

Зависимость скорости роста слоя AlN от давления азота в реакторе для выращивания кристаллов AlN методом сублимации

© А.А. Вольфсон[†], Е.Н. Мохов

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

(Получена 8 апреля 2010 г. Принята к печати 13 апреля 2010 г.)

В данной работе, посвященной исследованию условий получения толстых слоев и объемных кристаллов AlN сублимационным сэндвич-методом, изучалась зависимость скорости роста слоя от величины давления азота в реакторе. Было установлено, что скорость роста слоя монотонно возрастает по мере снижения давления в реакторе в диапазоне 1–0.02 бар. Это позволяет утверждать, что определяющую роль в кинетике роста слоя играет процесс переноса компонентов (Al, N) от источника к подложке, а не процессы адсорбции (десорбции) на поверхности последних.

1. Введение

Получение качественных толстых слоев и объемных кристаллов AlN, пригодных к использованию в качестве подложек для формирования на их основе приборов оптоэлектроники и силовой микроволновой электроники, — одна из актуальных задач современной полупроводниковой технологии. На сегодняшний день наиболее успешно она решается сублимационным сэндвич-методом [1–3]. И хотя на этом пути достигнуты впечатляющие успехи (получены монокристаллы диаметром 2 дюйма и толщиной несколько миллиметров) [3], исследователи не снижают своих усилий по выяснению оптимальных условий проведения ростового процесса, позволяющих получать качественные кристаллы при максимальных скоростях роста.

Одна из важнейших характеристик ростового процесса — это состояние газовой среды в реакторе (давление, химический состав). Именно оно в большой степени определяет кинетику переноса материала от источника к подложке, т.е. в конечном итоге скорость роста кристалла. Весьма важно также и то, что от него существенно зависит срок службы деталей реактора (прежде всего нагревателя при резистивном варианте нагрева).

На скорость роста слоя AlN как функции давления, при прочих равных условиях, решающее влияние оказывают два основных фактора: 1) процессы адсорбции (десорбции) на поверхности источника и растущего слоя и 2) процесс переноса компонентов (Al, N₂) от источника к подложке. Теоретически эта задача рассмотрена в ряде работ достаточно подробно [4–7], в то время как экспериментальные данные оставались крайне скудными [6,8]. Экспериментальное исследование роли этих факторов в зависимости от давления азота в реакторе с целью оптимизации ростового процесса явилось задачей данной работы.

2. Эксперимент

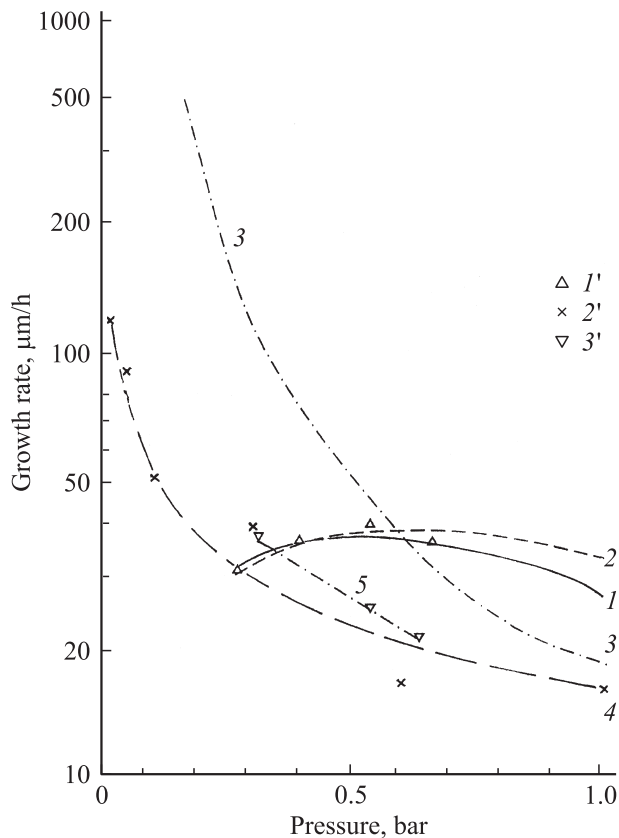
Техническое оснащение и методика опытов в основном описаны в работе [2]. В качестве резистивного нагревателя использовался полый графитовый цилиндр, внутри которого размещались танталовый тигель с нагруженным в него источником и подложка, плотно (но не вакуум-плотно) прилегающая к верхнему краю тигля. Источником служили полученные в результате предварительной перегонки порошка AlN поликристаллические блоки неправильной формы объемом 10–50 мм³, а подложкой — пластина карбида тантала, механически шлифованная, полированная и затем протравленная в расплаве KOH. Использовать, как это обычно делается, подложку из SiC в данном случае нежелательно, так как при высоких температурах происходит заметное испарение SiC, что изменяет газовый состав в ростовой ячейке и снижает точность измерения скорости роста слоя. TaC, напротив, очень устойчив к воздействию высоких температур. Зазор между верхним краем источника и подложкой составлял в среднем (учитывая неплоскую поверхность источника) 3 мм.

Ростовая ячейка (тигель с источником и прижатой к нему подложкой) располагалась в верхней части нагревателя так, чтобы градиент температуры (около 7 град/мм) был направлен от подложки к источнику (т.е. подложка несколько холоднее), благодаря чему и происходили перенос AlN и его конденсация на подложке.

В ходе экспериментов все параметры ростового процесса сохранялись неизменными. Варьировалось только давление азота в реакторе. Длительность рабочей фазы процесса составляла 1 ч, а температура подложки около 2000°С.

Скорость роста слоя определялась нами не по увеличению толщины, а по увеличению веса подложки, чтобы избежать ошибок, связанных с деформацией подложки, неоднородностью слоя по толщине, неровностями на его поверхности и т.п. Усредненная толщина слоя вычис-

[†] E-mail: mokhov@mail.ioffe.ru



Расчетные и экспериментальные зависимости скорости роста слоя AlN от давления азота в реакторе. 1 — расчетная кривая из работы [5] ($T = 2050^\circ\text{C}$, зазор источник–подложка 4 мм, перепад T в зазоре 7°). 2 — расчетная кривая из работы [6] ($T = 2157^\circ\text{C}$, градиент T в зазоре равен 4.8 град/мм). Символами $1'$ показаны экспериментальные данные из этой же работы. 3 — расчетная кривая из работы [7] ($T = 1950^\circ\text{C}$, градиент T в зазоре равен 5 град/мм). 4 — символами $2'$ показаны результаты наших опытов ($T = 2000^\circ\text{C}$, зазор источник–подложка 3 мм, $\text{grad}T$ в зазоре равен 7 град/мм). 5 — символами $3'$ показаны данные из работы [8] ($T = 1700^\circ\text{C}$, зазор источник–подложка 1 мм).

лялась исходя из его площади и удельного веса AlN (3.25 г/см³).

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

На рисунке даны результаты наших опытов по определению скорости роста слоя AlN в атмосфере азота в диапазоне давлений 0.02 – 1 бар. Там же показаны теоретически рассчитанные кривые и экспериментальные данные, взятые из работ [5–8].

Сразу обращает на себя внимание различие в характере расчетных кривых. Если кривые 1 (работа [5]) и 2 (работа [6]) имеют максимум вблизи давления 0.5 бар и спад в области более низких давлений, то кривая 3 (работа [7]) демонстрирует монотонное увеличение скорости роста слоя по мере снижения давления. Аналогич-

ный результат получен и в работе [4]. Это различие вызвано тем, что работы [4,7] учитывают только механизм переноса. Понятно, что уменьшение числа атомов газонаполнителя в зазоре облегчает перенос компонентов от источника к подложке. Два других расчета [5,6] учитывают еще и вклад процессов адсорбции (десорбции) на поверхности AlN. Величину, которая характеризует степень влияния этих поверхностных процессов — коэффициент прилипания, — для Al принято считать близкой к 1, а для N очень малой — порядка 10^{-5} при 2200°C [9]. Последнее и приводит к снижению расчетной скорости роста слоя в области низких давлений, где все сильнее сказывается нехватка азота.

Результаты наших опытов (рисунок, кривая 4) вполне определенно демонстрирует увеличение скорости роста слоя по мере снижения давления. Аналогичный результат получен в работе [8] для диапазона давлений азота 0.3 – 0.6 бар. Иной характер опытных данных в работе [6], где наблюдается максимум вблизи 0.5 бар, возможно, связан с какими-то различиями в постановке опыта. К тому же они получены только для области давлений больше 0.25 бар.

Сходный характер расчетной кривой 3 [7] и наших экспериментальных данных, а также данных работы [8], очевидно, указывает на то, что в расчетах [5,6] была завышена роль поверхностных процессов адсорбции (десорбции). Возможно, их влияние проявилось в том, что реальная скорость роста увеличивается при снижении давления значительно медленнее, чем расчетная.

Из полученных нами результатов следует, что значительное увеличение скорости роста слоя (при заданных величинах зазора источник–подложка и $\text{grad}T$ в зазоре) возможно за счет снижения давления азота в реакторе. Другой, обычно используемый способ — увеличение температуры процесса влечет за собой ускоренный износ нагревателя, тигля и других деталей реактора, а также увеличение концентрации дефектов в растущем слое.

Нами были успешно проведены ростовые процессы при давлении азота в реакторе 0.05 и 0.1 бар. В последнем случае на подложках SiC-6H при температуре подложки около 2000°C получены слои AlN хорошего качества (гладкая, зеркальная поверхность, по данным рентгеновской дифракции полуширина кривой качания не более 10 мин).

4. Заключение

Из приведенных выше результатов следует:

1) скорость роста слоя AlN монотонно возрастает по мере снижения давления азота в реакторе, что указывает на доминирующую роль процесса переноса компонентов через зазор ростовой ячейки по сравнению с процессами адсорбции (десорбции) на поверхности источника и подложки;

2) существует возможность повышения скорости роста слоя AlN не за счет повышения температуры, а за счет снижения давления азота, что увеличивает срок службы деталей реактора и уменьшает концентрацию дефектов в растущем слое.

Список литературы

- [1] Yu.A. Vodakov, E.N. Mokhov, M.G. Ramm, A.D. Roenkov. *Rristall und Techn.*, **14**, 729 (1979).
- [2] E.N. Mokhov, O.v. Avdeev, I.S. Barash, T.Yu. Chemekova, A.D. Roenkov, A.S. Segal, A.A. Wolfson, Yu.N. Makarov, M.G. Ramm, H. Helava. *J. Cryst. Growth*, **281**, 93 (2005).
- [3] Yu.N. Makarov et al. *J. Cryst. Growth*, **310**, 881 (2008).
- [4] S. Yu. Karpov, D.V. Zimina, Yu.N. Makarov, E.N. Mokhov, A.D. Reonkov, M.G. Ramm, Yu.A. Vodakov. *Phys. Status Solidi A*, **176**, 435 (1999).
- [5] A.S. Segal, S.Yu. Karpov, Yu.N. Makarov, E.N. Mokhov, A.D. Reonkov, M.G. Ramm, Yu.A. Vodakov. *J. Cryst. Growth*, **211**, 68 (2000).
- [6] T.K. Hossain, J.V. Lindesay, M.G. Spenser. *Mater. Sci., cond-mat. mtrl sci (Apr. 2002)*.
- [7] B. Wu, R. Ma, H. Zang, M. Dudley, R. Schlessler, Z. Sitar. *J. Cryst. Growth*, **253**, 326 (2003).
- [8] G.R. Yazdi, M. Syvajarvi, R. Yakimova. *Physica Scripta*, **T126**, 127 (2006).
- [9] S.Yu. Karpov, Yu.N. Makarov, M.G. Ramm, R.A. Talalaev. *MRS Internet J. Nitride Semicond. Res.*, **2**, 45 (1977).

Редактор Т.А. Полянская

Dependence of AlN growth rate on nitrogen pressure inside the reactor for AlN layers sublimation crystal growth

A.A. Wolfson, E.N. Mokhov

Ioffe Physicotechnical Institute,
Russian Academy of Sciences,
194021 St. Petersburg, Russia

Abstract This work deals with AlN thick layers and bulk crystals growing conditions for sublimation sandwich-method. The dependence of the layer growth rate on the nitrogen pressure inside the reactor was investigated. It was determined that the layers growth rate increases steadily with gas pressure decrease inside the reactor in the pressure interval 1–0.02 bar. This permits to state that the determining role in the layer growth kinetics belongs to the processes of components diffusion from source to substrate but not the adsorbtion/desorbtion processes on the source and substrate surfaces.