

06

Гетерополитипные структуры с квантовыми точками на основе SiC

© А.А. Лебедев, В.Н. Петров, А.Н. Титков, Л.М. Сорокин,
А.С. Трегубова, Г.Н. Мосина, А.Е. Черенков, М.П. Щеглов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург
E-mail: Shura.Lebe@mail.ioffe.ru
lev.sorokin@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 15 августа 2005 г.

Благодаря совершенствованию технологии сублимационного роста впервые были получены эпитаксиальные слои 3C-SiC политипа с массивом наноразмерных SiC островков. Рентгенотопографические (X-ray topography) и дифрактометрические (X-ray diffractometry) исследования однозначно свидетельствуют о том, что на поверхности подложки 6H-SiC вырос эпитаксиальный слой со структурой 3C-SiC политипа с областями в двойниковой ориентации друг к другу. Методами атомно-силовой микроскопии (AFM) и просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ) исследованы топография поверхности и приповерхностная микроструктура эпитаксиального слоя соответственно. Выявлены наноструктуры (квантовые точки) и определены их размеры и концентрация.

Известно, что SiC обладает возможностью кристаллизоваться в различных модификациях — политипах. Политипы SiC при одинаковом химическом составе могут значительно отличаться по своим электрофизическим свойствам, например величины запрещенных зон находятся в диапазоне от 2.4 eV (3C-SiC) до 3.3 eV (2H-SiC). Все это делает карбид кремния перспективным материалом и с точки зрения создания различных типов наноструктур.

Ранее было показано, что применение метода сублимационной эпитаксии в вакууме (СЭВ) позволяет получать эпитаксиальные слои 3C-SiC высокого структурного совершенства, выращенные на подложках 6H-SiC [1]. На основе этих структур были сформированы гетеродиоды и исследованы их электрические параметры [2].

В ходе выполнения данной работы было проведено дальнейшее совершенствование технологии сублимационного роста с целью по-

лучения наноразмерных островков кубического политипа SiC внутри матрицы гексагональных политипов.

Известно, что рост 3C–SiC на поверхности гексагональных подложек методом СЭВ достигается за счет большего давления паров Si в зоне роста. Причем с увеличением значения Si/C число двойников в слое 3C–SiC увеличивается, а площадь каждого из них уменьшается. Это говорит о большом числе одновременно образующихся зародышей 3C–SiC на поверхности гексагональной подложки на начальной стадии эпитаксиального процесса. Для получения включений 3C–SiC небольшого размера — квантовых точек, внутри гексагональной матрицы необходимо, чтобы скорость роста эпитаксиальных слоев была низкой и на последующих стадиях роста технологические условия способствовали росту гексагонального политипа, т.е. чтобы происходило быстрое снижение соотношения Si/C в зоне роста. Малые скорости роста в технологии СЭВ обеспечиваются за счет небольшого градиента температур между источником и подложкой [3]. Для получения квантовых точек 3C–SiC в гексагональном SiC использовалась следующая схема технологического эксперимента:

а) подготовка источника роста, позволяющего получать большое давление паров Si на начальных стадиях технологического процесса;

б) проведение ростового процесса при небольшом градиенте температур между источником роста и подложкой, обеспечивающем низкие скорости роста эпитаксиальных слоев;

в) резкое увеличение температуры ростовой ячейки при сохранении незначительного градиента температур между подложкой и источником; это должно было привести к испарению Si из источника и снижению соотношения Si/C в зоне роста.

Кристаллическая структура выращенных слоев исследовалась рентгенодифракционными методами (топография и дифрактометрия), методом атомно-силовой микроскопии и просвечивающей электронной микроскопией. Рентгеновские топограммы снимались методом обратного отражения в $\text{CuK}\alpha$ -излучении с использованием асимметричных отражений (311) или (331), которые обеспечивают оптимальные условия для выявления областей эпитаксиального слоя со структурой кубического политипа 3C–SiC за счет ориентационного контраста. Эти области на топограммах выявляются в виде пятен темного и белого контраста различного размера. Эти области относятся к структуре эпитаксиального слоя, состоящего из двойников, разориентированных

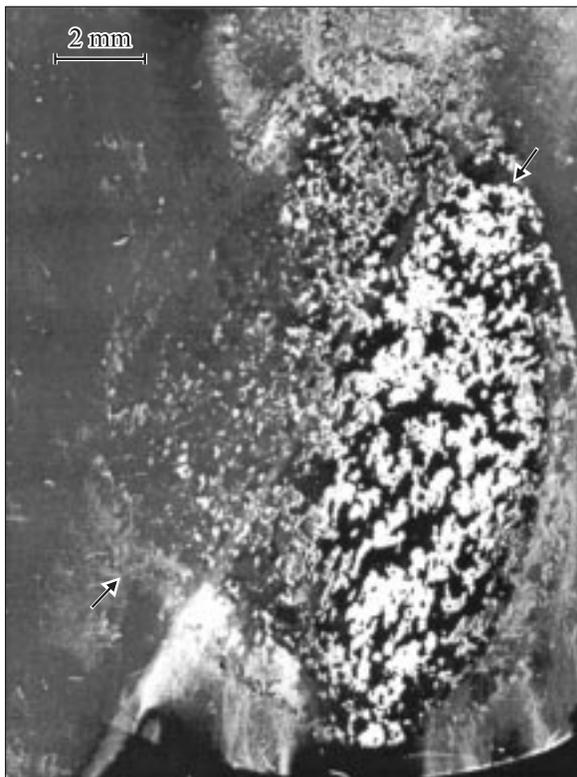


Рис. 1. Рентгеновская топограмма выращенного эпитаксиального слоя; отражение 311; $\text{CuK}\alpha$ -излучение. Овальная часть изображения относится к области подложки с эпитаксиальным слоем. Стрелками обозначена граница слоя.

по отношению друг к другу на 60° . Азимутальный поворот кристалла на 60° приводит к обращению контраста рассматриваемых областей.

На рис. 1 представлена топограмма (для (311) отражения) эпитаксиального слоя $3\text{C}-\text{SiC}$, выращенного на подложке $(0001)6\text{H}-\text{SiC}$. Она демонстрирует, что на всей поверхности роста ($\sim 1\text{ cm}^2$) вырос сплошной $3\text{C}-\text{SiC}$ слой, состоящий из двойниковых областей размером от $\sim 1\text{ mm}^2$ до существенно меньшего. Как будет видно ниже, приме-

нение AFM и ТЕМ позволило выявить островки, по-видимому 3С–SiC политапа, нанометрового размера.

Дифрактометрические измерения проводились в режиме двухкристальной геометрии съемки. Они однозначно показали наличие эпитаксиального слоя со структурой 3С–SiC политапа. Полуширины кривых качания на рефлексах (00012)6Н–SiC и (111)3С–SiC для CuK α -излучения составили 30 и 40 угловых секунд соответственно. Это различие в полуширинах обусловлено незначительным изгибом образца, вызванного ростом эпитаксиального слоя. Эффект изгиба структуры проявляется также и на рентгеновских топограммах.

Топография нанометрового масштаба выращенных эпитаксиальных слоев SiC исследовалась методом атомно-силовой микроскопии (AFM) на приборе Р-47 SEMI компании НТ-МДТ. Исследования проводились в атмосферных условиях с применением кремниевых зондов, покрытых платиной. AFM исследования выявили ряд характерных особенностей в топографии эпитаксиальных слоев SiC, а также существенное отличие топографии применявшейся подложки и выращенного слоя.

Как известно, приготовление подложки 6Н–SiC для последующего эпитаксиального роста на ней является сложной и еще не до конца выработанной процедурой. Топография подложек 6Н–SiC в атмосфере обычно характеризуется наличием структуры плотно стоящих холмов с высотой холмов до нескольких нанометров и диаметром в несколько десятков нанометров.

Примерно такая структура топографии поверхности с высотой нанохолмов 1–2 nm и средним диаметром 20 nm и была обнаружена нами для использовавшихся подложек 6Н–SiC.

Топография эпитаксиального слоя SiC имела иной вид. При этом надо отметить наблюдение двух различных типов топографии. В одном случае топография имела вид регулярно расположенных атомно-гладких террас, покрывающих все поле AFM наблюдения в десятки квадратных микрон. При длине террас несколько микрон их ширина составляла 200–400 nm, а высота была на уровне 0.2 nm. Отметим, что высота террас весьма близка к длине связи Si–C, равной 0.187 nm. Отмеченные структурные свойства позволяют отнести наблюдаемый тип топографии к формированию на поверхности эпитаксиальной пленки гексагональной фазы 6Н–SiC. Относительная доля таких участков на поверхности эпитаксиальной пленки не превышала нескольких процентов от всей поверхности.

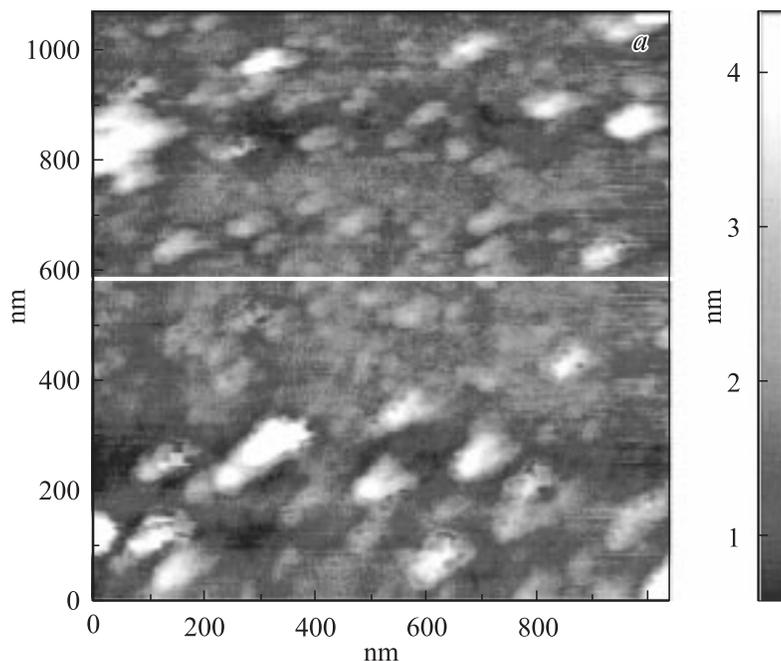


Рис. 2. AFM-изображение ростовой поверхности: *a* — в центральной части достаточно ясно видны объекты типа квантовых точек; *b* — профиль вдоль белой линии (слева направо) показывает, что их высота составляет 1 nm, латеральный размер менее 50 nm.

Большая часть поверхности эпитаксиальной пленки имела иной характер топографии. Плоские террасы более не наблюдались. При общей шероховатости поверхности на уровне 0.5 nm наблюдалось формирование на ней отдельно расположенных nanoостровков высотой 1–3 nm со средним диаметром 50 nm (рис. 2 *a, b*).

Островки не воспроизводили структуру поверхности подложки и имели явно ростовой характер. В отдельных местах симметричная форма островков искажалась вытягиванием в одном общем направлении. Вытянутые островки имели высоту до 5 nm при ширине до 150 nm и протяженности до 600 nm.

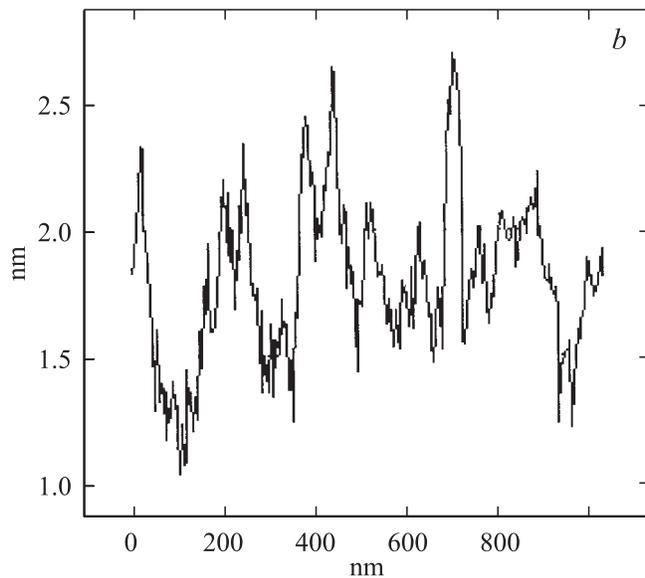


Рис. 2 (продолжение).

Образцы для электронно-микроскопического исследования были приготовлены из той области эпитаксиального слоя, которая исследовалась методом AFM. Образцы утонялись от толщины 0.25 mm до толщины, прозрачной для электронов с энергией 100 keV, стандартным способом. Скрайбированием вырезались образцы под размер объектодержателя. Ростовая поверхность эпитаксиального слоя защищалась от загрязнения и механических повреждений слоем воска. Dimpling-техника со стороны подложки 6H-SiC образцы шлифовались до толщины около 15–20 μm в центральной части мениска. Многократной промывкой в толуоле и этиловом спирте удалялись следы воска. Дальнейшее утонение до образования перфорации вблизи центра образца осуществлялось ионным (Ar) травлением со стороны подложки в режиме $U = 5 \text{ kV}$, $I = 10 \mu\text{A}$.

На рис. 3 представлена комбинированная микрофотография, составленная на основе нескольких электронно-микроскопических снимков, полученных в режиме дифракционного контраста (двухлучевое приближение). На нем видны отдельные объекты эпитаксиального слоя

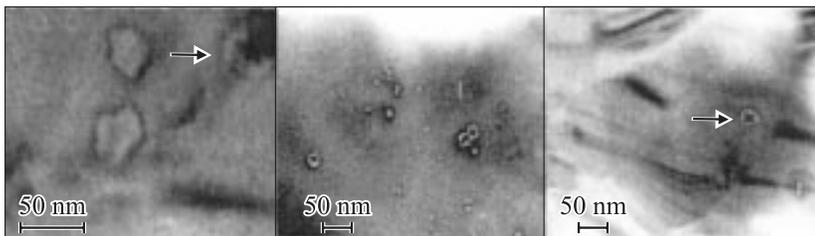


Рис. 3. Комбинированный электронно-микроскопический снимок дефектной структуры приповерхностной области эпитаксиального слоя. Стрелками помечены изображения nanoостровков, по внешнему виду напоминающие типичные изображения квантовых точек.

со сложной внутренней структурой. Основная их масса имеет внутри темное ядро, окруженное светлой областью, которая, в свою очередь, окаймлена темным тонким кольцом. Светлое пятно около центрального ядра объекта свидетельствует о несколько меньшей толщине образца в этом месте. Такая область около квантовых точек получила название „траншея“ (trench) [5]. Размеры наблюдаемых объектов находятся в интервале $\sim 15\text{--}20\text{ nm}$. Их поверхностная концентрация составляет $1 \cdot 10^8 \div 1 \cdot 10^9\text{ cm}^{-2}$.

Два изображения, помеченные стрелками, имеют темное внутреннее ядро в виде креста и шестилучевой звезды. Последние напоминают изображения квантовых точек в системе GaAs/GaAlAs [5]. На этом основании можно утверждать, что в данном электронно-микроскопическом эксперименте выявляются nanoостровки на поверхности эпитаксиального слоя. Микроэлектронограммы, полученные для соответствующих изображений, свидетельствуют о том, что эпитаксиальный слой представляет собой 3С (кубический) политип карбида кремния с ориентацией (111). Были приготовлены также поперечные срезы изучаемой системы подложка–эпитаксиальный слой, но они не дали дополнительной информации.

На рис. 4 представлено электронно-микроскопическое изображение другого типа наблюдаемых объектов. В отдельных случаях эти объекты имеют центральную часть в виде треугольников, которые окружены однородным более темным ореолом в сравнении с контрастом окружа-

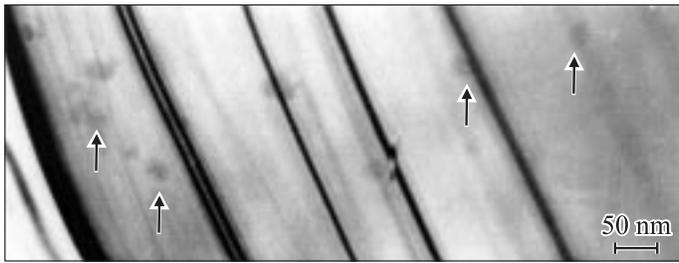


Рис. 4. Электронно-микроскопическое изображение области эпитаксиального слоя с наноструктурами, имеющими характерный ореол (обозначены стрелками). Наклонные темные полосы — экстинкционные контуры, обусловленные изгибом тонкой части образца.

ющей области, относящейся к эпитаксиальному слою. Можно предположить, что в этом случае выявляются объекты — наноструктуры $3C-SiC$ политипа, которые находятся не на поверхности эпитаксиального слоя, а на некоторой глубине от нее.

Сопоставление структурных данных, полученных в настоящем эксперименте различными методами, позволяет сделать заключение о том, что на поверхности эпитаксиального слоя $3C-SiC$ политипа образовался массив наноструктур, возможно, со структурой $3C-SiC$ политипа. При этом можно предположить, что после того, как сформировались наноструктуры $3C-SiC$, они могли быть зарощены эпитаксиальным слоем со структурой политипов либо $6H-SiC$, либо $3C-SiC$. К сожалению, на сегодняшний день мы не имеем убедительных структурных доказательств того, какая из этих ситуаций на самом деле реализуется, хотя спектры фотолюминесценции исследовавшихся структур оказались аналогичными спектрам ФЛ $3C-SiC/6H-SiC$ гетероструктур [4], что говорит в пользу первого предположения.

Для понимания механизма роста эпитаксиальных слоев с массивом наноструктур SiC как на поверхности, так и зарощенных необходимы новые исследования.

Работа выполнена при частичной поддержке грантов РФФИ 03-02-160546 и 04-02-01-6632а.

Список литературы

- [1] Лебедев А.А., Мосина Г.Н., Никитина И.П., Савкина Н.С., Сорокин Л.М., Трегубова А.С. // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. В. 24. С. 57–63.
- [2] Лебедев А.А., Стрельчук А.М., Давыдов Д.В., Савкина Н.С., Кузнецов А.Н., Сорокин Л.М. // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28. С. 89–94.
- [3] Savkina N.S., Lebedev A.A., Davydov D.V., Strelchuk A.M., Tregubova A.S. et al. // Mat. Science & Eng. 2000. B77. P. 50.
- [4] Лебедев А.А., Нельсон Д.К., Разбирин Б.С., Сайдашев И.И., Кузнецов А.Н., Черенков А.Е. // ФТП. 2005. Т. 39. В. 10. С. 1236–1238.
- [5] Cocksayne B. et al. // Instr. Phys. Conf. Ser. N 192: Section 10. Paper presented at Microsc. Semicond. Mat. Conf. Oxford, 25–28 March 2001. P. 376.