en las paredes de la celda, y estos recubrimientos deteriorarán lentamente el material de la celda, cambiarán las temperaturas en la celda de reacción y se descascarillarán y caerán sobre los sustratos de SiC. Cuando esta celda de reacción se deteriore hasta el punto en que la calidad de las obleas epitaxiales producidas utilizando la celda se encuentra por debajo de un límite umbral aceptable, se carga un conjunto de celda de reacción nuevo o reacondicionado en el sistema de CVD y el proceso de tratamiento previo a la epitaxia descrito anteriormente se ejecuta de nuevo.

La FIG. 2 es un diagrama de flujo que ilustra una realización para un crecimiento epitaxial por CVD de una película sobre sustratos de SiC 200. En la etapa 201 el sistema de CVD se carga con obleas de SiC hexagonal monocristalino para rellenar las cavidades de las obleas del susceptor. Las máscaras utilizadas durante el proceso de acondicionamiento de la FIG. 1 pueden permanecer, o bien pueden colocarse máscaras nuevas en el susceptor para proteger cualquier superficie expuesta del susceptor. El sistema es evacuado, y a continuación se establece un flujo de argón y/o hidrógeno paralelo a la superficie de la oblea en la etapa 205 para purgar la celda de reacción. En la etapa 210 el sistema se calienta de 1200°C a 1400°C, y a continuación el gas argón se reemplaza con gas hidrógeno. A continuación, en la etapa 215 la temperatura se ajusta a un intervalo de 1500°C a 1620°C y el flujo de gas de H<sub>2</sub> se ajusta para lograr las siguientes condiciones de velocidad específica y del gradiente para el crecimiento epitaxial. Un sistema de CVD puede utilizarse para llevar a cabo el crecimiento epitaxial 220. Aquí, el término "crecimiento epitaxial" y similares se entiende que incluyen, por ejemplo, ejecutar un ciclo de fabricación para producir una oblea epitaxial recubierta de SiC, lo que ha de distinguirse de las etapas previas a la epitaxia.

Para el proceso para depositar películas cristalinas de SiC sobre sustratos cristalinos de SiC, se observa que deben establecerse condiciones para lograr la distribución de temperatura adecuada y la velocidad de gas que tendrá como resultado la distribución óptima de los reactantes de gas, que a su vez tendrá como resultado el control óptimo de partículas/defectos superficiales, grosor de la película, dopado y morfología de la superficie de la película. En un ejemplo, debido a que la única parte inferior de la celda de reacción se calienta de forma activa, el valor del flujo de gas de hidrógeno tendrá un impacto en la temperatura de las demás superficies de la celda de reacción. Este efecto es el resultado del valor del flujo de hidrógeno y de la relativamente elevada conductividad térmica del hidrógeno, que actuará para enfriar las superficies en contacto con el flujo de gas. Se observa que la velocidad del gas ajustada en el intervalo de 100 a 250 cm/s, ambos inclusive, donde el valor real depende del flujo de gas, el diámetro exterior de la zona de reacción, y el área de la salida de la zona de reacción, impartirá propiedades óptimas de la película de



SiC. Para un sistema multi-oblea por CVD configurado como en los ejemplos de Burk o Hecht, si el sistema está diseñado para procesar una configuración de procesamiento simultáneo de cinco sustratos, cada uno con un diámetro de 76 mm, la velocidad óptima del gas se encuentra en el intervalo de 120 a 250 cm/s, y, en algunas realizaciones, de 120 a 160 cm/s. Si el sistema es mayor para el procesamiento simultáneo de diez a doce sustratos con un diámetro que se encuentra en un intervalo de 100 a 200 mm, y, en algunas realizaciones, con un diámetro de 100 mm o seis sustratos con un diámetro de 150 mm, la velocidad óptima del gas se encuentra en el intervalo de 175 a 250 cm/s. Cuando se ajusta esta condición del flujo de gas, se observa que corresponderá a un gradiente de temperatura vertical, en la localización entre la superficie de la oblea y el área superior de la celda de reacción por encima de la oblea en el intervalo de 25°C/cm a 80°C/cm, con el área superior de la celda de reacción con una temperatura inferior que la superficie de la oblea. Esto corresponde a un intervalo de las temperaturas de control del proceso de 1500°C a 1620°C y el flujo del gas de hidrógeno en el intervalo de 65 a 130 slpm (Litros estándar por minuto). Es esta combinación del flujo de H<sub>2</sub> y de la velocidad del gas a una temperatura de un proceso dado lo que proporciona las condiciones que son óptimas para controlar la formación de películas de SiC. Debido a que la composición de los gases utilizados en la epitaxia de SiC es mayor del 99% de hidrógeno, el flujo de gas de hidrógeno ajusta principalmente las condiciones del gradiente de velocidad y temperatura. Cuando se añaden gases reactivos y se ejecuta un proceso de CVD, las películas de SiC formadas bajo estas condiciones tienen propiedades óptimas de la película epitaxial y están libres de formación de partículas que son el resultado de depósitos adicionales.

Utilizando las condiciones del proceso de este método, se observa que los gradientes de temperatura preferidos son significativamente menores que los descritos para el crecimiento de SiC en reactores de pared caliente y de pared fría (B. Thomas et. al., Materials Science Forum, 457-460, 181, 2004). Las propiedades de las películas epitaxiales producidas por el método optimizado de este trabajo son mejoras sobre los resultados descritos en el artículo por Thomas, et al.

En referencia nuevamente a la FIG. 2, después de que el proceso de acondicionamiento previo de la FIG. 1 se complete, se inicia el proceso de la FIG. 2 en el que en la etapa 201 del sistema de CVD puede abrirse y recargarse con nuevos sustratos de SiC para el crecimiento de los parámetros de película establecidos como objetivo. Habitualmente estos sustratos son sustratos de 4H-SiC pulidos y limpios inclinados alejándose del eje c hacia la dirección <11-20> entre 2 a 8 grados. Los sustratos utilizados están habitualmente dopados con nitrógeno hasta una concentración mayor de  $1 \times 10^{18} / \text{cm}^3$ . Los sustratos pueden ser utilizados de tal manera que la capa epitaxial se forma sobre la cara de silicio (dirección 0001) o bien sobre la cara de carbono (dirección 000-1). Una vez que el sistema se carga con sustratos pulidos, en la etapa 205 se evacúa la celda de reacción, y a continuación se establece un flujo de argón paralelo a la superficie de la oblea. El sistema se calienta a una temperatura en el intervalo de 1200°C a 1400°C, y a continuación el gas argón es reemplazado con gas hidrógeno (etapa 210). A continuación, la temperatura se ajusta a un intervalo de 1500°C a 1620°C y el flujo de gas de H<sub>2</sub> se ajusta para lograr las condiciones de velocidad y gradiente descritas anteriormente para el crecimiento por CVD (etapa 201). Previamente al crecimiento de la capa epitaxial de SiC los sustratos pueden ser expuestos a una mezcla de gases que ataca ligeramente la superficie para eliminar cualquier traza de daño o contaminación superficial procedente del proceso de pulido del sustrato (etapa opcional 215). En el momento del crecimiento de la película, se añaden precursores gaseosos para Si y C al flujo total de gas para formar una película de SiC. La concentración de gases reactivos con Si, C e impurezas es habitualmente menor del 1,5% del flujo total. Durante la formación de la película epitaxial, puede añadirse nitrógeno, fosfina, diborano o trimetilaluminio al flujo de gas para establecer los niveles donadores o aceptadores adecuados de impurezas en la película, lo que establecerá la resistividad adecuada. Las películas se depositan habitualmente a una presión de 100 a 150 mbar, ambos inclusive. El grosor de la película puede encontrarse habitualmente en un intervalo de 5 a 150 µm, ambos inclusive, y, en algunas realizaciones, de 3 a 120 µm. Las concentraciones de átomos habituales de donador/aceptador pueden encontrarse en un intervalo de  $1 \times 10^{14}$  a  $2 \times 10^{19} / \text{cm}^3$ , ambos inclusive.

El grosor de la película se somete a ensayo habitualmente utilizando espectroscopia por infrarrojos, mientras que la concentración de donadores o aceptadores se mide sometiendo a ensayo de la relación de capacitancia y el voltaje. Habitualmente la oblea se somete a ensayo con un mapa compuesto de un patrón simétrico de radio theta en el que las mediciones se hacen de valores de radio de 2 a 3 a un valor tan grande como el radio de la oblea menos 3 mm, y se repite de 4 a 8 veces sobre valores de rotación de 360/(número de puntos de repetición). Por ejemplo, un punto repetido en un radio determinado se mide en los valores zeta de 0,90, 180 y 270 grados. Cuando se establece la velocidad del gas y el gradiente de temperatura apropiados, se observa que las películas se mostrarán dentro de los grosores de oblea descritos por la relación (valor máx.-valor mín.)/valor mín. que se encuentra en un intervalo del 2 al 12%, ambos inclusive, y las películas se mostrarán dentro de las variaciones de concentración de dopante de obleas descrita por la relación (valor máx.-valor mín.)/valor mín. del 5 al 40%, ambos inclusive. Se observa que mayores valores de los intervalos descritos se observarán cuando el punto de medición del radio de mayor tamaño se toma a 8 mm o menos del borde del sustrato.

Bajo las condiciones óptimas de velocidad del gas y de gradiente de temperatura, se observa que las superficies de la película epitaxial serán regulares y se minimizarán los defectos de la superficie. Cuando la rugosidad de una película se mide por microscopía de fuerza atómica a un tamaño de escaneado de 20x20 µm o menos, esto dará como resultado un valor RMS de la rugosidad de 0,2 a 1,2 nm, y, en algunas realizaciones, de 0,2 a 1,0 nm, ambos inclusive. En este nivel de rugosidad las obleas aparecen en general libres del fenómeno de "step-bunching"

(agrupación irregular de escalones). Los defectos de la superficie se miden utilizando espectrometría por dispersión de luz láser. Se escanea la oblea completa hasta un campo de 1 a 3 mm del borde de la oblea, y a continuación el área escaneada se segrega en sitios de 2x2 mm. Se determinan los defectos totales de la superficie por conteo de los sitios con y sin defectos, y a continuación calculando la relación de los sitios con defectos con respecto a los sitios sin defectos para determinar la fracción de los sitios libres de defectos. A continuación, utilizando una distribución de Poisson se calcula la densidad de los defectos de la fracción libre de defectos y el área del sitio. La densidad resultante de defectos se encuentra en un intervalo de 0,25 a 2,0 defectos/cm<sup>2</sup>.

#### Ejemplo 1:

Se utilizó un sistema de CVD de pared caliente capaz de procesar 5 piezas de sustratos de 76 mm de diámetro para el crecimiento epitaxial. Los sustratos utilizados eran el politipo 4H-SiC, inclinados 4 grados alejándose del eje c hacia la dirección <11-20>. Los sustratos tenían una resistividad en el intervalo de 0,015 a 0,030 ohm-cm. Un nuevo grupo de consumibles de grafito se cargó, se sometió a cocción y se recubrió con una capa de SiC según se ha descrito. Los sustratos se cargaron y se procesaron. Los detalles del proceso y los resultados medidos en una oblea del proceso son:

15 ID del Ciclo/ID de la Oblea: 1241 AV1006-09

Temperatura de crecimiento: 1585°C

Presión: 124 mbar

Flujo total de hidrógeno: 72,4 slpm

Grosor de la película: 5,53 µm, dentro de un intervalo de obleas del 8,1%

20 Temperatura de crecimiento: 1585°C

Presión: 124 mbar

Flujo de H<sub>2</sub> total: 72,4 slpm

Dopado:  $5,5 \times 10^{15}/\text{cm}^3$ , dentro de un intervalo de obleas del 15%.

Densidad de defectos: 0,4 cm<sup>-2</sup>

25 RMS de la rugosidad 0,61 nm

#### Ejemplo 2:

Se utilizó un sistema de CVD de pared caliente capaz de procesar 10 piezas de sustratos de 10 mm de diámetro para el crecimiento epitaxial. Los sustratos utilizados eran el politipo 4H-SiC, inclinados 4 grados hacia la dirección <11-20>. Los sustratos tenían una resistividad en el intervalo de 0,015 a 0,030 ohm-cm. Un nuevo grupo de consumibles de grafito se cargó, se sometió a cocción y se recubrió con una capa de SiC según se ha descrito. Los sustratos se cargaron y se procesaron. Los detalles del proceso y los resultados medidos en una oblea del proceso son:

ID del Ciclo/ID de la Oblea: A0971\_AN2152-16

Temperatura de crecimiento: 1530°C

35 Presión: 200 mbar

Flujo de H<sub>2</sub> total: 126 slpm

Grosor de la película: 7 µm, dentro de un intervalo de obleas del 6,4%

Dopado de la película:  $5,7 \times 10^{15}/\text{cm}^3$ , dentro de un intervalo de obleas del 15,7%

Densidad de defectos: 0,83 cm<sup>-2</sup>

40 RMS de la rugosidad 0,30 nm

Las FIGS. 3,4 y 5 representan un ejemplo de un método 300 de formación de una película epitaxial de SiC sobre una pluralidad de sustratos. Los sustratos de SiC pueden posicionarse sobre un susceptor en un sistema de CVD de pared caliente, donde el sistema de CVD de pared caliente tiene una celda de reacción que comprende un susceptor situado en una parte inferior, una parte lateral y una parte superior. El susceptor puede ser calentado de forma activa, y la parte superior y la pared lateral no se calientan de forma activa, sino que se permite que sean calentadas indirectamente por el susceptor. El método 300 puede comprender introducir un conjunto de celda de reacción sin

utilizar en un sistema de epitaxia por CVD 310; un primer proceso para el tratamiento de preparación de la celda de reacción 340 (FIG. 4); y al menos un segundo proceso para el crecimiento de la película epitaxial 370 (FIG. 5). Aquí, se entiende que la expresión "crecimiento de la película epitaxial" y similares incluye, por ejemplo, ejecutar un ciclo de fabricación para producir una oblea epitaxial recubierta con SiC, lo que ha de distinguirse de las etapas previas a la epitaxia.

El primer proceso para el tratamiento de preparación de la celda de reacción 340 puede comprender las etapas de cargar el susceptor con sustratos sacrificables 345; sellar y evacuar la celda de reacción 350; purgar la celda de reacción utilizando gases de argón e hidrógeno 355; cocción de la celda de reacción en una mezcla de gas de hidrógeno e hidrocarburo 360; y realizar un proceso de deposición CVD para depositar una película de SiC sobre la pared lateral y la parte superior de la celda de reacción 365.

Al menos un segundo proceso para el crecimiento epitaxial 370 puede comprender las etapas de dejar enfriar la celda de reacción 373; colocar una pluralidad de sustratos de SiC sobre el susceptor 376; evacuar y a continuación purgar la celda de reacción con gas de argón 379; calentar el susceptor a una temperatura de 1200°C a 1400°C, ambos inclusive 382; finalizar el flujo de argón e iniciar el flujo de gas de hidrógeno en el interior de la celda de reacción 385; hacer fluir, paralela a la superficie de las obleas, una mezcla gaseosa de gases de hidrógeno, silicio y carbono, a una velocidad total del gas de 120 a 250 cm/s 388; mantener la temperatura del susceptor de 1500°C a 1620°C 391; y controlar la presión del interior de la celda de reacción de 100 a 150 mbar, ambos inclusive para lograr un depósito total de 3 a 120 µm de película sobre los sustratos 394.

El método 300 puede ser utilizado para formar un aparato 600 (FIG. 6) que comprende un sustrato de SiC 610 hexagonal monocristalino con al menos una capa epitaxial 620 producida por el método 300. De forma alternativa, más de una capa epitaxial 620, 630, etc. puede formarse sobre el sustrato 610. En el aparato 600, la variación del grosor total en la oblea puede ser del 2 al 12%, ambos inclusive; la concentración de dopante en la oblea de cada capa puede ser del 5 al 40%, ambos inclusive; la superficie superior de la película tiene un valor RMS de la rugosidad de 0,2 a 1,2 nm; ambos inclusive; y la densidad de los defectos de la superficie en la película puede ser de 0,25 a 2,0/cm<sup>2</sup>, ambos inclusive.

Debe entenderse que los procesos y técnicas descritas en la presente memoria no están relacionados de forma inherente con cualquier aparato en particular y puede ser implementado por cualquier combinación adecuada de componentes. Además, diversos tipos de dispositivos de uso general pueden ser utilizados de acuerdo con los contenidos descritos en la presente patente. La presente invención ha sido descrita en relación con ejemplos en particular, que pretenden en todos los aspectos ser ilustrativos más que restrictivos. Los expertos en la técnica apreciarán que muchas combinaciones diferentes serán adecuadas para la práctica de la presente invención, incluyendo la extensión del método a sistemas de CVD de mayor tamaño que alojan múltiples sustratos con un diámetro >=150 mm.

Aunque algunos de diversos dibujos ilustran un número de etapas en un orden en particular, las etapas que no dependen del orden pueden ser reordenadas y otras etapas pueden ser combinadas o separadas. Disposiciones de orden y agrupamientos alternativos, ya sean descritos anteriormente o no, pueden ser apropiados u obvios para los expertos en la técnica.

Más aún, otras implementaciones de la invención resultarán obvias para los expertos en la técnica a partir de la consideración de la especificación y la práctica de la invención descrita en la presente memoria. Diversos aspectos y/o componentes de las realizaciones descritas pueden ser utilizados individualmente o en cualquier combinación. Se pretende que la especificación y los ejemplos sean considerados ejemplos únicamente, donde el verdadero alcance y espíritu de la invención es indicado por las siguientes reivindicaciones.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método de fabricación de una oblea epitaxial de 4H-SiC que comprende una película epitaxial de SiC sobre un sustrato de 4H-SiC monocristalino, donde el método comprende:
  - 5 a. cargar el sustrato de 4H-SiC monocristalino sobre un susceptor en una celda de reacción de un sistema de CVD de pared caliente;
  - b. calentar el sistema controlando la temperatura del susceptor en la celda de reacción hasta un intervalo de 1500°C a 1620°C; y
  - c. ejecutar un ciclo de fabricación para producir la oblea epitaxial de 4H-SiC, donde el ciclo de fabricación comprende suministrar un flujo de gas paralelo a una superficie del sustrato de 4H-SiC monocristalino,
    - 10 de tal manera que la velocidad total del gas se encuentra en un intervalo de 120 a 250 cm/s, y controlar una presión en el interior de la celda de reacción hasta un intervalo de 100 a 150 mbar, en donde el flujo de gas comprende una mezcla de gas de hidrógeno, gas de silicio, y gas de carbono, para producir la película epitaxial de SiC sobre el sustrato de 4H-SiC monocristalino;
    - 15 en donde la etapa 1 (a) está precedida por el tratamiento previo de la celda de reacción, donde el tratamiento previo comprende:
      - a. cargar un sustrato sacrificable en el susceptor en la celda de reacción;
      - b. sellar y evacuar la celda de reacción;
      - c. purgar la celda de reacción utilizando gases inertes y de hidrógeno;
      - 20 d. cocer la celda de reacción a una temperatura en el intervalo de 1400°C a 1700°C mientras que se hace fluir gas de hidrógeno mezclado con del 1 % al 10% de gas de hidrocarburo;
      - e. realizar un proceso de deposición por CVD para depositar una película de SiC sobre la pared lateral y la parte superior de la celda de reacción; y
      - f. retirar el sustrato sacrificable de la celda de reacción.
2. El método según la reivindicación 1, en donde la etapa 1 (c) comprende:
  - 25 a. colocar el sustrato de 4H-SiC monocristalino en el susceptor en la celda de reacción del sistema de CVD de pared caliente;
  - b. evacuar la celda de reacción y a continuación purgar la celda de reacción con argón;
  - c. finalizar el flujo de argón e iniciar el flujo de gas de hidrógeno en la celda de reacción;
  - 30 d. establecer el gradiente de temperatura desde la superficie de la oblea epitaxial hasta la parte superior de la celda de reacción en el intervalo de 25°C/cm a 80°C/cm;
  - e. hacer fluir paralela a la superficie de la oblea epitaxial una mezcla gaseosa de gases de hidrógeno, silicio y carbono, a una velocidad total del gas de 120 a 250 cm/s;
  - 35 f. mantener las condiciones del proceso para lograr un depósito total de 3 a 120 µm de película en el sustrato de 4H-SiC monocristalino para producir la película epitaxial de SiC sobre el sustrato de 4H-SiC monocristalino;
  - g. enfriar el sistema a una temperatura menor de 300°C; y
  - h. retirar el sustrato de 4H-SiC monocristalino.
3. El método según la reivindicación 2, en donde el flujo de gas comprende además un gas de dopado.
4. El método según la reivindicación 2, que además comprende hacer fluir una mezcla de gas de ataque químico en la celda de reacción para atacar el sustrato de 4H-SiC monocristalino antes de la etapa 2(e).
5. El método según la reivindicación 4, en donde la mezcla de gas de ataque comprende un gas halógeno e hidrógeno.
6. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el sustrato de 4H-SiC monocristalino comprende una oblea de 4H-SiC pulida con un diámetro que se encuentra en un intervalo de 100 a 200 mm y que tiene una concentración de nitrógeno de al menos  $1 \times 10^{18} / \text{cm}^3$ .

7. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la película epitaxial de SiC se deposita sobre una superficie de silicio expuesta del sustrato de 4H-SiC monocristalino.
8. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la película epitaxial de SiC se deposita sobre una superficie de carbono expuesta del sustrato de 4H-SiC monocristalino.
- 5 9. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde en la etapa a), una pluralidad de sustratos de 4H-SiC monocristalinos se colocan en la celda de reacción.

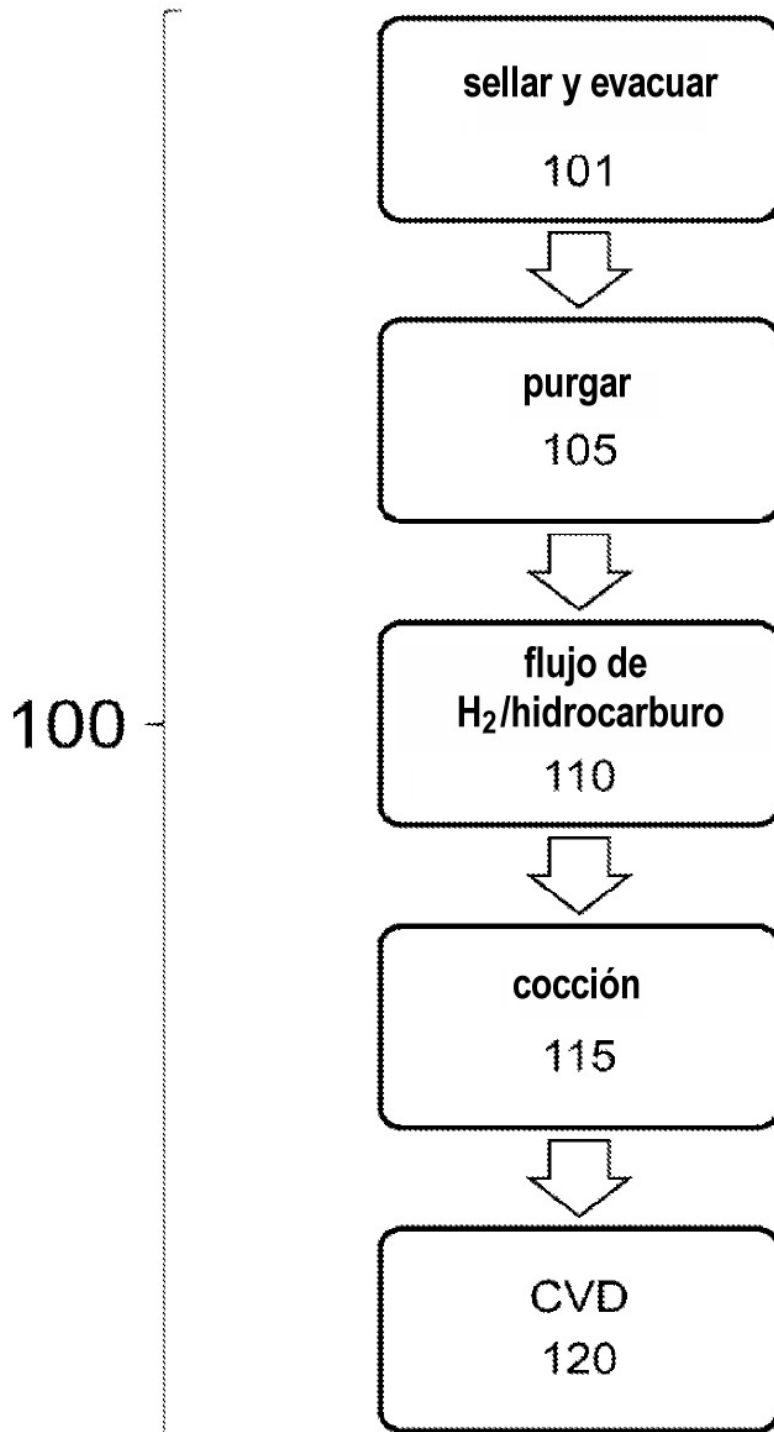


FIG. 1

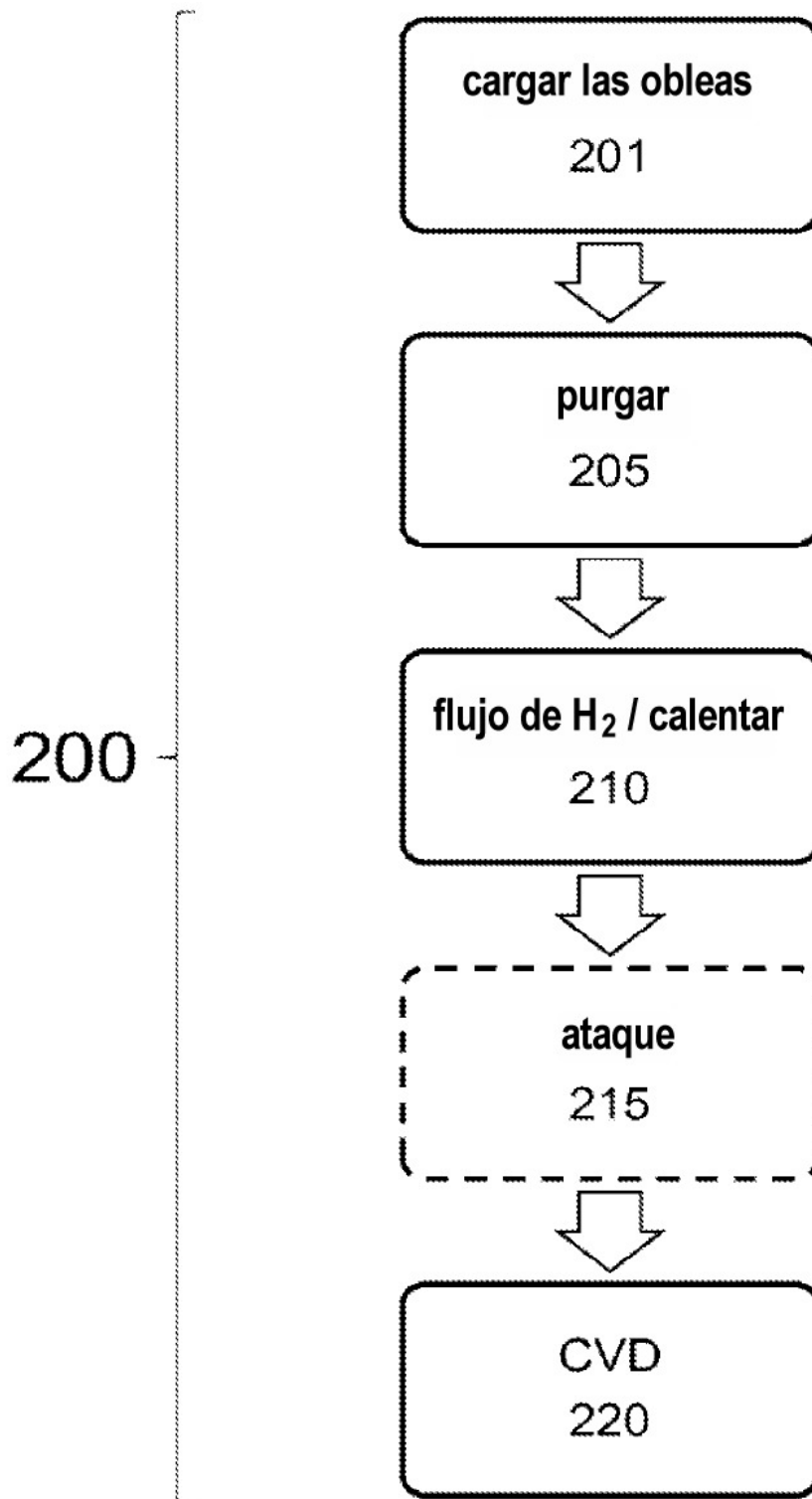


FIG. 2

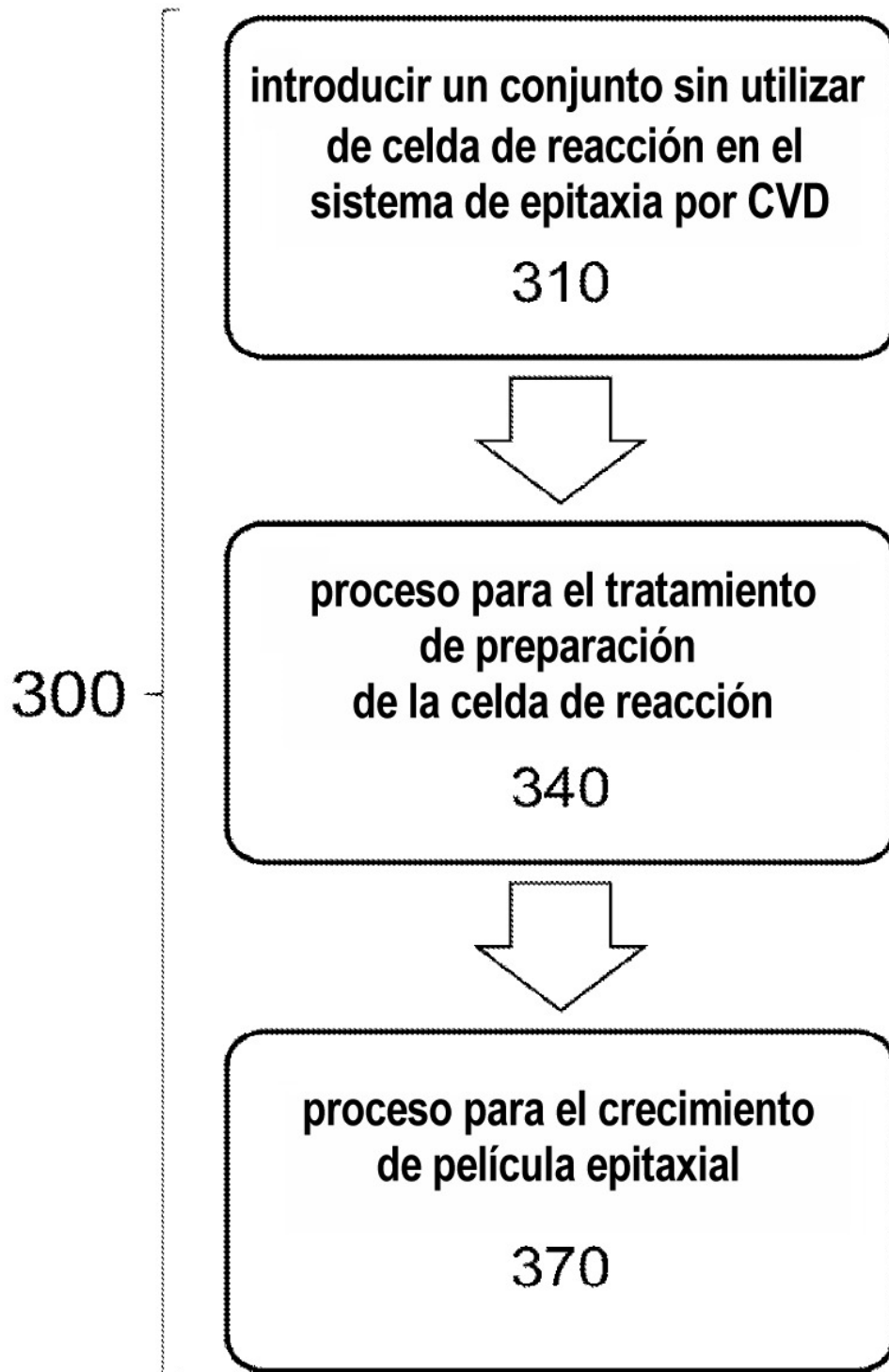


FIG. 3



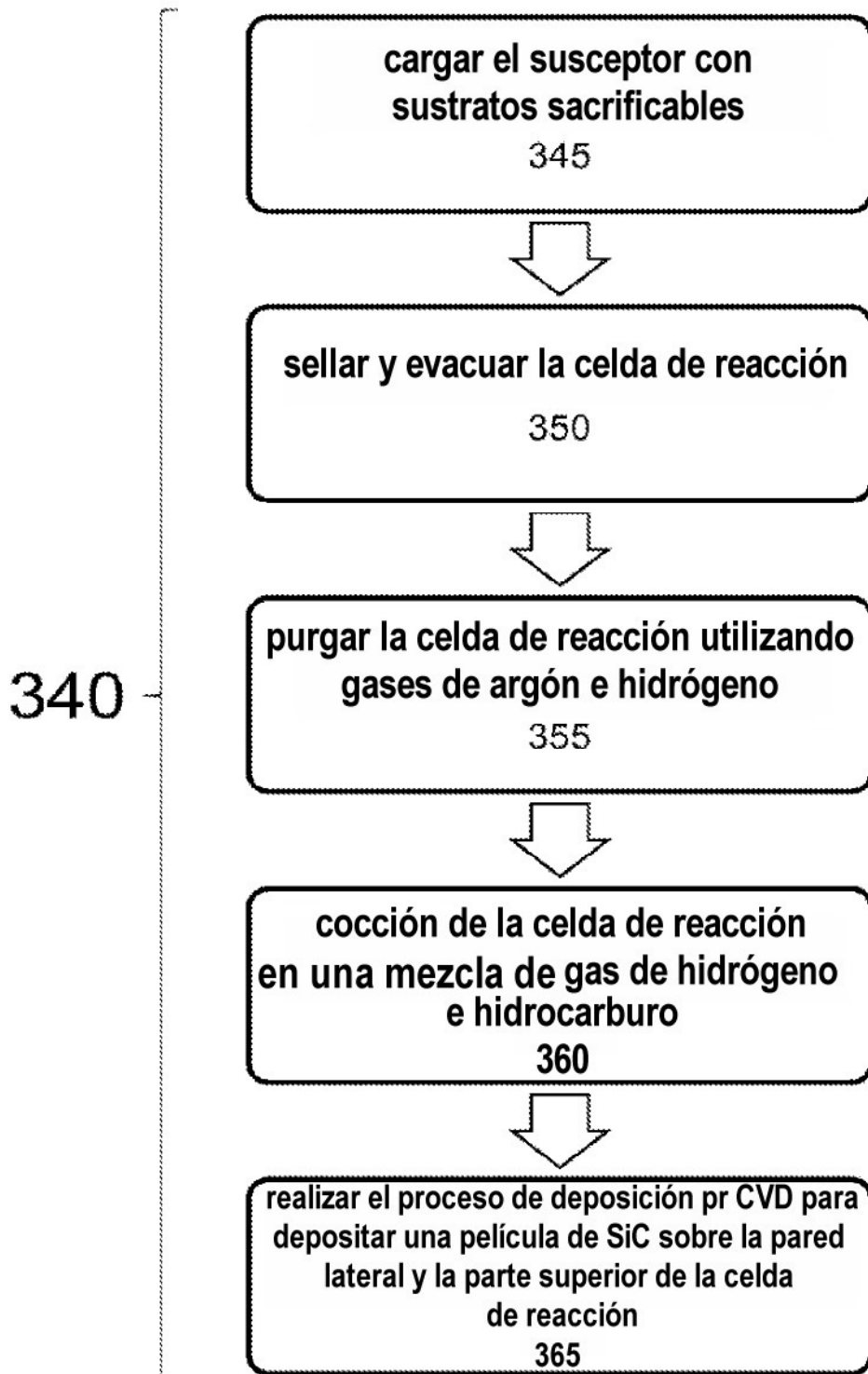


FIG. 4

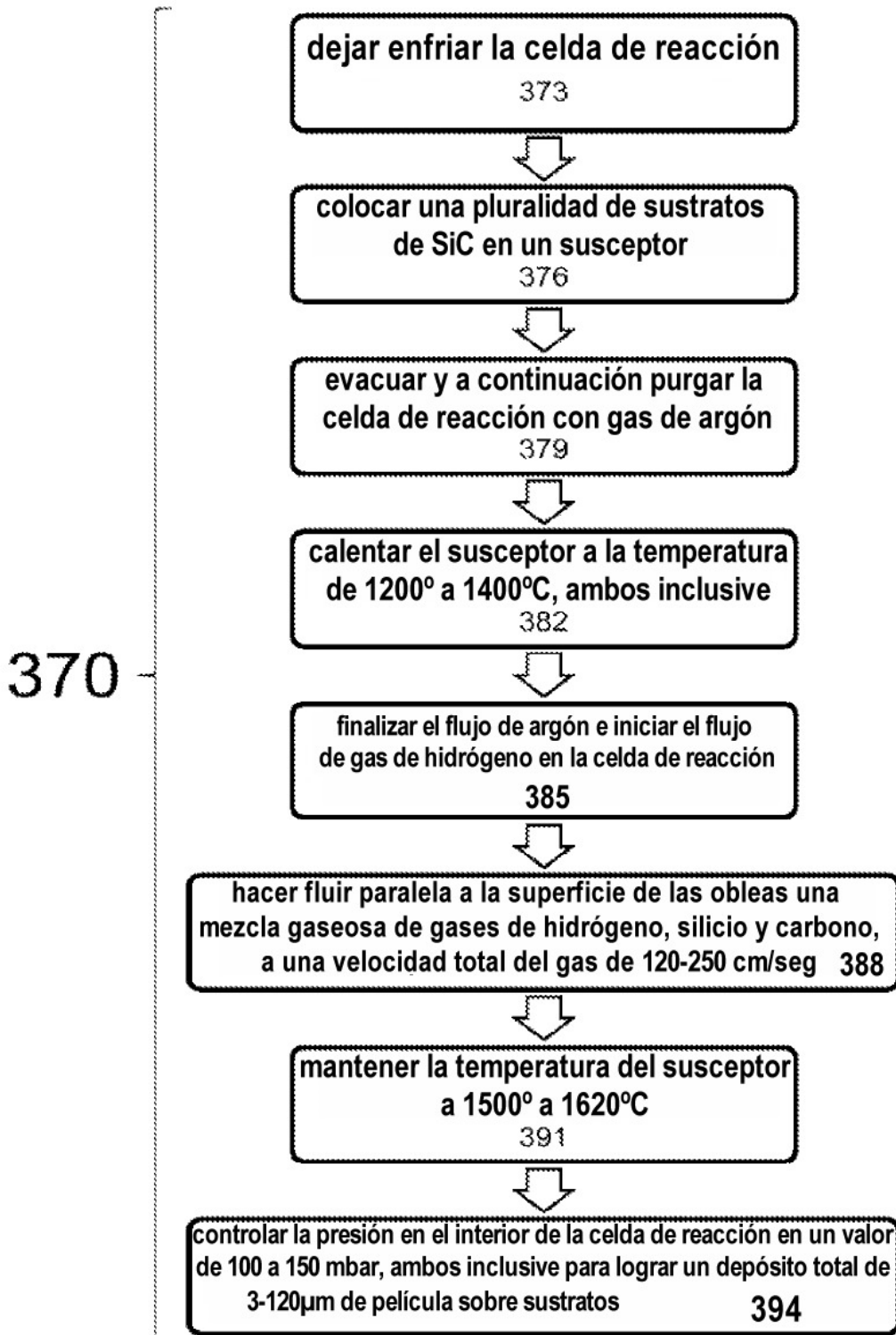
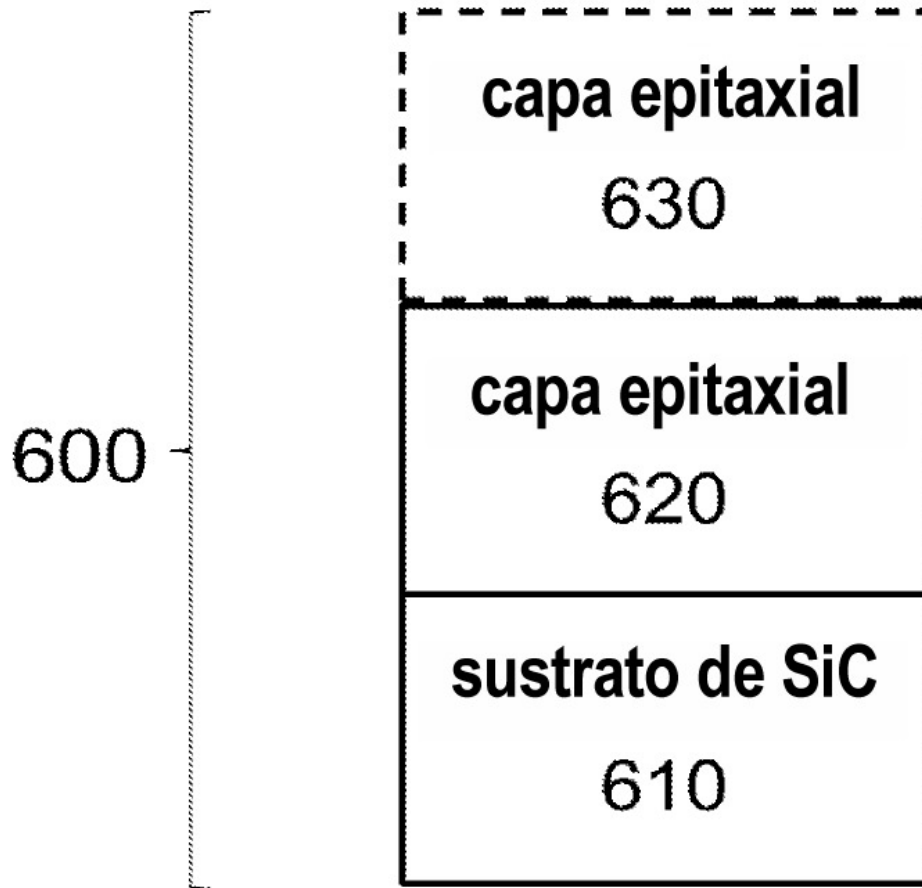


FIG. 5



**FIG. 6**