

УДК 53.087.04: 621.793.1: 546.1/681

**ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ТОНКИХ СЛОЕВ AlN  
МОЛЕКУЛЯРНО-ЛУЧЕВОЙ ЭПИТАКСИЕЙ НА ТЕМПЛЕЙТАХ 3C-SiC/Si(111)  
С ON-AXIS И 4° OFF-AXIS РАЗОРИЕНТАЦИЕЙ**

© 2020 г. А. В. Бабаев<sup>a,c</sup>, В. К. Неволин<sup>b</sup>, В. Н. Стаценко<sup>c</sup>,  
С. Д. Федотов<sup>a,c,\*</sup>, К. А. Царик<sup>b</sup>

<sup>a</sup> ООО “ОНСИ”, Москва, Россия

<sup>b</sup> Национальный исследовательский университет “МИЭТ”, Москва, Россия

<sup>c</sup> АО “Эпизл”, Москва, Россия

\*e-mail: fedotov.s.d@yandex.ru

Поступила в редакцию 10.03.2018 г.

После доработки 04.04.2019 г.

Принята к публикации 24.04.2019 г.

В данной работе исследованы особенности роста эпитаксиальных слоев AlN на темплейтах 3C-SiC/Si(111) при различных значениях атомарного потока алюминия при постоянной температуре роста и постоянном потоке атомарного азота. Методом АСМ исследована морфология получаемых структур. Минимальная шероховатость достигнута при скорости роста 150 нм/ч на темплейтах on-axis, и при скорости 90 нм/ч на темплейтах off-axis. Получены эпитаксиальные слои гексагонального AlN со среднеквадратичной шероховатостью менее 3 нм на темплейтах 3C-SiC/Si(111) диаметром 100 мм, в которых отсутствует зернистость структуры. Получены монокристаллические слои AlN(0002) со значениями FWHM ( $\omega$ -геометрия) около 1.4°.

*Ключевые слова:* молекулярно-лучевая эпитаксия, МЛЭ, нитрид галлия, GaN, нитрид алюминия, AlN, карбид кремния, 3C-SiC

**DOI:** 10.31857/S0572329920010043

Нитрид алюминия (AlN) является широкозонным материалом с уникальными электрофизическими свойствами. Тонкие слои AlN, обладающие шириной запрещенной зоны ~6.2 эВ и высоким пьезоэлектрическим откликом, широко применяются для производства фотодетекторов, ультрафиолетовых светодиодов, полевых излучателей, резонаторов и наноэлектромеханических систем [1–4]. Также AlN повсеместно используется в качестве смачивающего и переходного слоя для роста нитрида галлия (GaN) при гетероэпитаксии на подложках кремния и карбида кремния [5]. Предварительное зарощивание поверхности кремниевой подложки слоем AlN позволяет изменить механизм роста GaN и  $Al_xGa_{1-x}N$  соединений на двумерный, а также частично компенсировать растягивающие напряжения [6]. Кроме того, формирование начального монокристаллического слоя гексагонального AlN на подложке кремния позволяет остановить образование прорастающих дислокаций, берущих свое начало на межфазной границе слой–подложка [7].

В настоящее время технология роста GaN на кремнии (GaN-on-Si) является приоритетным направлением исследований для многих инновационных предприятий по всему миру. Наличие возможности уменьшения себестоимости гетероструктур GaN за

счет снижения стоимости подложечного материала и использования подложек большого диаметра ( $\geq 200$  мм) делают технологию GaN-on-Si исключительно привлекательной для производителей СВЧ и силовой GaN-электроники [8, 9]. Несмотря на высокую перспективность экономического развития технологии GaN-on-Si, эксплуатационные характеристики и надежность транзисторов на таких гетероструктурах недостаточно высоки. В процессе эпитаксиального роста III-N соединений происходит автолегирование кремния металлами III группы, что влечет за собой создание паразитных емкостей в готовой интегральной схеме. СВЧ-электроника на гетероструктурах GaN/Si подвержена перегреву, вследствие меньшей теплопроводности подложки Si, по сравнению с подложкой объемного 4H-SiC. Сегодня виртуальные подложки (темплейты) кубического карбида кремния на кремнии (3C-SiC/Si) рассматриваются как перспективная альтернатива между использованием Si и 4H-SiC подложек. Формирование переходного слоя 3C-SiC обеспечивает уменьшение различий ТКЛР в кристаллической структуре GaN/Si. Теплопроводность 3C-SiC сравнима с 4H-SiC, что обеспечивает лучшее рассеяние тепла при работе GaN-электроники. Кроме того, слой 3C-SiC выполняет роль химического барьера в процессе газофазного или молекулярно-лучевого наращивания III-N соединений на кремнии. Кубический карбид защищает поверхность подложки Si от повреждения триметилгаллием и аммиаком, а также блокирует диффузию элементов Al и Ga в кремний [10, 11]. Успехи отечественных ученых, исследующих процесс газофазной хлоридной эпитаксии III-N соединений на темплейтах 3C-SiC/Si различной ориентации, за последние десять лет показали, что кубический карбид кремния способен служить перспективной альтернативой объемному 4H-SiC, а также выступать в качестве подложки для роста объемных кристаллов AlN и GaN [12–14].

**1. Эксперимент.** Для выращивания слоев AlN применялся метод аммиачной молекулярно-лучевой эпитаксии. Использован нанотехнологический комплекс “Нанофаб-100” (ООО НТ-МДТ, РФ), в котором реализована методика эпитаксиального роста и in-situ контроля шероховатости слоев методом атомно-силовой микроскопии (АСМ). В качестве подложек были использованы темплейты 3C-SiC/Si(111) с отклонением от плоскости (111) на  $4^\circ$  (off-axis) и без отклонения (on-axis) диаметром 100 мм. Темплейты отличались отсутствием визуальных дефектов поверхности, значением прогиба не более  $\pm 30$  мкм, а также однородным распределением слоя 3C-SiC толщиной 300 нм по поверхности подложки Si с отклонением не более  $\pm 10$  нм. Основными проблемами структур при данной толщине слоя 3C-SiC являются кристалличность и шероховатость поверхности. Рентгеноструктурный анализ в  $\omega$ -геометрии показал разориентацию кристаллитов 3C-SiC относительно оси (111) на угол  $2\text{--}3^\circ$ , в зависимости от разориентации подложки, при этом дифрактограммы в  $\theta\text{--}2\theta$  показали отсутствие других кристаллических фаз кроме 3C-SiC(111). Рабочая поверхность характеризовалась однородным микрорельефом со среднеквадратичной шероховатостью (RMS) поверхности порядка  $3 \pm 0.2$  нм. Морфология исходной поверхности темплейтов приведена на рис. 1, где приведены снимки АСМ поверхности слоев 3C-SiC на Si(111), (a) – подложка с разориентацией  $4^\circ$  (off-axis), (b) – подложка без разорентации (on-axis).

Нагрев обеспечивался за счет бесконтактного ИК-излучателя с обратной стороны подложки. Исходные темплейты загружались в вакуумную камеру предварительной подготовки, где производился отжиг около 1 ч при температуре не менее  $650^\circ\text{C}$  и давлении  $\sim 1 \times 10^{-7}$  Па. За это время с поверхности темплейтов удалялись остатки воды и естественного окисла. Далее пластины перегружались в ростовой модуль, при температуре  $750^\circ\text{C}$  в течение 1 мин формировался низкотемпературный зародышевый слой нитрида алюминия. Затем проводился отжиг зародышевого слоя и наращивание AlN в высокотемпературном режиме при  $1180\text{--}1200^\circ\text{C}$ . Скорость роста ( $V_G$ ) в процессе экспериментов находилась в диапазоне  $50\text{--}150$  нм/ч и контролировалась атомарным по-

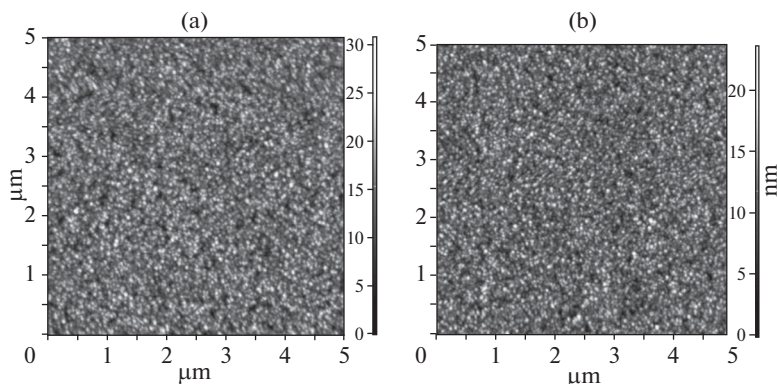


Рис. 1

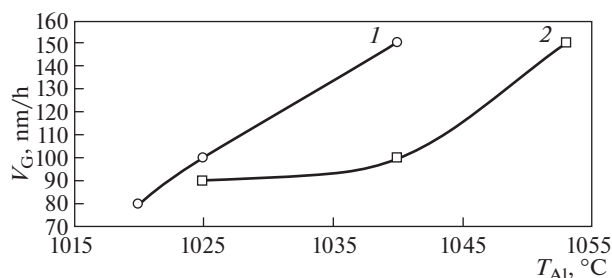


Рис. 2

током алюминия. При этом температура эффузионного источника алюминия изменялась от 1020 до 1053°C. Количество атомарного азота было постоянным и контролировалось потоком аммиака, равным 100 см<sup>3</sup>/мин.

Контроль толщины в процессе молекулярно-лучевого роста проводился методом лазерной интерферометрии с помощью He/Ne лазера (632.8 нм). Запись интерференционной картины в режиме реального времени позволила непосредственно во время процесса измерять толщину и скорость роста слоя AlN. Луч лазерного интерферометра был направлен в центр пластины.

Структурное качество поверхности слоя AlN оценивалось в центральной зоне при толщине слоя AlN  $200 \pm 10$  нм при помощи полуконтактного режима АСМ. Для кантилеров NSG30 (NT-MDT) с золотым покрытием обратной стороны радиус закругления иглы составлял 10 нм, а резонансная частота была в диапазоне 220–440 кГц.

**2. Результаты и обсуждение.** При эпитаксиальном выращивании слоев AlN на темплейтах 3С-SiC с различной разориентацией Si(111) было замечено, что скорость роста на гетероструктурах on-axis отличается от скорости роста на off-axis при одних и тех же значениях величин молекулярных потоков. В результате проведенных экспериментов была произведена оценка разницы в скоростях роста слоев AlN на темплейтах типа off-axis и on-axis. Скорость атомарного потока Al изменялась путем изменения температуры эффузионной ячейки.

На рис. 2 показаны графики соответствия скоростей роста AlN и температуры источника Al ( $T_{Al}$ ), то есть зависимость изменения скорости роста пленки от температуры источника алюминия. При одной и той же температуре источника Al, а следова-

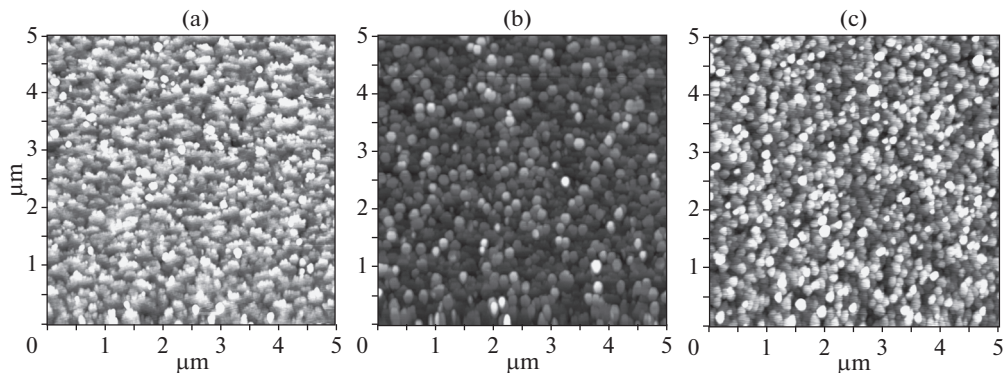


Рис. 3

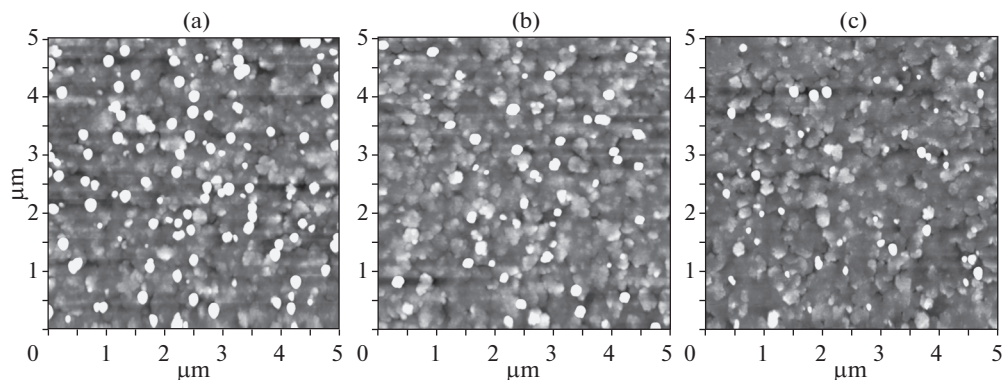


Рис. 4

тельно при одинаковых молекулярных потоках, скорость роста пленки AlN выше на структурах типа *on-axis*. При этом, чем выше значение молекулярного потока, тем сильнее разница между скоростями роста. При меньшей температуре нагрева источника, а соответственно и меньшем потоке Al, при одной и той же температуре роста настанет момент, когда термическая десорбция начнет играть весомую роль среди физических процессов происходящих на поверхности подложки. В этом случае будет необходимо снижение температуры роста для снижения десорбции Al из зоны поверхностной реакции. Обнаружены оптимальные температурные режимы для потока молекулярного Al, соответствующие диапазону скоростей роста слоя AlN 80–150 нм/ч.

На рис. 3 продемонстрированы АСМ-изображения поверхности гетероструктур AlN/3C-SiC/Si(111) *off-axis* полученные при скорости эпитаксиального роста 90 нм/ч (а), 100 нм/ч (б), 150 нм/ч (с). Образцы имеют форму поверхности неоконченной мозаики. При этом можно заметить что образец слоя, сформированный при минимальной  $V_G$  (рис. 3а), обладал меньшим значением шероховатости, по сравнению с остальными. Кроме отличия по шероховатости, заметно, что поверхность при повышении скорости роста до 150 нм/ч имеет вид несросшихся зерен (рис. 3б, 3с), то есть преобладает трехмерный характер роста. На рис. 3а видно, что слой более гладкий и растет пластинами, то есть преобладает двумерная фаза роста.

На рис. 4 показаны АСМ-изображения поверхности гетероструктур AlN/3C-SiC/Si(111) *on-axis* полученные при скорости эпитаксиального роста 90 нм/ч (а), 100 нм/ч (б),

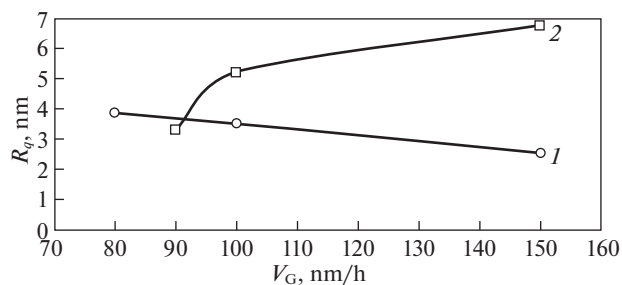


Рис. 5

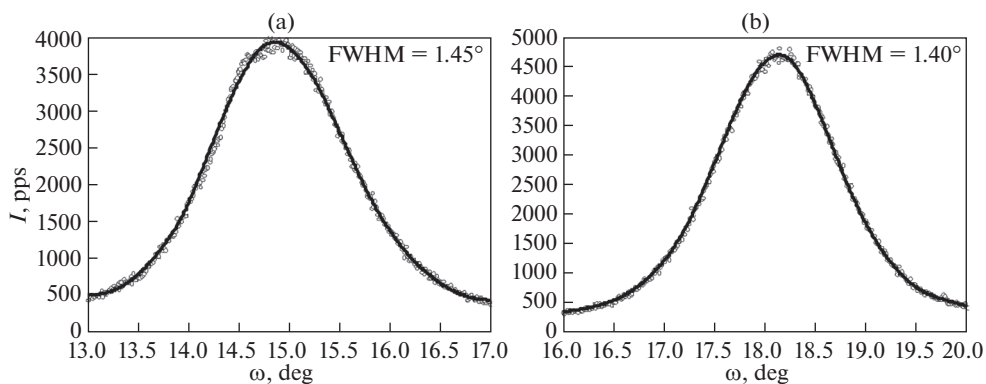


Рис. 6

150 нм/ч (с). Для гетероструктур AlN/3C-SiC/Si(111) on-axis наблюдались другие механизмы зарождения и роста эпитаксиального слоя AlN. При уменьшении  $V_G$  росли слои с более высоким микрорельефом поверхности (рис. 4а, 4б), а при увеличении  $V_G$  средняя высота микрорельефа уменьшалась (рис. 4с). Несмотря на двумерный характер роста, на структуре наблюдались выступающие кристаллиты, которые являются зародышевыми центрами для следующих слоев.

На рис. 5 продемонстрирован график изменения среднеквадратичной шероховатости ( $R_q$ ) поверхности AlN от  $V_G$ . Установлена взаимосвязь между скоростью роста эпитаксиальных пленок AlN и шероховатостью поверхности полученных структур. Стоит отметить, что минимальные значения среднеквадратичной шероховатости соответствуют изображениям поверхности AlN на рис. 3а и 4с.

Измерения кривых качания методом рентгеновской дифракции показали, что на темплейтах 3C-SiC/Si были получены монокристаллические слои AlN(0002) со значениями полуширины кривой качания FWHM  $\sim 1,4^\circ$ . На рис. 6 показаны кривые качания дифракционного отражения AlN(0002), измеренные в  $\omega$ -геометрии для гетероструктур AlN/3C-SiC/Si(111) двух типов: (а) – off-axis при  $V_G = 80$  нм/ч; (б) – on-axis при  $V_G = 150$  нм/ч. Полученные кривые качания демонстрируют, что монокристаллическая структура гексагонального AlN(0002) нарушена, предположительно вследствие высокой плотности двумерных дефектов и блочности слоя при данной толщине. Тем

не менее, симметричность кривых качания для образцов off-axis и on-axis указывает на монокристаллическую структуру слоя AlN. Определено, что увеличение  $V_G$  для образцов off-axis приводит к ухудшению кристалличности, для образцов on-axis величина FWHM уменьшается на  $0.2^\circ$  при увеличении  $V_G$  на  $\sim 50$  нм/ч.

**Заключение.** В ходе проведенных работ были исследованы особенности роста эпитаксиальных слоев AlN на темплейтах 3C-SiC/Si(111) при различных значениях атомарного потока алюминия при постоянной температуре роста и постоянном потоке атомарного азота. Установлено, что на темплейтах 3C-SiC/Si(111) on-axis и  $4^\circ$  off-axis скорости роста слоев AlN различны, предположительно вследствие разных механизмов роста. Слои AlN с минимальной среднеквадратичной шероховатостью были получены на темплейтах on-axis при скорости роста 150 нм/ч, а на темплейтах off-axis – при скорости 90 нм/ч. На поверхности темплейтов on-axis получены слои гексагонального AlN, обладающие среднеквадратичной шероховатостью поверхности не более 2.5 нм и гладкой морфологией поверхности без зернистости. Более тонкая оптимизация соотношения атомарных потоков в дальнейшем позволит уменьшить шероховатость получаемых слоев AlN и, как следствие, снизить плотность структурных дефектов в гетероструктурах GaN/Si, формируемых на AlN/3C-SiC/Si в дальнейшем. Качество полученных эпитаксиальных слоев гексагонального AlN можно считать улучшенным, по сравнению с результатом предыдущей работы по данному направлению [15].

Работа выполнена при финансовой поддержке Фонда содействия инновациям, соглашение № 1ГТС1/48804.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Sinha N., Wabiszewski G.E., Mahameed R., Felmetsger V.V. et al.* Piezoelectric aluminum nitride nanoelectromechanical actuators // *Appl. Phys. Lett.* 2009. V. 95. P. 053106.
2. *Karabalin R.B., Matheny M.H., Feng X.L., Defay E. et al.* Piezoelectric nanoelectromechanical resonators based on aluminum nitride thin films // *Appl. Phys. Lett.* 2009. V. 95. P. 103111.
3. *Taniyasu Y., Kasu M., Makimoto T.* An aluminium nitride light-emitting diode with a wavelength of 210 nanometres // *Nature.* 2006. V. 441. P. 325–328.
4. *Yin L.W. et al.* Growth and field emission of hierarchical single crystalline wurtzite AlN nanoarchitectures // *Adv. Mater.* 2005. V. 17. P. 110–114.
5. *Liaw H.M., Venugopal R., Wan J., Melloch M.R.* Epitaxial GaN films grown on Si(111) with varied buffer layers // *Solid-State Electronics.* 2001. V. 45. P. 1173–1177.
6. *Feltin E., Beaumont B., Laugt M., de Mierry P. et al.* Stress control in GaN grown on silicon (111) by MOVPE // *Appl. Phys. Lett.* 2001. V. 79. P. 3230.
7. *Schenk H., Frayssinet E., Bavard A., Rondi D. et al.* Growth of thick, continuous GaN layers on 4-in. Si substrates by MOCVD // *J. Crystal Growth.* 2011. V. 314. P. 85–91.
8. *Chen Jr-T.* GaN-SiC hybrid material for high-frequency and power electronics // *Appl. Phys. Lett.* 2013. V. 113. P. 041605.
9. *Amano H., Baines Y., Beam E., Borga M. et al.* The 2018 GaN power electronics roadmap // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2018. V. 51. № 16. P. 1–48.
10. *Colston G., Myronov M., Rhead S., Leadley D.* Analysis of surface defects in  $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y$  epilayers formed by the oversaturation of carbon // *Semicond. Sci. Technol.* 2015. V. 30. P. 1–6.
11. *Myronov M., Rhead S.D., Colston G., et al.* RP-CVD growth of high carbon content SiC epilayers using disilane and trimethylsilane precursors // *Proceedings of 2014 International Si-Ge technology and device meeting (ISTDM).* P. 69–70.

12. *Сергеева О.Н., Солнышкин А.В., Киселев Д.А., Ильина Т.С., Кукушкин С.А. и др.* Влияние ориентации кремниевой подложки с буферным подслоем карбида кремния на диэлектрические и полярные свойства пленок нитрида алюминия // *Физика твердого тела*. 2019. Т. 61. Вып. 12. С. 2379–2384.
13. *Bessolov V., Kalmykov A., Kononkov S., Konenkova E., Kukushkin S. et al.* Semipolar AlN on Si(100): Technology and properties // *Microelectronic Engineering*. 2017. V. 178. P. 34–37.
14. *Кукушкин С.А., Шарофидинов Ш.Ш.* Новый метод получения объемных кристаллов AlN, GaN и AlGaN с использованием гибридных подложек SiC/Si // *Физика твердого тела*. 2019. Т. 61. Вып. 12. С. 2338–2343.
15. *Tsarik K.A., Fedotov S.D., Nevolin V.K., Statsenko V.N.* Structural and morphological properties of Ga(Al)N grown by MBE on 3C-SiC/Si(111) templates with off-axis and on-axis substrate orientation // *Proc. SPIE 11022*. 2019. International Conference on Micro- and Nano-Electronics 2018. P. 1102219.