06,13

Пироэлектрический и пьезоэлектрический отклики тонких пленок AIN, эпитаксиально выращенных на подложке SiC/Si

© С.А. Кукушкин¹⁻³, А.В. Осипов^{1,2}, О.Н. Сергеева⁴, Д.А. Киселев⁵, А.А. Богомолов⁴, А.В. Солнышкин⁴, Е.Ю. Каптелов⁶, С.В. Сенкевич^{1,6}, И.П. Пронин⁶

¹ Институт проблем машиноведения РАН,

Санкт-Петербург, Россия

² Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет

информационных технологий, механики и оптики,

Санкт-Петербург, Россия

³ Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,

Санкт-Петербург, Россия ⁴ Тверской государственный университет,

Тверь, Россия

⁵ Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", Москва, Россия

⁶ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,

Санкт-Петербург, Россия

E-mail: o_n_sergeeva@mail.ru

(Поступила в Редакцию 30 октября 2015 г.)

Представлены результаты пироэлектрических и пьезоэлектрических исследований пленок AlN, сформированных методами хлорид-гидридной эпитаксии (ХГЭ) и молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) на выращенных методом замещения атомов эпитаксиальных нанослоях SiC на Si. Исследовалась топография поверхности, пьезоэлектрический и пироэлектрический отклики пленок AlN. Результаты исследования показали, что вертикальная составляющая пьезоотклика в пленках AlN, выращенных методом ХГЭ, более однородная по площади пленки, чем в пленках AlN, выращенных методом МЛЭ. Однако сама величина сигнала у пленки AlN, синтезированной МЛЭ, оказалась выше. Экспериментально обнаружен эффект инверсии полярной оси (вектора поляризации) при переходе от пленок AlN, выращенных методом МЛЭ, к пленкам, выращенным методом ХГЭ. Показано, что полярная ось в пленках, выращенных методом МЛЭ, направлена от свободной поверхности пленки к подложке Si, тогда как в пленках, выращенных методом ХГЭ, вектор поляризации, напротив, направлен к поверхности образца.

С.А. Кукушкин, А.В. Осипов и С.В. Сенкевич благодарят Российский научный фонд за финансовую поддержку данной работы (грант № 14-12-01102).

АСМ исследования выполнены на оборудовании ЦКП "Материаловедение и металлургия" НИТУ "МИСиС" при поддержке Минобрнауки.

1. Введение

Нитрид алюминия (AlN) широко используется в различных областях техники, в частности в конструкциях по отводу тепла благодаря высокой тепло- и температуропроводности, в оптоэлектронике для создания твердотельных сине-зеленых излучателей, в микроэлектромеханике для создания акустических приемников и излучателей [1–4]. В последнем случае используются тонкие слои AlN микронной или субмикронной толщины.

Нитрид алюминия является широкозонным полупроводником с шириной запрещенной зоны ~ 6.3 eV. Даже тонкие слои AIN обладают высоким удельным сопротивлением ($\sim 10^{11}-10^{12}~\Omega\cdot m$). Кристаллическая структура AIN относится к вюрцитной группе и характеризуется полярной осью шестого порядка, которая является преимущественно и ростовой осью (или (0002) ростовой текстурой), ориентированной нормально к плоскости подложки.

На практике большинство пленок AlN, выращенных на практически значимых подложках (в первую очередь,

на подложках монокристаллического кремния), являются поликристаллическими. Поэтому полярные свойства данного материала используются не в полную силу. Получение монокристаллических пленок AlN связано с выбором подложек с родственной кристаллической структурой и близкими параметрами решетки. В случае с кремниевой подложкой рассогласование параметров решетки (0002) AlN и (111) Si превышает 20%, что приводит к растрескиванию тонких пленок нитрида алюминия при осаждении на кремниевую пластину.

Одним из способов, предотвращающих растрескивание, является использование буферных слоев. Разработанная в [5,6] оригинальная технология формирования буферного слоя карбида кремния (SiC) методом замещения атомов на подложке кремния позволяет выращивать эпитаксиальные слои SiC толщиной порядка 100 nm. На этих подложках, благодаря небольшому рассогласованию параметров решеток AlN и SiC (порядка 1%), были успешно выращены эпитаксиальные пленки AlN как методом хлоридной газофазной эпитаксии (ХГЭ) [7], так и методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ). Пленки, выращенные методом ХГЭ, как правило, имели полуширину рентгеновской кривой качания (FWHM $_{\omega-\theta}$) FWHM $_{\omega-\theta} \sim 2100-2400$ arcsec [7,8]. На поверхности данных пленок присутствовали волнообразные выпуклые полосы высотой порядка 40–100 nm, которая зависела от толщины пленки [7,8].

Пленки AlN, синтезированные методом МЛЭ на (111)SiC/(111)Si подложке, у которой (111)-ось кремниевого кристалла отклонялась от нормали к поверхности на 4 градуса, имели полуширину рентгеновской кривой качания FWHM_{$\omega-\theta$} ~ 1080–1200 arcsec [9]. Поверхность этих пленок была гладкой.

Целью настоящей работы являлось исследование особенностей пьезоэлектрического и пироэлектрического откликов в эпитаксиальных пленках AlN, выращенных ХГЭ и МЛЭ методами.

2. Методы и результаты исследования

Топография и пьезоэлектрический отклик были получены с использованием зондовой сканирующей нанолаборатории Ntegra (HT–MДТ, Зеленоград). Пьезоэлектрический отклик измерялся в контактном режиме (5 V, частота — 100 kHz). Для оценки пироэлектрического отклика использовался лазерный модуль CLM-18451R-980 ($\lambda = 980$ nm, P = 220 mW), тепловой поток которого модулировался импульсами прямоугольной формы в диапазоне частот 10 Hz–10 kHz.

На рис. 1 представлено изображение, полученное методом растровой электронной микроскопии (РЭМ), скола поверхности пленки AlN ((0002)AlN/(111)SiC/Si), выращенной при помощи метода МЛЭ на слое SiC. Пленка SiC была выращена на кремниевой подложке ориентации (111) с отклонением на 4° в сторону поверхности (100). Толщина слоя нитрида алюминия составляла $\approx 1 \,\mu$ т, буферного слоя SiC — около 100 nm. Как можно видеть из рис. 1, поверхность пленки AlN покрыта "чешуйками" AlN, ориентированными вдоль одного определенного направления подложки. Эти "чешуйки" есть ничто иное, как вицинальные ступени



Рис. 1. РЭМ-изображение гетероструктуры AlN/SiC/Si [9].



Рис. 2. Изображение вертикальной составляющей пьезоэлектрического отклика по площади тонких пленок AlN, выращенных $X\Gamma\Im$ (*a*) и МЛЭ (*b*) методами.

роста AlN, которые однозначно свидетельствуют о росте пленки AlN в условиях, близких к равновесию, и о высоком совершенстве ее эпитаксиального слоя [10]. Подобный послойный механизм роста характерен для эпитаксиального роста монокристаллических пленок на вицинальных поверхностях кристаллических подложек.

Различие микроструктуры поверхности пленок AlN, выращенных методами МЛЭ и ХГЭ, отчетливо проявляется на рис. 2, *a* и *b*, отражающих пьезоэлектрический отклик при сканировании их поверхности. Отчетливо видно, что средний размер блоков, достигающий $10-15 \mu$ m, значительно выше в ХГЭ-пленках. На рис. 3, *a* и *b* показаны гистограммы распределения пьезоотклика по поверхности тонких слоев нитрида алюминия. Сравнение этих гистограмм, как и пьезоэлектрических изображений, позволяет говорить о том, что вертикальная составляющая пьезоотклика в пленках AlN, выращенных методом ХГЭ, более однородная по площади пленки, чем в пленках AlN, выращенных методом МЛЭ, однако сама величина сигнала у AlN, выращенной методом МЛЭ, оказалась в среднем выше.



Рис. 3. Статистическое распределение величины вертикальной составляющей пьезоэлектрического отклика тонких пленок AlN, выращенных $X\Gamma \ni (a)$ и МЛ $\ni (b)$ методами.

Кроме того, представленные распределения пьезосигнала свидетельствуют о том, что полярная ось (вектор поляризации) в большинстве блоков пленок, выращенных методом МЛЭ, ориентирована по направлению к подложке, тогда как в пленках, синтезированных методом ХГЭ, напротив, направлена по направлению к свободной поверхности образца.

Для исследования пироэлектрического отклика на поверхности слоя AlN формировалась сетка контактных платиновых площадок размером $500 \times 500 \,\mu$ m. Нижним электродом конденсатора служила кремневая пластина. Формы электрических откликов (1) на воздействие модулированного лазерного излучения представлены на рис. 4. Сигнал (2) является опорным, который воспроизводит форму модуляции лазерного излучения. На рис. 4, *a* и 4, *b* представлены электрические отклики (1), полученные на МЛЭ пленках. Как видно, электрический отклик имеет сложную форму. В начальный момент воздействия теплового импульса наблюдается электрический отклик значительной величины, природа которого не вполне очевидна, так как рассчитанный по этим значениям тока пирокоэффициент по формуле, представленной в работе [11], имеет величину порядка $2 \cdot 10^{-3}$ С/m² · К, что является, на наш взгляд, аномальным значением для линейных пироэлектриков. Возможно, как было отмечено в работе [9], этот сигнал может быть обусловлен наличием нестационарного фототока короткого замыкания от подложки. Пироэлектрический отклик от данной структуры мы отождествляем с "полкой", увеличенный вид которой представлен на рис. 4, *b*. Несмотря на слабый сигнал, направление пироотклика по отношению к опорному сигналу говорит об ориентации вектора поляризации в направлении от свободной поверхности пленки к подложке, что коррелирует с данными силовой микроскопии пьезоотклика.

На рис. 4, c представлен электрический отклик (1) ХГЭ пленки. Пироотклик более четко выражен, а его полярность говорит о направлении полярной оси, ориентированной от подложки к свободной поверхности. Таким образом, данные пироэлектрического отклика подтверждают результаты, полученные с использованием силовой микроскопии пьезоотклика, и говорят о том, что преимущественная ориентация полярного вектора в пленках AlN зависит от технологии их осаждения.



Рис. 4. Осциллограммы электрических откликов, наблюдаемые при воздействии модулированного лазерного излучения с частотой 1 kHz для гетероструктуры AlN/SiC/Si: (*a*) и (*b*) для пленок AlN, выращенных методом МЛЭ, (*c*) — для пленок, выращенных методом ХГЭ.



Рис. 5. Частотная зависимость полного электрического отклика (a) и пироэлектрического отклика (b) AlN/SiC/Si гетероструктуры, выращенной методом МЛЭ. Кривые 1 и 2 — включение и выключение лазерного излучения соответственно.



Рис. 6. Расчетная (по формуле, представленной в [11]) частотная зависимость пироотклика для гетероструктуры AlN/SiC/Si.

Рис. 5 отражает частотные зависимости величин начального импульса электрического (рис. 5, a) и пироэлектрического (рис. 5, b) откликов МЛЭ пленок. Как видно из представленных экспериментальных результатов, начальный импульс практически не зависит от частоты модуляции, в то время как пироэлектрический отклик, начиная с частот порядка 3–5 kHz, растет. Подобное поведение пироотклика коррелирует с теоретическим расчетом поведения пироотклика с ростом частоты для пленочных структур, описанным в [12] и представленным для исследованных нами пленок на рис. 6, а также с экспериментальными данными, приведенными в [13] для пленок РZТ.

3. Заключение

1. Исследована топография поверхности, пьезоэлектрический и пироэлектрический отклики от пленок AlN, выращенных методами хлорид-гидридной эпитаксии и молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках Si с буферным слоем SiC.

2. Исследования, проведенные двумя независимыми методами: силовой пьезоэлектрической микроскопии и динамическим методом исследования пироэффекта, показали, что полярная ось в пленках, выращенных методом МЛЭ, направлена по направлению к подложке Si, тогда как в пленках, выращенных методом ХГЭ, вектор поляризации, напротив, направлен по направлению к поверхности.

3. Экспериментально полученная частотная зависимость пироэлектрического отклика МЛЭ пленок подтверждается теоретически рассчитанной.

Список литературы

- V. Fuflyigin, E. Salley, A. Osinsky, P. Norris. Appl. Phys. Lett. 77, 3075 (2000).
- [2] S. Trolier-McKinstry, P. Muralt. J. Electroceram. 12, 7 (2004).
- [3] K. Tonisch, V. Cimalla, Ch. Foerster, H. Romanus, O. Ambacher, D. Dontsov. Sensors Actuators A **132**, 658 (2006).
- [4] E.E. Crisman, J.S. Derov, A.J. Drehman, O.J. Gregory. Electrochem. Solid State Lett. 8, 3, H31 (2005).
- [5] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. ФТТ 50, 1188 (2008).
- [6] S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. J. Phys D. 47, 313 001 (2014).
- [7] 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. ПЖТФ 36, 11, 17 (2010).
- [8] 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. Опт. журн. 78, 7, 23 (2011).
- [9] O.N. Sergeeva, A.A. Bogomolov, A.V. Solnyshkin, N.V. Komarov, S.A. Kukushkin, D.M. Krasovitsky, A.L. Dudin, D.A. Kiselev, S.V. Ksenich, S.V. Senkevich, E.Yu. Kaptelov, I.P. Pronin. Ferroelectrics 477, 443 (2015).
- [10] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. Успехи физ. наук 168, 10, 1083 (1998).
- [11] H.J. Zajosz. Thin Solid Films 62, 2, 229 (1979).
- [12] S.V. Yablonskii, E.A. Soto-Bustamante. J. Exp. Theor. Phys. 111, 814 (2010).
- [13] M. Botea, A. Iuga, L. Pintilie. Appl. Phys. Lett. 103, 232 902 (2013).