

Дислокационная структура темплейтов AlN/SiC, выращенных методом сублимации

© А.Е. Калмыков, А.В. Мясоедов, Л.М. Сорокин

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: aekalm@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 20 июня 2023 г.

В окончательной редакции 6 ноября 2023 г.

Принята к публикации 6 ноября 2023 г.

Методом просвечивающей электронной микроскопии исследована дислокационная структура слоя AlN, выращенного на подложке SiC методом сублимации. Особенность метода состояла в испарении подложки в процессе выращивания слоя для предотвращения его растрескивания. Цель исследования состояла в выявлении источников прорастающих дислокаций в слое AlN. В слое обнаружены составные дислокационные пороги, которые являются источниками дислокаций. Предположена связь образования порогов с процедурой испарения подложки.

Ключевые слова: нитрид алюминия, просвечивающая электронная микроскопия, дислокация, порог.

DOI: 10.61011/FTP.2023.08.56962.5333

1. Введение

Выращивание тонких слоев нитрида алюминия полярной ориентации на несобственных подложках (например, сапфира) сопровождается возникновением высоких плотностей прорастающих дислокаций (ПД), пронизывающих слой от интерфейса до поверхности [1]. В перспективе эпитаксия с применением подложек нитрида алюминия должна существенно повысить качество приборных структур за счет снижения плотности ПД, что, в частности, положительно скажется на характеристиках широко применяемых УФ-лазерных структур на основе AlGaN твердых растворов [2]. На данный момент плотность ПД высока ($\geq 10^{10} \text{ см}^{-2}$ [2,3]), что обусловлено различием постоянных решеток и коэффициента теплового расширения подложки (например, сапфира) и AlGaN-структуры. В случае использования нитрида алюминия в качестве подложки эти различия, очевидно, будут минимизированы. На сегодняшний день производство подложек нитрида алюминия находится на этапе становления. Одной из многообещающих технологий является выращивание объемных кристаллов AlN с использованием метода сублимации. В рамках этого метода существуют различные подходы [4,5]: самозарождение, гетероэпитаксиальное выращивание AlN на инородных подложках (SiC), а также гомоэпитаксиальный рост на затравках, полученных вторым способом. Различия в коэффициентах теплового расширения и параметрах кристаллических решеток AlN и SiC приводят к растрескиванию слоя AlN в процессе остывания в ростовой установке. Положительного результата в предотвращении растрескивания удалось достичь путем испарения подложки в процессе выращивания слоя AlN [6].

Нитрид алюминия кристаллизуется в структуре вюрцита. Эта структура описывается гексагональной кристаллической решеткой. В данной работе рассматрива-

ются кристаллы, выращенные в полярном направлении $\langle 0001 \rangle$. В структуре выделяют три основных типа дислокаций: a -дислокации с $\mathbf{b}_a = (a_0/3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$, c -дислокации с $\mathbf{b}_c = c_0\langle 0001 \rangle$ и их комбинация — $a + c$ -дислокации с $\mathbf{b}_{a+c} = (1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$. Здесь \mathbf{b} — вектор Бюргерса, a_0 и c_0 — параметры элементарной ячейки. Дефектные структуры объемных кристаллов и тонких пленок AlN заметно отличаются друг от друга. Для последних характерно возникновение высоких плотностей ПД, пронизывающих пленку от интерфейса с подложкой до поверхности. При этом основной вклад при гетероэпитаксии на инородных подложках в плотность дислокаций вносят краевые ПД с ненулевой a компонентной, т.е. a - и $a + c$ -дислокации.

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) предоставляет возможность прямого, без использования каких-либо моделей измерения плотности ПД. Практически строгое вертикальное (вдоль оси $\langle 0001 \rangle$) их распространение позволяет оценивать плотность ПД как количество линий ПД, пересекающих единицу площади ростовой поверхности. В данной структуре метод позволяет измерять плотность ПД $\geq 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Если дислокации расположены в базисной или пирамидальной плоскости, то их плотность можно оценить как отношение их общей длины к объему образца [7].

Предварительное ПЭМ-исследование [8] показало, что ПД распределены по образцу очень неравномерно, большая часть образует равновесные конфигурации в виде дислокационных стенок. Это можно объяснить высокой подвижностью дислокаций при температуре роста 1900–2100°C. Хаотично расположенные дислокации концентрируются в отдельных, редко встречающихся областях с плотностью порядка $1-5 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$. В образце площадью $\sim 5000 \text{ мкм}^2$ обнаружено только две такие области, каждая площадью $\sim 15 \text{ мкм}^2$. По-видимому, это

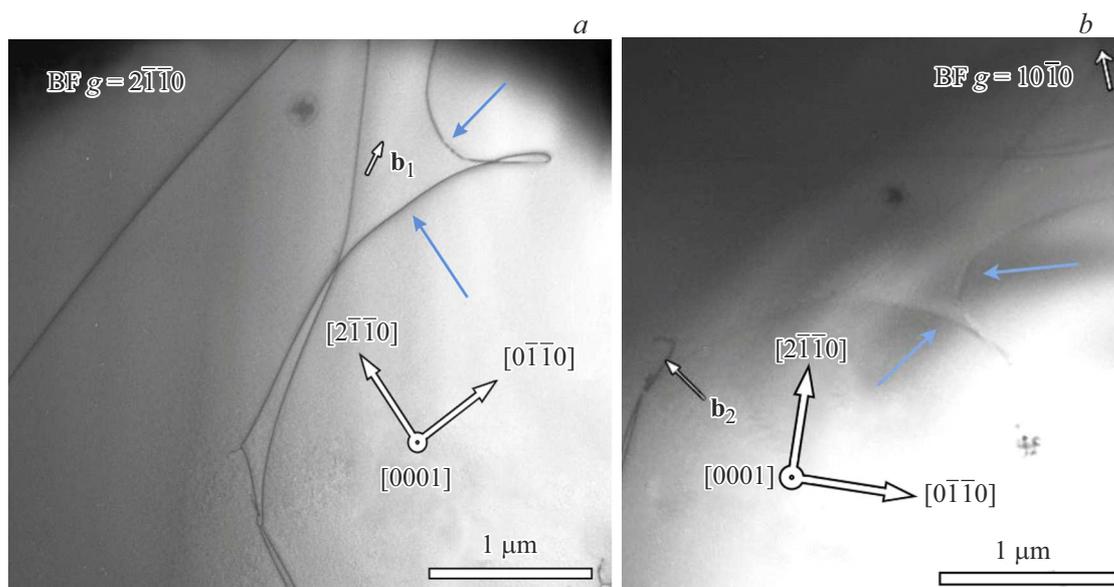


Рис. 1. ПЭМ-изображение области составного порога в рефлексах $2\bar{1}\bar{1}0$ (a) и $10\bar{1}0$ (b). Дислокации с порогом соответствует вектор Бюргерса b_1 . (Цветной вариант рисунка представлен в электронной версии статьи).

ПД, находящиеся на стадии формирования равновесной конфигурации.

Помимо прорастающих дислокаций в образце обнаружены дислокации с плоскостью скольжения (0001). Цель данной работы — исследование дислокационных структур, образованных дислокациями в базисной плоскости, выяснение их роли в формировании ПД.

2. Методика эксперимента

Рост кристаллов AlN осуществлялся сублимационным сэндвич-методом в карбид танталовом тигле с использованием карбидокремниевой подложки в качестве затравочного кристалла [9]. Подложка была вырезана из монокристалла карбида кремния политипа 6H цилиндрической формы 15 мм в диаметре. С целью утончения подложки она была предварительно механически отшлифована и отполирована с обеих сторон до толщины ~ 0.1 –1 мм. Для осуществления роста использовалась C-полярная ориентация ($000\bar{1}$).

В качестве источника AlN служил отожженный поликристаллический нитрид алюминия в виде порошка, помещенного на дно танталового тигля. Затравочная SiC-подложка была расположена на небольшом расстоянии непосредственно над источником внутри тигля. Управление скоростью роста нитрида алюминия и испарения затравочной подложки производилось путем контроля расстояния между источником и подложкой. Рост осуществлялся в атмосфере N_2 либо Ag под давлением 0.01–1.5 бар при температуре 1900–2100°C. Продолжительность процесса роста составляла 12–20 ч. За указанное время толщина слоя AlN достигала значения 0.3–1.5 мм, а затравочная подложка полностью

удалялась. Более подробно технология выращивания кристалла AlN описана в работе [9].

Для проведения ПЭМ-исследования объемного монокристалла нитрида алюминия был выбран образец толщиной ~ 1 мм. Образец был приготовлен в планарной геометрии. Для исследования выбрана область вблизи интерфейса кристалла и испаренной подложки SiC. Из выбранного кристалла нитрида алюминия был вырезан фрагмент размером 2×2 мм, после чего он был механически утончен до толщины ~ 30 мкм. Последующее утончение проводилось на установке ионного травления ионами Ag^+ при ускоряющем напряжении 4 кВ до образования сквозного отверстия. Ввиду ожидаемо малой плотности дефектов, в частности плотности дислокаций, основной задачей изготовления образца было получение отверстия максимального диаметра с обширными полями, доступными для наблюдения по его периметру. ПЭМ исследование было выполнено на микроскопе Philips EM420 в ФТИ им. А.Ф. Иоффе.

3. Экспериментальные результаты

На рис. 1, a представлено изображение дислокации, состоящей из двух сегментов (помечены синими стрелками), находящихся в базисных плоскостях (0001) эпитаксиального слоя AlN. Изображение получено в двухлучевом режиме при действующем векторе дифракции $g = (2\bar{1}\bar{1}0)$. На электронной микрофотографии, зарегистрированной от той же области образца, но при действующем векторе дифракции $g = (10\bar{1}0)$, контраст изображения пропадает почти полностью (рис. 1, b). Остаточный контраст на дислокациях с вектором Бюргерса b_2 для отражения $g = 0\bar{1}\bar{1}0$ обусловлен ненулевым вкладом

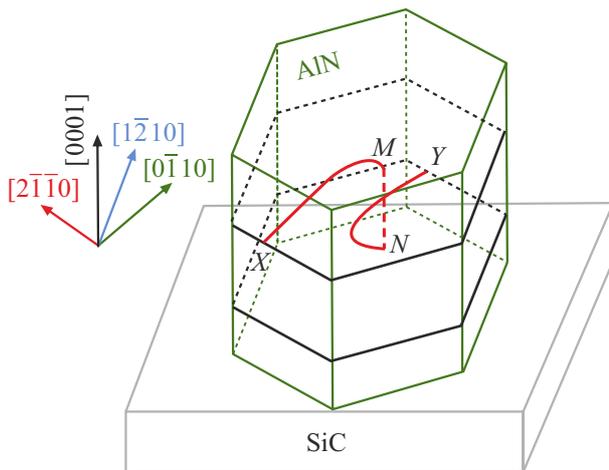


Рис. 2. Схематическое изображение составного порога.

$\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{l})$ члена в контраст изображения дислокаций, где \mathbf{l} — единичный вектор касательной к линии дислокации. Соответственно ($\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$) критерию, вектор Бюргера дислокации $\mathbf{b} = 1/3[1\bar{2}10]$. Образованная дислокационной линией петля (рис. 1,а) свидетельствует о том, что здесь имеет место закрепление дислокации составным порогом согласно схеме на рис. 2.

Сегменты дислокации X и Y (указаны стрелками на рис. 1,а) соединены составным порогом (англ. super jog) MN (рис. 2), т.е. порогом, величина которого существенно превышает постоянную решетки. Эта величина достаточна, чтобы сегменты мало влияли друг на друга через поля напряжений, не образовывали диполь, а вели себя независимо. Насколько нам известно, составной порог в нитриде алюминия обнаружен впервые. В этом случае каждый из сегментов ведет себя как источник дислокаций с одной закрепленной точкой [10], о чем свидетельствует искривленная форма каждого сегмента дислокации на рис. 1,а. Порог MN находится в призматической плоскости, вне плоскости скольжения (0001) и представляет собой сидячую дислокацию. Таким образом, оба сегмента закреплены в точках M и N. Сила, действующая со стороны внешнего скальвающего напряжения всегда перпендикулярна к каждому элементу дислокационной линии, следовательно, оба сегмента, в данном случае, под действием скальвающего напряжения могут только вращаться с образованием спирали. По мере раскручивания спирали общая длина дислокации растет и плотность дислокаций, определенная как отношение общей длины дислокаций к объему образца, тоже увеличивается.

Составные пороги формируются в результате двойного поперечного скольжения под действием скальвающего напряжения [10]. Источником скальвающего напряжения в базисной плоскости, по-видимому, могут служить несплошности SiC-подложки в области интерфейса, образовавшиеся в ходе ее испарения. Сплошная

подложка, очевидно, не создает в эпитаксиальном слое эффективного напряжения сдвига (англ. resolved shear stress), но как только на гетерогранице появляются участки эпитаксиального слоя без подложки, в области их границ появляются скальвающие напряжения. Наличие сегмента MN (рис. 2) однозначно свидетельствует о наличии скальвающего напряжения в призматической плоскости. Именно благодаря этому напряжению сегменты X и Y разнесены достаточно далеко друг от друга, чтобы осуществлять взаимно независимое скольжение в базисных плоскостях, разворачиваясь спиралями. Таким образом, составной порог является источником дислокаций, поскольку увеличивает длину дислокационных линий в базисных плоскостях.

Сделаем оценку величины составного порога MN. Радиус закругления R сегмента X в состоянии равновесия связан с действующим скальвающим напряжением соотношением

$$\tau = \alpha Gb/R, \quad (1)$$

где $\alpha \approx 0.5-1.0$ [10], модуль Юнга равен 223 ГПа [11], отсюда модуль сдвига $G = 92.2$ ГПа. Соответственно, величина скальвающего напряжения τ , вызывающего закручивание сегментов в базисной плоскости в спираль, лежит в интервале $2.3-4.6 \cdot 10^{-2}$ ГПа. Оценка максимального напряжения, обусловленная разностью постоянных решеток на гетерогранице, дает значение 2.8 ГПа, которое превышает τ на 2 порядка. Следовательно, предположение, что увеличение длины дислокаций в базисной плоскости обусловлено скальвающими напряжениями вблизи границ остаточных островков подложки, вполне правдоподобно. С другой стороны, скальвающее напряжение связано с минимальным значением длины γ сегмента MN, когда сегменты X и Y могут двигаться независимо друг от друга, соотношением [10]

$$\tau b \geq \frac{0.25Gb^2}{2\pi(1-\nu)\gamma}. \quad (2)$$

Здесь ν — коэффициент Пуассона, $\nu = 0.21$ [12]. Из соотношений (1) и (2) следует, что

$$\gamma \geq \frac{0.25R}{2\pi(1-\nu)\alpha}.$$

Следовательно, в зависимости от величины α значение γ лежит в пределах $0.05-0.1R$. Величина R составляет 0.6 мкм (рис. 1), соответственно, $\gamma \geq 30$ нм. Учитывая то, что толщина образца для исследования методом ПЭМ не превышает 100 нм, можно утверждать, что величина составного порога лежит в пределах от 30 до 100 нм.

Таким образом, всякий раз, когда в разворачивающейся спиралью дислокации в базисной плоскости образуется сегмент, параллельный ее вектору Бюргера [10], появляется отличная от нуля вероятность перехода (например, при встрече с каким-либо препятствием) этого участка в призматическую плоскость с образованием

полупетли. Препятствиями могут служить вакансии, концентрация которых должна быть высока в формирующемся слое AlN из-за высокой ростовой температуры. Полупетля может достичь ростовой поверхности путем скольжения под действием скалывающего напряжения, которое привело к формированию составного порога (рис. 1).

4. Заключение

Таким образом, впервые обнаружено образование составного порога в дислокации, распространяющейся в кристалле AlN, выращенного методом сублимации на подложке SiC. Показано, что составной порог, в данных условиях роста, является источником дислокаций. Сегменты порога, расположенные в призматических и пирамидальных плоскостях, могут достигать ростовой поверхности, увеличивая тем самым плотность ПД, что отрицательно скажется на качестве сформированных на AlN приборных структур. Модификация технологии роста путем сокращения стадии, когда в подложке образуются несплошности, снизит плотность дислокаций.

Благодарности

Авторы благодарят Е.И. Мохова за предоставленные образцы. ПЭМ-исследование было проведено на оборудовании ЦКП ФТИ им. А.Ф. Иоффе.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] D.V. Nechaev, O.A. Koshelev, V.V. Ratnikov, P.N. Brunkov, A.V. Myasoedov, A.A. Sitnikova, S.V. Ivanov, V.N. Jmerik. *Superlatt. Microstruct.*, **138**, 106368 (2020).
- [2] Z. Ren, Q. Sun, S.Y. Kwon, J. Han, K. Davitt, Y.K. Song, A.V. Nurmikko, H.K. Cho, W. Liu, J.A. Smart, L.J. Schowalter. *Appl. Phys. Lett.*, **91** (5), 90 (2007).
- [3] A.B. Мясоедов, Д.В. Нечасев, В.В. Ратников, А.Е. Калмыков, Л.М. Сорокин, В.Н. Жмерик. *Письма ЖТФ*, **46** (11), 26 (2020).
- [4] K. Balakrishnan, M. Iwaya, S. Kamiyama, H. Amano, I. Akasaki, T. Takagi, T. Noro. *Jpn. J. Appl. Physics, Part 1 Regul. Pap. Short Notes Rev. Pap.*, **43** (11 A), 7448 (2004).
- [5] R.R. Sumathi. *J. Solid State Sci. Technol.*, **10** (3), 035001 (2021).
- [6] T.S. Argunova, M.Y. Gutkin, E.N. Mokhov, O.P. Kazarova, J.-H. Lim, M.P. Shcheglov. *Phys. Solid State*, **57** (12), 2473 (2015).
- [7] П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшлы, М. Уэлан. *Электронная микроскопия тонких кристаллов* (М., Мир, 1968).
- [8] T.S. Argunova, M.Y. Gutkin, J.H. Je, A.E. Kalmykov, O.P. Kazarova, E.N. Mokhov, K.N. Mikaelyan, A.V. Myasoedov, L.M. Sorokin, K.D. Shcherbachev. *Crystals*, **7** (6), 1 (2017).
- [9] E.N. Mokhov, I. Izmaylova, O. Kazarova, A. Wolfson, S. Nagalyuk, D. Litvin, A. Vasiliev, H. Helava, Y. Makarov. *Phys. Status Solidi Curr. Top. Solid State Phys.*, **10** (3), 445 (2013).
- [10] D. Hull and D.J. Bacon. *Introduction to Dislocations* (Butterworth-Heinemann is an imprint of Elsevier, 2011).
- [11] А.С. Гращенко, С.А. Кукушкин, А.В. Осипов. *Изв. РАН. Механика твердого тела*, № 2, 3 (2020).
- [12] J.E. Ayers. *Heteroepitaxy of Semiconductors: Theory, Growth, and Characterization* (Boca Raton, CRC Press, 2007).

Редактор Г.А. Оганесян

Dislocation structure of AlN/SiC templates grown by sublimation

A.E. Kalmykov, A.V. Myasoedov, L.M. Sorokin

loffe Institute,
194021 St. Petersburg, Russia

Abstract The dislocation structure of an AlN layer grown on a SiC substrate by sublimation was studied using transmission electron microscopy. The peculiarity of the method was the evaporation of the substrate during the growth of the layer to prevent its cracking. The purpose of the study was to identify the sources of threading dislocations in the AlN layer. Dislocation superjogs, which are sources of dislocations, were found in the layer. A connection between the formation of thresholds and the procedure of substrate evaporation is assumed.