

06,13

Влияние ориентации кремниевой подложки с буферным подслоем карбида кремния на диэлектрические и полярные свойства пленок нитрида алюминия

© О.Н. Сергеева^{1,2}, А.В. Солнышкин^{1,2}, Д.А. Киселев^{2,3}, Т.С. Ильина³, С.А. Кукушкин^{2,4}, Ш.Ш. Шарофидинов^{2,5}, Е.Ю. Каптелов^{2,5}, И.П. Пронин^{2,5}

¹ Тверской государственный университет,
Тверь, Россия

² Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена,
Санкт-Петербург, Россия

³ Национальный исследовательский технологический университет „МИСиС“,
Москва, Россия

⁴ Институт проблем машиноведения РАН,
Санкт-Петербург, Россия

⁵ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе,
Санкт-Петербург, Россия

E-mail: o_n_sergeeva@mail.ru

Поступила в Редакцию 16 июля 2019 г.

В окончательной редакции 16 июля 2019 г.

Принята к публикации 25 июля 2019 г.

Исследуются диэлектрические и полярные свойства тонких пленок нитрида алюминия (AlN), эпитаксиально выращенных на различно ориентированных кремниевых подложках *p*-типа проводимости с буферным подслоем карбида кремния (SiC), а также на вращенных плоскостях. По результатам исследований полярных свойств двумя независимыми методами — динамического пьезоэффекта и силовой микроскопии пьезоотклика, показано, что использование буферного слоя SiC существенно улучшает полярные свойства тонких слоев нитрида алюминия.

Ключевые слова: подложки кремния с различной ориентацией, вращенные поверхности, буферный слой карбида кремния, тонкие слои нитрида алюминия, пьезоэлектрический эффект, пьезоэлектрический эффект.

DOI: 10.21883/FTT.2019.12.48558.22ks

1. Введение

Оригинальный метод твердофазного замещения атомов кремния атомами углерода на $\langle 111 \rangle$ -ориентированной кремниевой (Si) подложке позволяет выращивать $\langle 111 \rangle$ -эпитаксиальные нанослои карбида кремния (SiC) толщиной 60 — 100 nm, несмотря на то, что различие в параметрах их кристаллических решеток составляет ~ 20% [1–2]. Благодаря наличию буферного слоя SiC появилась возможность выращивать на SiC/(111)Si подложках высококачественные эпитаксиальные слои широкозонных полупроводников-нитридов галлия (GaN) и алюминия (AlN), а также другие слои на их основе. Это связано с тем, что параметры их решеток отличаются менее чем на 1% от соответствующих параметров решетки SiC [3–5]. Таким образом выращенные гетероструктуры позволяют повысить эффективность созданных на их основе оптоэлектронных устройств, в том числе, лазерных фотодиодов, работающих в видимой и ультрафиолетовой областях длин волн [6–8].

Эпитаксиальный рост слоев GaN и AlN на SiC/(111)Si подложке происходит в направлении их полярной $\langle 0002 \rangle$ -гексагональной оси. Поэтому такие слои облада-

ют значительной спонтанной поляризацией [9] и внутренним полем, что отрицательно сказывается на работе светоизлучающих устройств. Поэтому в последнее время предпринимаются попытки получения тонких пленок нитридов, в которых ростовая полярная ось была бы наклонена как можно ближе к поверхности подложки, для чего используются кремниевые пластины с отличной от $\langle 111 \rangle$ ориентации [10–12].

Вместе с тем, полярные слои нитридов обладают пьезоэлектрическими и пьезоэлектрическими свойствами, благодаря чему являются перспективными материалами для микроэлектромеханики (МЭМС) [13] и инфракрасной (ИК) техники [14]. Исследования полярных свойств тонкопленочных широкозонных полупроводников показали, что к числу наилучших пьезоэлектрических материалов относятся тонкие слои AlN, характеризующиеся сочетанием высоких значений электроэлектрических коэффициентов, высокой теплопроводности и низкой электропроводности [15–20]. Однако в большинстве своем исследуемые пленки AlN представляют собой поликристаллические (текстурированные) слои, пьезоэлектрические свойства которых отличаются, как правило, в худшую сторону от кристаллически более совершенных

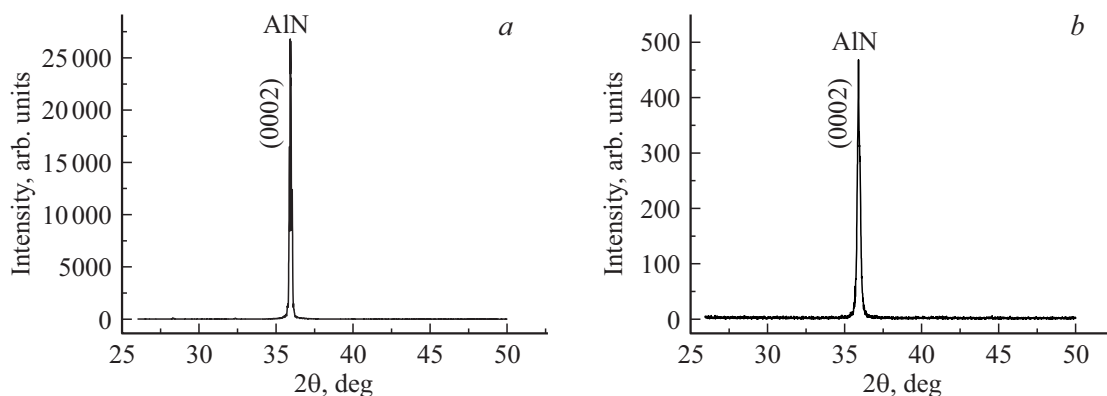


Рис. 1. Дифрактограммы тонких слоев AlN, выращенных на подложках: SiC/(111)Si (a) и SiC/(100)Si (b).

эпитаксиальных пленок. Поэтому можно ожидать, что совершенствование технологии их роста, позволяющее уменьшить остаточную деформацию и растрескивание и улучшить качество поверхности, позволит выращивать пленки с максимальными пьезо- и пьезоэлектрическими параметрами. В этой связи целью настоящей работы являлось исследование полярных свойств тонких слоев AlN, сформированных как на вицинальных SiC/(111)Si подложках, так и на кремниевых (100) и (110) подложках с буферным слоем SiC.

2. Объекты и методы исследования

Слои AlN толщиной 1–2 μm были выращены методом гибридной хлоридной эпитаксии на подложках SiC/Si. Наноразмерный кристаллический слой карбида кремния (50–80 nm) получен методом замещения атомов кремния атомами углерода, разработанным в работе [1]. Карбид кремния осаждался на кремниевые подложки, *p*-типа проводимости, легированные атомами бора. Рост пленок SiC осуществлялся на поверхностях подложек Si (100), (110), (111), а так же и вицинальных поверхностях (100), (110) и (111), отклоненных от этих базовых ориентаций на 2–10°.

Для проведения электрофизических измерений на поверхность AlN наносился массив платиновых контактных площадок размером 1 × 1 mm. В качестве нижнего электрода использовался серебряный контакт, сформированный на свежем кремниевом сколе.

Кристаллическая структура тонких слоев исследовалась с помощью дифрактометра ДРОН-7. Микроструктура и морфология поверхности пленок изучалась методом сканирующей электронной (EVO-40, Zeiss) и атомно-силовой микроскопии (Ntegra Prima, NT-MDT). Локальные пьезоэлектрические характеристики пленок AlN изучались методом силовой микроскопии пьезоотклика (СМП) на сканирующем зондовом микроскопе MFP-3D (Asylum Research). В эксперименте по определению значений эффективного пьезоэлектрического коэффициента (d_{33}) переменное напряжение амплитудой

1–8 V и частотой 50 kHz подавалось на проводящий кантилевер марки NSG10/Pt (Tipsnano), что значительно меньше контактной резонансной частоты системы „зонд–образец“ (~ 800 kHz). Исследования (набор статистики) проводились в трех–четырех различных областях тонкопленочных образцов. Пьезоэлектрические свойства изучались динамическим методом неразрушающего контроля полярного состояния. Использовался прямоугольно модулированный в диапазоне частот 10 Hz–10 kHz тепловой поток, источником которого являлось лазерное излучение с длиной волны 980 nm. Контроль диэлектрического состояния слоев AlN производился с помощью измерителя иммитанса E7-20.

3. Экспериментальные результаты

Характер рентгенографических спектров тонких слоев AlN, выращенных на кремниевых подложках разной ориентации существенно различается по интенсивности рефлекса (0002), отвечающего гексагональной оси (рис. 1). Рефлекс большой интенсивности, представленный на рис. 1, a, отвечает гексагональной оси монокристаллического слоя AlN, сформированного на SiC/(111)Si подложке. Полуполярные слои, выращенные на вицинальных поверхностях (100) и (110) кремниевых подложек, характеризовались ростовой текстурой вдоль гексагональной оси, наклоненной к плоскости подложки. В частности, на вицинальной поверхности (100) Si, отклоненной на 4° (100) величина этого угла составляла ~ 54°44', что полностью соответствовало модели роста AlN, рассмотренной в работе [21]. Слабый по интенсивности рефлекс (0002), представленный на дифрактограмме на рис. 1, b, свидетельствует о наличии незначительных включений кристаллитов AlN, ростовая ось „с“ у которых была ориентирована нормально к плоскости подложки.

Рис. 2, a отражает спектральные зависимости диэлектрической проницаемости тонких пленок AlN, выращенных на подложках с различной ориентацией кремния. По характеру этих данных можно сделать вывод, что

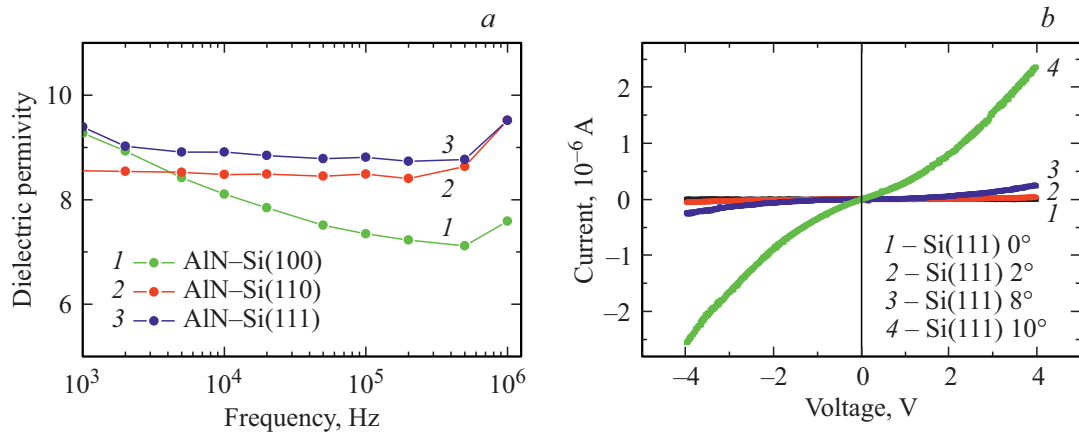


Рис. 2. Частотные зависимости диэлектрической проницаемости тонких слоев AlN, выращенных на подложках SiC/Si различной ориентации (a) и вольт-амперные характеристики слоев AlN, выращенных на вицинальных плоскостях SiC/(111)Si подложек при различных углах отклонения (b).

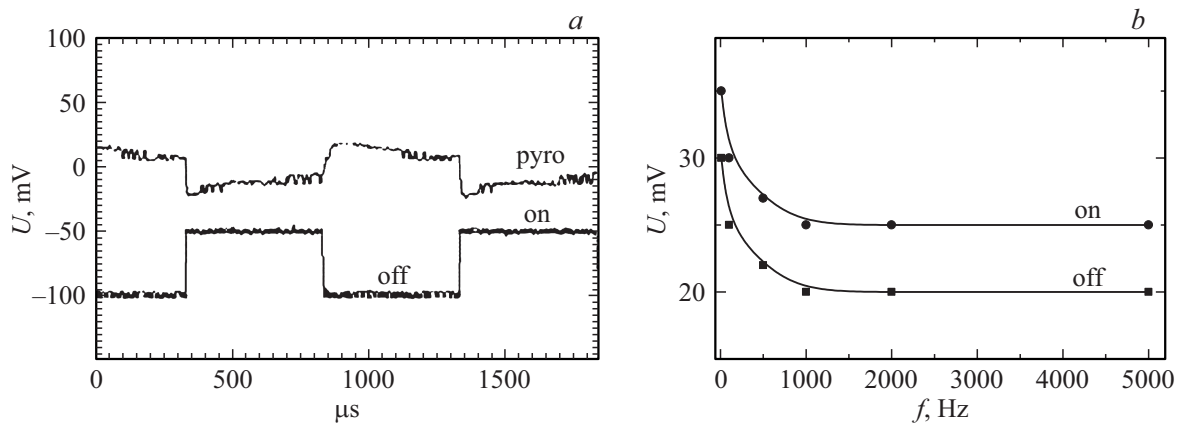


Рис. 3. Типичная форма пироотклика тонкого слоя AlN (1) и модулированного теплового потока (2) (a) и частотные зависимости пироотклика (b).

наилучшими диэлектрическими свойствами обладали пленки, выращенные на (111) и (110) кремниевых подложках, в которых отсутствовала дисперсия диэлектрической проницаемости. Характер вольт-амперных зависимостей свидетельствует о высокой электрической прочности пленок, изготовленных на кремнии основных кристаллографических направлений в диапазоне полей 0–100 kV/cm (рис. 2, b, кривая 1). Однако с ростом угла отклонения от базовой плоскости (на вицинальных плоскостях) увеличивается проводимость образцов и проявляется нелинейность вольт-амперных характеристик (рис. 2, b, кривые 2–4). Это можно связать с увеличением числа проводящих каналов в результате разориентации ростовых зерен и повышения концентрации межкуристаллических границ.

При облучении исследуемых пленок модулированным тепловым излучением возникал биполярный электрический отклик, который изменял форму и величину с ростом частоты, что позволило нам сделать утверждение о его пироэлектрической природе (рис. 3). Типичная форма пироотклика пленок нитрида алюминия приведе-

на на рис. 3, a, и произведен расчет пироэлектрических коэффициентов по формуле

$$\gamma = \frac{2U\rho cd}{W\eta R}, \quad (1)$$

где 2U — сумма амплитуд сигнала пироотклика (нагрев/охлаждение), ρ — плотность слоя AlN, c — удель-

Пироэлектрические коэффициенты тонких слоев AlN, выращенных на кремниевых подложках различной ориентации и вицинальных поверхностях

Структура	$\gamma, 10^{-9} \text{ C/cm}^2 \cdot \text{K}$
AlN/SiC/Si (100)	0.9
AlN/SiC/Si (100) 4°	0.8
AlN/SiC/Si (110)	0.9
AlN/SiC/Si (110) 6°	0.8
AlN/SiC/Si (111)	2.0
AlN/SiC/Si (111) 2°	1.3
AlN/SiC/Si (111) 8°	1.2
AlN/SiC/Si (111) 10°	1.5

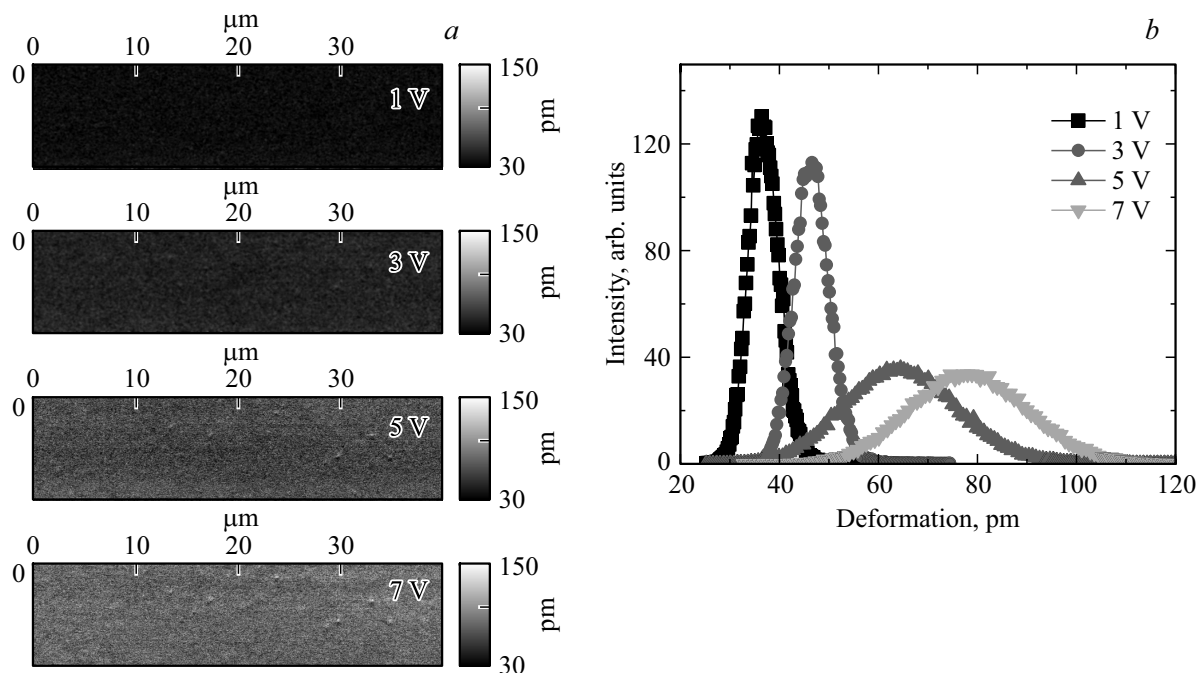


Рис. 4. ПСМ-изображения сигнала пьезоотклика под действием переменного напряжения различной величины (а) и гистограммы распределения амплитуды сигнала пьезоотклика (b).

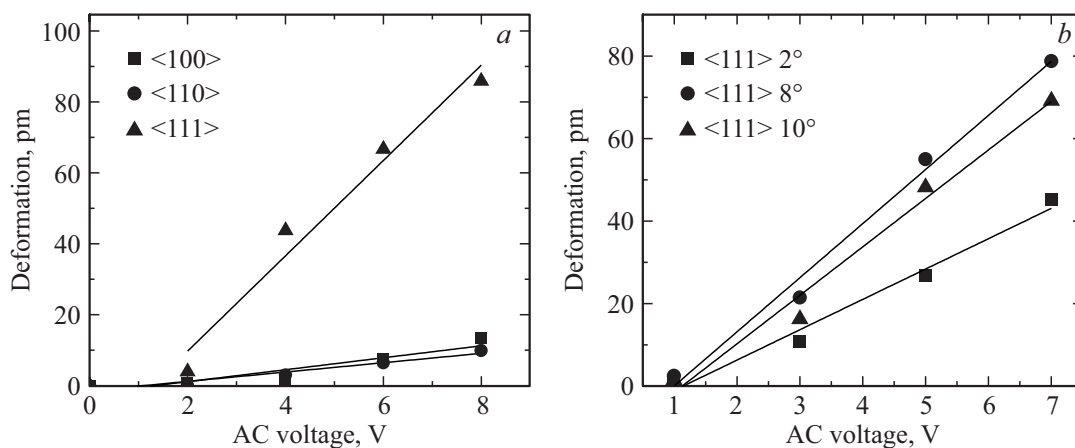


Рис. 5. Зависимости средней амплитуды пьезоотклика от приложенного напряжения для тонких слоев AlN, выращенных: а) на подложках кремния различной ориентации с буферным слоем SiC и б) на вицинальных поверхностях SiC/(111)Si при различных углах отклонения.

ная теплоемкость, d — толщина слоя, W — мощность падающего излучения, η — коэффициент оптического поглощения платинового электрода, R — входное сопротивление усилителя. Рассчитанные значения приведены в таблице.

Как видно из таблицы, наибольшая величина пироккоэффициента наблюдалась в тонких слоях нитрида алюминия, сформированных на (111)-подложке кремния, а почти вдвое меньшие величины отвечали слоям AlN, выращенных на (100) и (110) подложках. В пленках AlN, выращенных на вицинальных плоскостях, с ростом угла отклонения от направления $\langle 111 \rangle$ Si подложки величина пироккоэффициента также уменьшалась.

Для определения пьезоэлектрических коэффициентов проводилось измерение зависимости амплитуды локальной деформации образцов тонких слоев AlN под действием электрического поля, созданного напряжением, приложенным между кантилевером и Si-подложками различных ориентаций. На рис. 4, а представлены изображения амплитуды сигнала пьезоотклика тонкого слоя AlN, выращенного на вицинальной поверхности SiC/Si(111) с углом отклонения 2° под действием переменного напряжения амплитудой 1 В, 3 В, 5 В и 7 В, соответственно. Хорошо видно, что контраст амплитуды пьезосигнала возрастает с ростом величины переменного напряжения, подаваемого на проводящий кантилевер.

На рис. 4, *b* показаны гистограммы распределения сигнала амплитуды пьезоотклика для СМП изображений, полученных при регистрирующем переменном напряжении с амплитудой 1–7 В (рис. 4, *a*). Среднее значение амплитуды сигнала пьезоотклика, определенное из гистограмм, является мерой деформации пленки индуцированной приложенным напряжением. Аналогичная процедура была выполнена для всех исследуемых в работе образцов AlN.

На рис. 5, *a* приведены зависимости средней амплитуды пьезоотклика от приложенного напряжения для тонких слоев, выращенных на кремниевых подложках разной ориентации. Аппроксимируя полученные зависимости линейной функцией, по наклону кривой можно определить значение эффективного пьезоэлектрического модуля d_{33} , который находится из выражения

$$d_{33} = \frac{A}{V_{AC}}, \quad (2)$$

где A — амплитуда пьезосигнала (pm), V_{AC} — значения амплитуды переменного напряжения (V).

Таким образом определенные величины d_{33} для тонких слоев AlN, осажденных на (111), (110) и (100) кремниевых подложках, имели значения ~ 13.4 pm/V, 1.7 pm/V и 1.3 pm/V соответственно. Эти результаты показывают, что величина пьезоотклика резко уменьшается (в 5–10 раз) при выращивании полуполярных слоев AlN по сравнению с величиной сигнала полярных слоев.

Аналогичные измерения были проведены на тонких слоях AlN, выращенных на вицинальных поверхностях SiC/Si(111) подложек с углом отклонения от плоскости, равным 2, 8 и 10 градусов (рис. 5, *b*). Полученные величины изменялись в диапазоне от минимального значения $d_{33} \sim 7.4$ pm/V при угле отклонения 2° , до максимального значения $d_{33} \sim 13.1$ pm/V при угле отклонения 8° . С учетом величины $d_{33} \sim 13, 4$ pm/V, полученной на структуре AlN/SiC/Si(111) (рис. 5, *a*), явной закономерности в изменении эффективного пьезомодуля на данный момент не прослеживается. Вместе с тем, экспериментально полученные значения d_{33} превышают значения, приведенные в литературе [22–24]. Этот факт свидетельствует о том, что использование буферного слоя SiC способствует формированию на кремниевой подложке высококачественных полярных слоев AlN.

На основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Наблюдается определенная корреляция в результатах измерения пьезоэлектрических и пирозлектрических свойств. Максимальные значения пиро- и пьезоэлектрических коэффициентов получены в полярных структурах AlN/SiC/Si(111), см. рис. 5 и таблицу.

2. Слои AlN, выращенные на вицинальных поверхностях кремниевых подложек, характеризуются меньшими значениями пироотклика. Несмотря на то, что измеренные значения пироотклика на полуполярных слоях AlN примерно в два раза меньше, чем в полярных слоях,

их уменьшение не столь значительно, как изменения значений пьезомодуля d_{33} .

3. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности использования полярных структур AlN/SiC/Si(111) для создания на их основе эффективных МЭМС преобразователей и устройств ИК-техники.

Финансирование работы

Работа выполнена при частичной поддержке в рамках проектной части гос. задания, проект № 16.2811.2017/4.6.

Исследования методами сканирующей зондовой микроскопии выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ на оборудовании ЦКП „Материаловедение и металлургия“ НИТУ „МИСиС“ (проект № 11.9706.2017/7.8).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. ФТТ **50**, 1188 (2008).
- [2] S.A. Kukushkin, A.V. Osipov. J. Phys. D **47**, 313001 (2014).
- [3] В.Н. Бессолов, Ю.В. Жилев, Е.В. Коненкова, Л.М. Сорочкин, Н.А. Феоктистов, Ш.Ш. Шарофидинов, М.П. Щеглов, С.А. Кукушкин, Л.И. Метс, А.В. Осипов. Письма в ЖТФ **36**, 17 (2010).
- [4] В.Н. Бессолов, Ю.В. Жилев, Е.В. Коненкова, Л.М. Сорочкин, Н.А. Феоктистов, Ш.Ш. Шарофидинов, М.П. Щеглов, С.А. Кукушкин, Л.И. Метс, А.В. Осипов. Опт. журн. **78**, 23 (2011).
- [5] Ш.Ш. Шарофидинов, С.А. Кукушкин, А.В. Редьков, А.С. Гращенко, А.В. Осипов. Письма в ЖТФ **45**, 24 (2019).
- [6] S. Nakamura, T. Mukai, M. Senoh. Appl. Phys. Lett. **64**, 1687 (1994).
- [7] S. Guha, N.A. Wojarczuk. Appl. Phys. Lett. **72**, 415 (1998).
- [8] A. Dadgar, C. Hums, A. Diez, J. Blasing, A. Krost. J. Cryst. Growth. **297**, 279 (2006).
- [9] С.Ю. Давыдов. ФТТ **51**, 164 (2009).
- [10] Y. Abe, T. Isshiki, S. Suzuki, A. Yoshida, H. Ohishi, H. Nakanishi. Mater. Sci. Forum **600**, 1281 (2009).
- [11] В.Н. Бессолов, Ю.В. Жилев, Е.В. Коненкова, Н.К. Полетаев, Ш.Ш. Шарофидинов, М.П. Щеглов. Письма в ЖТФ **38**, 21 (2012).
- [12] Duc V. Dinh, S. Presa, M. Akhter, P.P. Maaskant, B. Corbett, P. Parbroo. Semiconductor Sci. Technology **30**, 125007 (2015).
- [13] P. Murali. Rep. Progr. Phys. **64**, 1339 (2001).
- [14] S. Trolier-McKinstry, P. Murali. J. Electroceram. **12**, 7 (2004).
- [15] A. Artieda, M. Barbieri, C.S. Sandu, P. Murali. J. Appl. Phys. **105**, 024504 (2009).
- [16] K. Tonisch, V. Cimalla, Ch. Foerster, H. Romanus, O. Ambacher, D. Dontsov. Sensors Actuators A **132**, 658 (2006).
- [17] P. Murali. J. Am. Ceram. Soc. **91**, 1385 (2008).
- [18] L. Natta, V.M. Mastronardi, F. Guido, L. Algieri, S. Puce, F. Pisano, F. Rizzi, R. Pulli, A. Qualtieri, M. De Vittorio. Sci. Rep. **9**, 8392 (2019).

- [19] 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**, 121 (2015).
- [20] С.А. Кукушкин, А.В. Осипов, О.Н. Сергеева, Д.А. Киселев, А.А. Богомолов, А.В. Солнышкин, Е.Ю. Каптелов, С.В. Сенкевич, И.П. Пронин. *ФТТ* **58**, 937 (2016).
- [21] V.N. Bessolov, E.V. Konenkova, S.A. Kukushkin, A.V. Osipov, S.N. Rodin. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **38**, 75 (2014).
- [22] K.Ch. Chiu, T.H. Yang, J.M. Wu. *Nanotechnology* **24**, 225602 (2013).
- [23] H. Shin, J.-T. Song. *J. Korean Phys. Soc.* **56**, 580 (2010).
- [24] B.J. Rodriguez, A. Gruverman, A.I. Kingon, R.J. Nemanich. *J. Cryst. Growth* **246**, 252 (2002).

Редактор К.В. Емцев