

06

## Нитрид алюминия на кремнии: роль промежуточного SiC слоя и технологии хлоридной газофазной эпитаксии

© В.Н. Бессолов, Ю.В. Жиляев, Е.В. Коненкова, Л.М. Сорокин,  
Н.А. Феоктистов, Ш. Шарофидинов, М.П. Щеглов,  
С.А. Кукушкин, Л.И. Метс, А.В. Осипов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург  
Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург  
E-mail: bes@triat.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 28 января 2010 г.

Предложен и экспериментально реализован новый подход к созданию методом хлоридной газофазной эпитаксии слоев AlN толщиной  $\sim 0.1-10 \mu\text{m}$  на кремниевой подложке за счет формирования промежуточных тонких 3C-SiC слоев (100 nm).

Обнаружено, что на поверхности слоя AlN присутствуют волнообразные выпуклые полосы высотой порядка 40 nm, которые расположены в местах формирования блочной структуры слоя. Предполагается, что образование этих волнообразных структур вызвано морфологической неустойчивостью слоев AlN, возникающей в связи с ускоренным ростом в области границ блоков.

Экспериментально доказано, что при низких скоростях слои AlN растут посредством послынного (quasi-2D) механизма, который позволяет получить слои AlN с полуширинами кривой качания рентгеновской дифракции (0002)  $\omega_\theta = 2100 \text{ arcsec}$ .

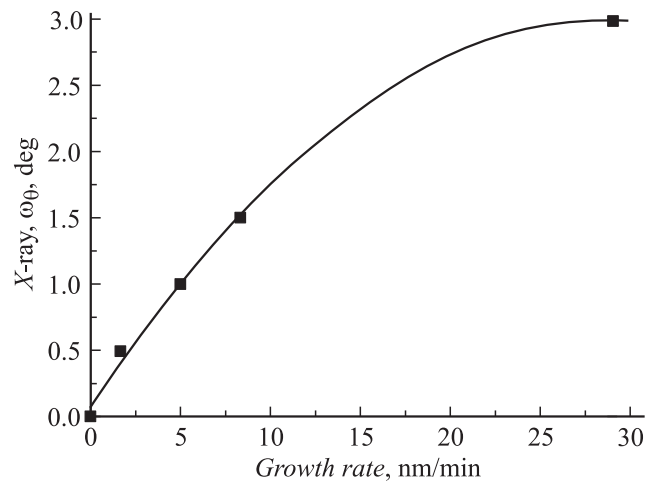
Нитрид алюминия (ширина запрещенной зоны  $E_g = 6.2 \text{ eV}$ , коэффициент теплопроводности  $2.8 \text{ W/cm} \cdot \text{K}$ ) является перспективным материалом для создания приборов УФ-оптоэлектроники, мощной, высокочастотной и биосенсорной электроники, а также является эффективным материалом при создании буферных слоев на кремниевой подложке для приборов нитрид-галлиевой оптоэлектроники. Хорошо известно, что параметры таких приборов в сильной степени зависят от качества эпитаксиальных слоев AlN, которое, в свою очередь, во многом определяется химическим составом и кристаллической структурой подложки. На сегодняшний день слои AlN выращива-

ют магнетронным распылением, пульсирующим лазерным осаждением (PLD), а также методами молекулярно-пучковой (МВЕ), газофазной из металлоорганических соединений (МОСVD) и хлоридной газофазной (HVPE) эпитаксиями. Подложками для роста пленок AlN, как правило, являются монокристаллы карбида кремния, сапфира и кремния. Как известно, параметры решеток и кристаллов AlN и SiC различаются примерно на 1%, AlN и сапфира — на 14%, а AlN и Si — на 23% [1]. Существенное отличие и в коэффициентах термического расширения решеток AlN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, и Si:  $(6.2, 9.4 \text{ и } 3.8) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  выдвигает дополнительный аргумент в пользу использования карбида кремния в качестве подложки для выращивания слоев AlN. Высокая стоимость подложек SiC вынуждает исследователей прикладывать усилия для создания низкодефектных слоев AlN на наиболее дешевой подложке — Si. Среди немногочисленных работ, посвященных эпитаксии нитрида алюминия на кремнии, структурное совершенство слоев оценивалось в основном полушириной кривой рентгеновской дифракции (FWHM)  $\omega_\theta$  и  $\omega_{2\theta}$ . Методом магнетронного распыления получены слои AlN на подложках Si(100) с FWHM  $\omega_{2\theta} = 18 \text{ arcmin}$  [2], с помощью МВЕ на 3-inch подложках Si(111) выращен слой AlN толщиной 90 nm с FWHM  $\omega_{2\theta} = 11 \text{ arcmin}$  [3], технологией МОСVD на Si(111) получен слой AlN толщиной 75 nm, который имел  $\omega_\theta = 1.4 \text{ deg}$  [4]. Методом HVPE удалось вырастить толстый (112  $\mu\text{m}$ ) слой AlN на Si(111) подложке, с плотностью дислокаций  $3 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$  [5]. Для повышения качества AlN при эпитаксии HVPE на Si(111) недавно было предложено использовать промежуточный слой 3C-SiC, который предварительно формировали методом CVD [6], однако данных по рентгеновской дифракции авторы работ [5,6] не приводили.

Цель работы состояла в сравнительном изучении структурных особенностей слоев нитрида алюминия, выращенных на кремниевой подложке, как с промежуточным слоем SiC, так и без него.

Для достижения поставленной цели вначале на подложке Si(111) по методу [7] формировали тонкий ( $\sim 100\text{--}200 \text{ nm}$ ) слой 3C-SiC с FWHM  $\omega_\theta = 30\text{--}60 \text{ arcmin}$ .

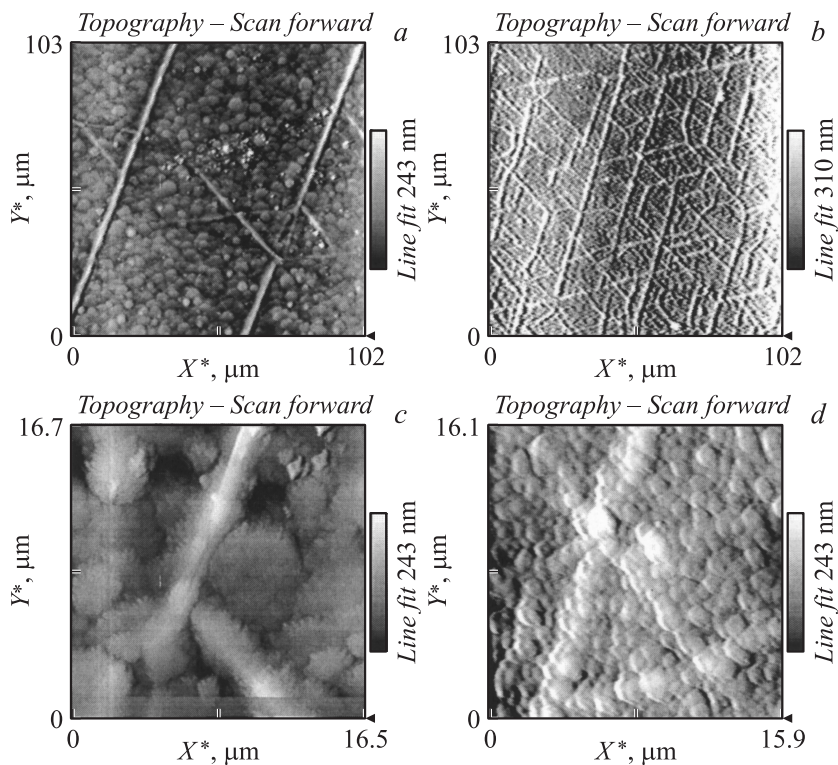
Затем на структурах 3C-SiC/Si(111) — „template“ или подложке Si(111) выращивали слои AlN ( $\sim 0.1\text{--}10 \mu\text{m}$ ) по методике, аналогичной описанной в [8]. При эпитаксии AlN подложка Si(111) либо „template“ SiC/Si вращались в реакторе с частотой 60 rpm при температуре 1080°C и соотношении потоков  $\text{H}_2/\text{NH}_3 = 5 : 1$ .



**Рис. 1.** Зависимость величины FWHM кривых качания для брэгговского рефлекса (0002) –  $\omega_{\theta}$  от скорости роста слоя AlN.

При твердотельной эпитаксии SiC, во-первых, одновременно формируется ансамбль пор, приводящий практически к полной релаксации упругой деформации, связанной с различием постоянных решетки SiC и Si(111), а во-вторых, этот метод позволяет получить не только кубический политип SiC, но и ряд гексагональных политипов данного материала [7]. В работе [9] нами было экспериментально показано, что в структурах GaN/AlN/SiC/Si происходит снижение упругой деформации в нитриде галлия за счет использования промежуточного слоя карбида кремния.

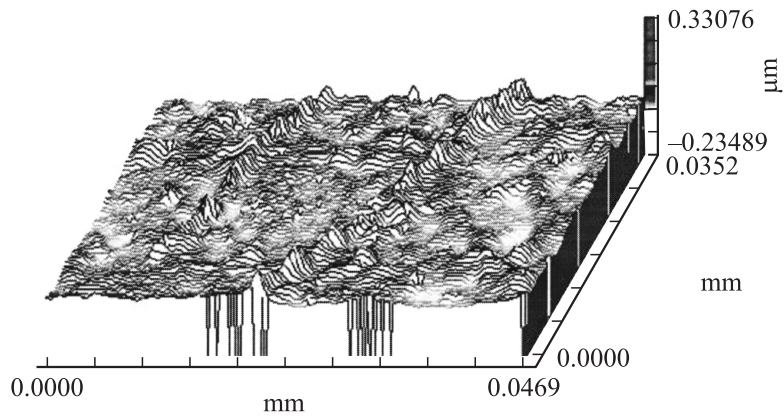
Рентгенодифракционные измерения слоев AlN, выращенных на подложках Si и SiC/Si „template“, показали, что величина кривых FWHM для брэгговского рефлекса (0002) –  $\omega_{\theta}$ , во-первых, меньше на структурах с карбид-кремниевым подслоем и, во-вторых, уменьшается с уменьшением скорости роста слоя AlN (рис. 1). Влияние промежуточного буферного SiC слоя при эпитаксии AlN на кремнии оценивалось с помощью оптического профилометра New View-6000 и атомно-силовой микроскопии. В обоих типах структур видна характерная сетка линий ромбовидной формы с размерами ячейки  $50 \times 50 \mu\text{m}$  для



**Рис. 2.** Изображение поверхности AlN, полученное атомно-силовой микроскопией для двух структур: AlN/Si (*a, c*) и AlN/SiC/Si (*b, d*).

структур AlN/Si (рис. 2, *a*) и  $15 \times 15 \mu\text{m}$  для структур AlN/SiC/Si. В структурах AlN/SiC/Si в области границ сетки линий (рис. 2, *d*), т.е. над их поверхностью, во-первых, толщина эпитаксиального слоя нитрида алюминия больше, чем над центром ячейки, на  $\sim 40 \text{ nm}$  (рис. 3) и во-вторых, отсутствуют трещины на поверхности слоя. В структурах AlN/Si область границ сетки линий содержит трещины на поверхности слоя (рис. 2, *c*).

Большая частота сетки линий в отсутствие трещин в структурах AlN/SiC/Si связана, по нашему мнению, с разными механизмами роста



**Рис. 3.** Изображение поверхности AlN для структуры AlN/SiC/Si, полученное с использованием оптического профилометра New View-6000.

на подложке и „template“. Действительно, исследования эпитаксиального роста слоев AlN методом MBE и MOCVD на подложке Si, проведенные ранее, показали, что структура слоев AlN столбчатая. Наличие сетки линий с одной стороны, а также обнаружение нами факта увеличения скорости роста слоя вдоль этих линий (рис. 2, *b, d*) только в структурах AlN/SiC/Si свидетельствует о послойном (quasi-2D growth) эпитаксиальном механизме роста нитрида алюминия на „template“. Это напрямую следует из того, что скорость роста в области линий выше, чем в остальной части этого столба. Этот экспериментальный факт был зафиксирован нами именно при росте AlN на кремнии с промежуточным слоем карбида кремния (рис. 2, *d*), при эпитаксии же AlN без промежуточного слоя данные атомно-силовой микроскопии подтверждают наличие существенно большего размера блоков нитрида алюминия, разделенных пустотами (рис. 2, *c*), что характерно для 3D-механизма роста. Предполагается, что образование этих волнообразных структур связано с потерей морфологической устойчивости формы поверхности, вызванной упругими напряжениями, как из-за различия в межатомных параметрах слоев и их термических коэффициентов расширения, так и в результате ускоренного роста пленки AlN в области скопления дислокаций [10]. Следует отметить, что проявление (quasi-2D growth) механизма роста AlN при использовании промежуточ-

Сравнение экспериментальных параметров ( $h$  — толщина, FWHM  $\omega_\theta$ ), слоев AlN, выращенных на различных подложках

AlN/подложка	hk*1	$h$ , $\mu\text{m}$	$\omega_\theta$ , arcmin	Метод	Литература
AlN/Al2O3	(0002)	28	6	LP-HVPE	[12]
AlN/6H-SiC	(0002)	9.3	10	HVPE	[13]
AlN/Si(111)	(0002)	0.075	84	МОСVD	[4]
AlN/3C-SiC/Si(111)	(0002)	$\sim 1$	35	HVPE	Our date

ного карбид-кремниевый слой на кремниевой подложке в методе HVPE происходит в сильно неравновесных условиях газофазной реакции [11].

Для оценки качества слоев AlN, выращенных на 3C-SiC/Si „template“, приведены литературные данные X-гау измерений для слоев, выращенных HVPE на сапфировой, карбид-кремниевой подложках и МОСVD на кремниевой подложке (см. таблицу). Видно, что использование промежуточных слоев карбида кремния позволяет достичь рекордных значений величины  $\omega_\theta$  при эпитаксии AlN на кремнии.

Таким образом, экспериментально реализован новый подход при создании газофазной хлоридной эпитаксией слоев AlN толщиной (0.1–10  $\mu\text{m}$ ) на кремниевой подложке за счет формирования методом твердофазной эпитаксии тонких 3C-SiC слоев (100–200 nm) в качестве промежуточных. Обнаружено, что на поверхности слоя AlN присутствуют волнообразные выпуклые полосы высотой порядка 40 nm. Полосы расположены в местах формирования блочной структуры слоя. Показано, что использование промежуточных слоев и низких скоростей роста в методе HVPE позволяет вырастить нитрид алюминия толщиной  $\sim 1 \mu\text{m}$  с полушириной кривой качания рентгеновской дифракции (FWHM) (0002)  $\omega_\theta = 2100 \text{ arcsec}$ . Показано, что такой подход перспективен для получения качественных слоев нитрида алюминия на кремниевой подложке.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты №№ 10-03-00433, 09-03-00596, 09-01-92653-ИНД), Госконтракта № 02.513.11.0017, программ РАН „Основы фундаментальных исследований нанотехнологий и наноматериалов“; Фонда поддержки науки и образования, СПб.

## Список литературы

- [1] *Masri P.* et al. // *Phys. Stat. Sol. (C)*. 2002. V. 0. P. 355.
- [2] *Zhang J.X.* et al. // *Surface & Coating Technology*. 2005. V. 198. P. 68.
- [3] *Chuan L.S.* et al. // *Surface Rev. Lett.* 2009. V. 16. P. 99.
- [4] *Zhao J.L.* et al. // *Appl. Phys. Lett.* 2009. V. 94. P. 093 506.
- [5] *Kumagai Y.* et al. // *Jap. J. Appl. Phys.* 2007. V. 46. P. L389.
- [6] *Kotiyama J.* et al. // *J. Crystal Growth*. 2008. V. 310. P. 96.
- [7] *Кужушкин С.А., Осипов А.В.* // *ФГТ*. 2008. Т. 50. В. 7. С. 1188.
- [8] *Бессолов В.Н.* и др. // *Письма в ЖТФ*. 2005. Т. 31. В. 21. С. 30.
- [9] *Аксянов И.Г.* и др. // *Письма в ЖТФ*. 2008. Т. 34. В. 11. С. 54.
- [10] *Kardar M.* et al. // *Phys. Rev. Lett.* 1989. V. 56. P. 89.
- [11] *Segal A.S.* et al. // *Phys. Stat. Sol. (C)*. 2009. V. 6. P. 5329.
- [12] *Tsujisawa K.* et al. // *Phys. Stat. Sol. (C)*. 2007. V. 4. P. 2252.
- [13] *Usikov A.* et al. // *Phys. Stat. Sol. (C)*. 2008. V. 5. P. 1825.