

07

Генерация и релаксация напряжений в гетероструктуре (Al, Ga)N/6H-SiC при росте методом плазменно-активированной молекулярно-пучковой эпитаксии

© Д.В. Нечаев, А.А. Ситникова, П.Н. Брунков, С.В. Иванов,
В.Н. Жмерик

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
E-mail: nechayev@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 13 декабря 2016 г.

Исследованы *in situ* генерация и релаксация напряжений в гетероструктуре $\text{Al}_{0.25}\text{Ga}_{0.75}\text{N}/\text{GaN}/\text{AlN}$ общей толщиной более $3\ \mu\text{m}$ в процессе ее роста на подложке 6H-SiC методом низкотемпературной плазменно-активированной молекулярно-пучковой эпитаксии при температурах подложки $690\text{--}740^\circ\text{C}$. При комнатной температуре слои AlN и GaN показали остаточные сжимающие напряжения величиной -2.3 и -0.1 GPa соответственно, что позволило исключить растрескивание структуры при ее постростовом остывании.

DOI: 10.21883/PJTF.2017.09.44578.16607

Для производства высокочастотных, мощных и радиационно-стойких транзисторов необходимы качественные гетероструктуры (ГС) в системе материалов (Al, Ga)N. Вследствие отсутствия коммерчески доступных гомоэпитаксиальных подложек рост транзисторных ГС методами газофазной и молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) проводится на гетероподложках 6H-SiC, *c*-Al₂O₃, Si(111) и др. Первые, наряду с высокой теплопроводностью (даже по сравнению с 4H-SiC [1]), обладают наименьшим рассогласованием (ϵ_m) α -постоянных решеток подложки 6H-SiC (a_s) и буферного слоя AlN (a_f) $\epsilon_m = (a_s - a_f)/a_s = -1\%$ [2]. Однако, несмотря на это относительно небольшое рассогласование, на первых этапах развития технологий при росте буферных слоев AlN/6H-SiC наблюдались высокие плотности прорастающих дислокаций (ПД) (до $> 10^{10}\ \text{cm}^{-2}$) [3]. Это связывалось с грубой морфологией

поверхности подложек и низким структурным качеством начальных слоев ГС. Лишь по мере улучшения качества предэпитаксиальной химико-механической полировки подложек и оптимизации начальных условий роста концентрации ПД в активных областях ГС были снижены до значений $10^8-10^9 \text{ cm}^{-2}$ [4].

Другой существенной проблемой роста (Al,Ga)N ГС является образование трещин в буферных слоях AlN/6H-SiC вследствие генерации в них растягивающих напряжений, обусловленных развитием в них внутренней зеренной структуры [3], несмотря на обратный знак кристаллографического несогласования постоянных решетки в этой ГС. Кроме того, растягивающие напряжения всегда вводятся в транзисторные ГС с Ga-содержащими слоями (Al,Ga)N во время их постростового охлаждения из-за различия линейных коэффициентов теплового расширения (α) для этих слоев ($\alpha_{\text{GaN}} = 5.59 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [5]) и подложки 6H-SiC ($\alpha_{\text{AlN}} = \alpha_{\text{SiC}} = 4.2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [6]).

Согласно оценкам, выполненным с помощью различных моделей, значение критической толщины для гетероструктуры AlN/6H-SiC составляет от 3.5 до 20 nm [7]. Действительно, при росте зародышевых слоев AlN с помощью высокотемпературной газофазной эпитаксии (температура подложки $T_s > 1000^\circ\text{C}$) наблюдаются практически полная релаксация напряжений в самом начале роста [8] и даже переход к растягивающим напряжениям при дальнейшем росте [3]. При росте следующих буферных слоев GaN наблюдается сильная степень релаксации начальных сжимающих напряжений в ГС GaN/AlN. В результате все эти процессы вместе с генерацией постростовых растягивающих напряжений могут приводить к растрескиванию (cracking) приборных ГС [9].

Наилучшим решением этой проблемы является развитие методов псевдоморфного роста слоев в транзисторных ГС AlGaIn/GaN/AlN/6H-SiC, что в принципе должно приводить к генерации во всех слоях этой ГС сжимающих напряжений, которые необходимы для компенсации растягивающих напряжений во время ее постростового остывания. При этом достижение более высокого уровня сжимающих напряжений в ГС позволит выращивать более толстые буферные слои GaN, что, как правило, приводит к снижению плотности ПД в верхних (активных) областях ГС. Кроме того, поскольку основными механизмами релаксации напряжений являются введение различных дефектов и переход к трехмерному росту, то псевдоморфный рост должен приводить к снижению

дефектности ГС и двумерному росту. Для решения этой задачи привлекательным выглядит развитие низкотемпературных методов эпитаксии. Так, в [7] при использовании плазменно-активированной (ПА) МПЭ с относительно низкой температурой эпитаксиального роста $T_S \sim 650^\circ\text{C}$ (вместо $T_S = 1200\text{--}1300^\circ\text{C}$, используемых в газофазных эпитаксиальных технологиях) наблюдался псевдоморфный рост слоев AlN на подложках 6H-SiC вплоть до толщин $> 700\text{ nm}$, что было объяснено авторами активационным барьером образования дислокаций [10].

В данной статье исследуются генерация и релаксация напряжений в ГС $\text{Al}_{0.25}\text{Ga}_{0.75}\text{N}/\text{GaN}/\text{AlN}$ с суммарной толщиной более $3\text{ }\mu\text{m}$ во время ее низкотемпературного роста ($T_S < 740^\circ\text{C}$) методом ПА МПЭ на подложке 6H-SiC. В результате демонстрируются остаточные сжимающие напряжения в этой ГС, что объясняется возможностями ПА МПЭ по реализации двумерного роста AlGaN в различных импульсных режимах в металлобогатых условиях, способствующих кинетическому ограничению зарождения и распространения ПД.

ГС выращивалась на установке ПА МПЭ Compact 21T (Riber). Подложка 6H-SiC с двухсторонней полировкой и нанесенным на обратную сторону слоем Ti толщиной 200 nm отжигалась при максимально возможной $T_S = 740^\circ\text{C}$ в течение 40 min . Затем для ее дополнительной очистки проводились два цикла осаждения/испарения нескольких монослоев (ML) Ga при температуре $T_S = 600/740^\circ\text{C}$. Зародышевый слой AlN толщиной 65 nm был выращен в режиме эпитаксии с повышенной миграцией (ЭПМ) [11], в котором использовалась попеременная подача ростовых потоков Al и N^* с номинальными значениями соответствующих толщин $F_{\text{Al}} = F_{\text{N}^*} = 6\text{ ML}$ в каждом цикле. Дальнейший рост слоя AlN толщиной 455 nm проводился посредством металлмодулированной эпитаксии (ММЭ) [12] в металлобогатых условиях ($F_{\text{Al}}/F_{\text{N}^*} > 1.2$) при $T_S = 740^\circ\text{C}$. Во время роста слоя AlN на его поверхность в качестве сурфактанта подавался поток Ga $F_{\text{Ga}} = 0.3\text{ ML/s}$. Слой GaN толщиной $2.8\text{ }\mu\text{m}$ выращивался с помощью ММЭ при $F_{\text{Ga}}/F_{\text{N}^*} > 2.3$ и $T_S = 690^\circ\text{C}$. Верхний слой $\text{Al}_{0.25}\text{Ga}_{0.75}\text{N}$ толщиной 18 nm выращивался в слегка металлобогатых условиях.

Для *in situ* контроля морфологии поверхности и скорости роста слоев использовались дифракция отраженных быстрых электронов (ДОБЭ) и лазерная рефлектометрия. С помощью многолучевого оптического измерителя напряжений (МОИН) непрерывно измерялась кривизна подложки (κ), что позволило оценивать произведе-

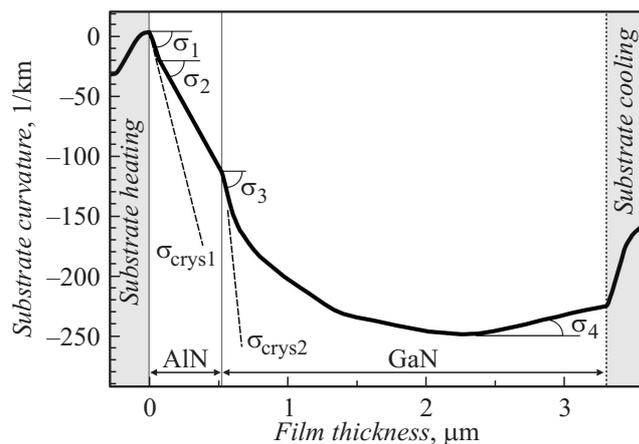


Рис. 1. Данные МОИН во время роста слоев AlN и GaN с инкрементальными напряжениями $\sigma_1 = -3$ GPa, $\sigma_2 = -2.2$ GPa, $\sigma_3 = -6.3$ GPa, $\sigma_4 = +0.4$ GPa. Штриховыми линиями обозначен псевдоморфный рост слоев AlN и GaN с напряжениями $\sigma_{\text{crys1}} = -4.7$ GPa и $\sigma_{\text{crys2}} = -11.2$ GPa соответственно.

ние средней величины напряжений ($\langle \sigma_f \rangle$) на толщину слоя (h_f) через соотношение Стоуни (Stoney) $\langle \sigma_f \rangle h_f = M_s h_s^2 \kappa / 6$ [13], где h_s — толщина подложки, а $M_s = 602$ GPa — биаксиальный модуль упругости подложки 6H-SiC [14]. Для расчетов инкрементальных напряжений ($\sigma_f(h_f)$) использовалось дифференциальное соотношение Стоуни $\sigma_f(h_f) = M_s h_s^2 d\kappa(h_f) / 6d(h_f)$. Кристаллографические напряжения несоответствия (σ_{crys}), соответствующие псевдоморфному росту, рассчитывались по формуле $\sigma_{\text{crys}} = M_{\text{A}_3\text{N}} \varepsilon_m$, где $M_{\text{AlN}} = 470$ GPa и $M_{\text{GaN}} = 449$ GPa — биаксиальные модули упругости слоев A_3N согласно работе Wright [15]. Степень релаксации этих напряжений (γ) вычислялась как $\gamma = 1 - \sigma_f / \sigma_{\text{crys}}$. Морфология поверхности слоев и их структура исследовались на оборудовании федерального ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“ с помощью оптического микроскопа, атомно-силовой микроскопии (АСМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ, JEM 2100-F).

Рис. 1 демонстрирует изменение кривизны подложки на стадиях нагрева, роста ГС $\text{Al}_{0.25}\text{Ga}_{0.75}\text{N}/\text{GaN}/\text{AlN}$ и ее охлаждения. Положитель-

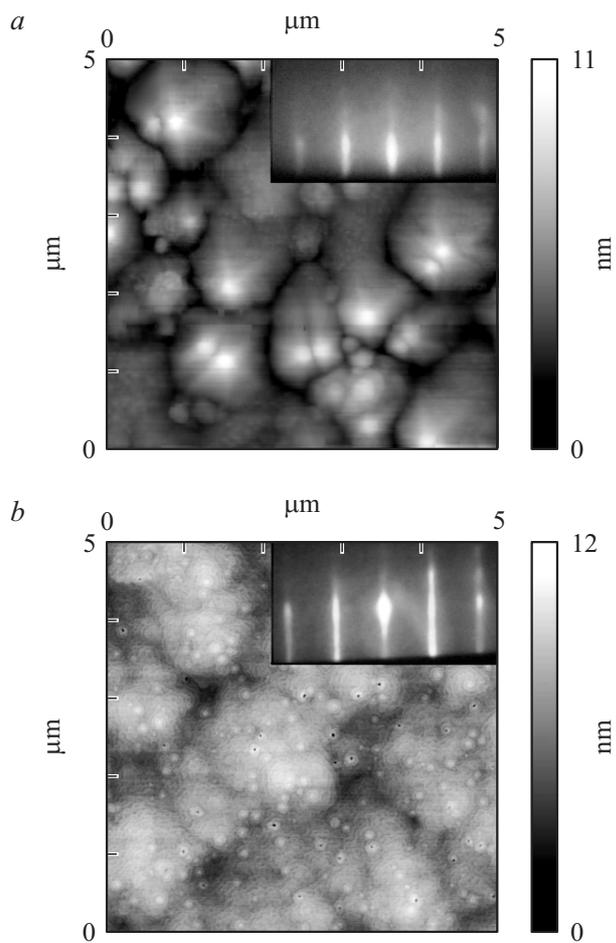


Рис. 2. АСМ-изображения поверхности слоев AlN (*a*) и GaN (*b*) с шероховатостью RMS = 1.5 и 1 nm на площади $5 \times 5 \mu\text{m}$ соответственно. Слои были выращены в импульсных металлобогатых условиях роста при $T_s = 740$ и 690°C соответственно.

ное изменение кривизны $\Delta\kappa = 35 \text{ km}^{-1}$ во время предростового нагрева подложки объясняется генерацией термических напряжений в слое Ti.

Наблюдающееся при росте зародышевого слоя AlN линейное отрицательное изменение кривизны подложки соответствует сжимающим напряжениям $\langle\sigma_f\rangle = \sigma_1 = -3$ GPa, что при значении $\sigma_{\text{crist}} = -4.7$ GPa соответствует степени релаксации $\gamma = 36\%$. При росте буферного слоя AlN с использованием ММЭ наблюдаются меньшие напряжения $\langle\sigma_f = \sigma_2 = -2.2$ GPa, что связано с развитием процесса коалесценции зерен в конце роста зародышевого и начале роста буферного слоев [16]. В итоге средние напряжения в слое AlN составили $\langle\sigma_f\rangle = -2.3$ GPa.

Напряжения $\sigma_3 = -6.3$ GPa наблюдаются и в начальный момент роста буферного слоя GaN на слое AlN, что при значении $\sigma_{\text{crist}2} = -11.2$ GPa соответствует степени релаксации напряжений $\gamma = 44\%$. Однако при дальнейшем росте этого слоя наблюдается постепенная релаксация напряжений, а при достижении им толщины $\sim 1.8 \mu\text{m}$ происходит переход к генерации растягивающих напряжений с постоянной величиной $\sigma_4 = +0.4$ GPa, которые сохраняются вплоть до конца роста GaN ($\langle\sigma_f\rangle = -0.49$ GPa). Такое поведение напряжений в слое GaN, скорее всего, вызвано наклоном прорастающих дислокаций, что, согласно модели Romanov & Speck, должно приводить к инверсии знака напряжений в ГС GaN/AlN [17]. Однако эта модель не может объяснить наблюдающуюся генерацию постоянных растягивающих напряжений в слое GaN, и эта проблема требует дополнительных исследований.

При остывании ГС наблюдается положительное изменение кривизны подложки $\Delta\kappa = 65 \text{ km}^{-1}$, которое соответствует термическим (σ_{th}) растягивающим напряжениям $\sigma_{th} = +0.39$ GPa (с учетом влияния слоя Ti, который изгибал подложку дополнительно на $\Delta\kappa = -35 \text{ km}^{-1}$), что достаточно близко к их расчетной величине $\sigma_{th} = +0.42$ GPa. В результате при комнатной температуре наблюдались остаточные средние сжимающие напряжения в слоях AlN и GaN величиной $\langle\sigma_{res}\rangle = -2.3$ и -0.1 GPa соответственно, вычисленные по формуле $\langle\sigma_{res}\rangle = \langle\sigma_f\rangle + \sigma_{th}$. Отсутствие трещин в образце было подтверждено оптической микроскопией.

Сжимающие напряжения в слое AlN и значительной части вышележащего слоя GaN можно объяснить следующими причинами. Во-первых, это вызвано высоким качеством подложки 6H-SiC, обладающей атомарно-гладкой морфологией поверхности с шероховатостью $\text{RMS} = 0.14 \text{ nm}$ на площади $2 \times 5 \mu\text{m}$. Во-вторых, металлобогатые условия роста слоев AlN и GaN импульсными методами ЭПМ и ММЭ

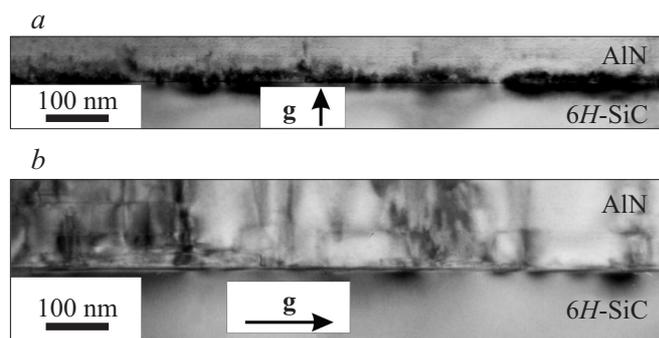


Рис. 3. Поперечные ПЭМ-изображения гетерограницы AlN/6H-SiC, полученные при различных ориентациях вектора дифракции $\mathbf{g} = (0002)$ (a) и $\mathbf{g} = (01\bar{1}0)$ (b).

способствовали поддержанию двумерного механизма эпитаксиального роста, что подтверждалось линейчатой формой рефлексов картин ДОБЭ. Из АСМ-изображений слоев AlN и GaN на рис. 2 следует, что их рост протекал согласно спиральному ступенчато-слоевому механизму, который позволил достичь значений шероховатости на площади $5 \times 5 \mu\text{m}$ $\text{RMS} \sim 1.5$ и ~ 1 nm соответственно. И наконец, росту со сжимающими напряжениями на начальных этапах, по-видимому, способствовало существование при низкотемпературном росте ($T_s < 740^\circ\text{C}$) кинетических ограничений на зарождение различных дефектов на гетерогранице AlN/6H-SiC, включая различные типы дислокаций, дефекты упаковки и др. На это указывают ПЭМ-изображения гетерограницы (рис. 3) с относительно невысокими концентрациями ПД по сравнению с ростом аналогичных слоев AlN на $c\text{-Al}_2\text{O}_3$ [11].

Таким образом, с помощью МОИН исследованы процессы генерации и релаксации упругих напряжений в ГС AlGaIn/GaN/AlN/6H-SiC при ее росте методом низкотемпературной ($T_s = 740^\circ\text{C}$) ПАМПЭ. В частности, продемонстрированы высокие остаточные сжимающие напряжения в толстом слое AlN $\langle \sigma_{res} \rangle = -2.3$ ГПа и сложные процессы генерации и релаксации напряжений в слое GaN толщиной $2.8 \mu\text{m}$, обусловившие в итоге остаточные сжимающие напряжения $\langle \sigma_{res} \rangle = -0.1$ ГПа. Показаны преимущества низкотемпературной ПАМПЭ по сравнению с более высокотемпературными методами эпи-

таксии для роста сжатых слоев AlN и GaN с суммарной толщиной несколько микрон на подложках 6H-SiC, что позволяет решить проблему растрескивания приборных ГС при их постростовом остывании.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 16-32-00844 мол_а).

Список литературы

- [1] *Kukushkin S.A., Osipov A.V., Bessolov V.N.* et al. // *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2008. V. 17. P. 1.
- [2] *Liu L., Edgar J.H.* // *Mater. Sci. Eng. R.* 2002. V. 37. P. 61.
- [3] *Taniyasu Y., Kasu M., Makimoto T.* // *J. Cryst. Growth.* 2007. V. 298. P. 310.
- [4] *Okumura H., Kimoto T., Suda J.* // *Appl. Phys. Exp.* 2011. V. 4. P. 025502.
- [5] *Maruska H.P., Tietjen J.J.* // *Appl. Phys. Lett.* 1969. V. 15. P. 327.
- [6] *Yim W.M., Paff R.J.* // *J. Appl. Phys.* 1974. V. 45. P. 1456.
- [7] *Okumura H., Kimoto T., Suda J.* // *Appl. Phys. Exp.* 2012. V. 5. P. 105502.
- [8] *Cho E., Mogilatenko A., Brunner F.* et al. // *J. Cryst. Growth.* 2013. V. 371. P. 45.
- [9] *Guojian D., Liwei G., Zhigang X.* et al. // *J. Semicond.* 2010. V. 31. P. 033003.
- [10] *Lacey G., Whitehouse C.R., Parbrook P.J.* et al. // *Appl. Surf. Sci.* 1998. V. 123/124. P. 718.
- [11] *Nechaev D.V., Aseev P.A., Jmerik V.N.* et al. // *J. Cryst. Growth.* 2013. V. 378. P. 319.
- [12] *Jmerik V.N., Mizerov A.M., Nechaev D.V.* et al. // *J. Cryst. Growth.* 2012. V. 354. P. 188.
- [13] *Hearne S., Chason E., Han J.* et al. // *Appl. Phys. Lett.* 1999. V. 74. P. 356.
- [14] *Kamitani K., Grimsditch M., Nipko J.C.* et al. // *J. Appl. Phys.* 1997. V. 82. P. 3152.
- [15] *Wright A.F.* // *J. Appl. Phys.* 1997. V. 82. P. 2833.
- [16] *Nix W.D., Clemens B.M.* // *J. Mater. Res.* 1999. V. 14. P. 3467.
- [17] *Cantu P., Wu F., Waltereit P.* et al. // *J. Appl. Phys.* 2005. V. 97. P. 103534.