

# Аммиачная молекулярно-лучевая эпитаксия зародышевого смачивающего слоя AlN на виртуальных подложках 3C-SiC/Si

С.Д. Федотов<sup>1,3</sup>, К.А. Царик<sup>2</sup>, А.В. Бабаев<sup>1</sup>, В.К. Неволин<sup>2</sup>, В.Н. Стаценко<sup>3</sup>

<sup>1</sup>ООО «ОНСИ»

<sup>2</sup>Национальный исследовательский университет «МИЭТ»

<sup>3</sup>АО «Эпиэл»

**Аннотация:** в данной работе исследовался процесс молекулярно-лучевого осаждения гетероэпитаксиального слоя нитрида алюминия в аммиачной среде на виртуальные подложки (темплейты) карбида кремния на кремнии. Установлено влияние разориентации исходной подложки кремния на морфологию и структурные характеристики получаемых слоев AlN, проведены экспериментальные процессы роста при различной температуре.

**Ключевые слова:** нитрид алюминия, AlN, нитрид галлия, GaN, гетероэпитаксия, гетероструктуры, виртуальные подложки, темплейты, карбид кремния, кремний, 3C-SiC

## 1. Введение

Наиболее значимой технологической проблемой гетероэпитаксии Ga(Al)N соединений является отсутствие подложки, обладающей схожими параметрами элементарной ячейки и величиной КТРЛ. Стремительное развитие технологии создания приборов на GaN, наблюдаемое в последнее десятилетие, приводит к значительному повышению технических требований к используемым эпитаксиальным структурам. На сегодняшний день стало ясно, что практически все значимые достижения в области развития GaN-электроники были сделаны на гетероэпитаксиальных структурах. Несмотря на высокую плотность прорастающих дислокаций и других структурных дефектов в гетероэпитаксиальных слоях GaN, электроника на данных структурах (светодиоды или НЕМТ-транзисторы) демонстрирует крайне высокую функциональность [1]. Тем не менее, процесс роста III-N соединений на чужеродных подложках несет в себе ряд технологических проблем. В стандартном газофазном процессе (MOCVD, VPE) роста Ga(Al)N используются относительно высокие концентрации аммиака и водорода при высоких температурах (более 1000 °C для AlN), что ограничивает возможный перечень материалов для подложки. Введение низкотемпературных начальных стадий в данный процесс несколько расширяет диапазон материалов, стойких к разрушению в реакторе, и допускает использовать распространённые подложки кремния. Использование метода молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) для роста III-N позволяет понизить рабочие температуры процесса как минимум на 250 °C, однако устойчивость подложки к среде процесса остается критической проблемой вследствие высокой химической активности нитридных радикалов при температуре около 800 °C [2]. Требования к подложкам для промышленного роста GaN достаточно специфичны и включают целый набор критериев, таких как отсутствие высокого прогиба, малая шероховатость поверхности и ряд других параметров. Однако, в данном случае одним из наиболее значимых параметров является коммерческая доступность подложечного материала.

В настоящее время всё больше институтов и инновационных предприятий по всему миру исследуют возможность использования виртуальных подложек (темплейтов) для роста III-N соединений [3]. Под понятием виртуальной подложки или

темплейта подразумевают отдельно изготовленную гетероструктуру на основе стандартной подложки Si со слоем материала или соединения, обеспечивающего решение большинства технических и технологических проблем технологии GaN-on-Si [4]. Наиболее распространенной и перспективной технологией создания темплейтов для роста III-N является формирование гетероструктур кубического карбида кремния на кремнии (3C-SiC/Si) [5]. При комнатной температуре Si(111) обладает термическим коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) около  $2,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  и постоянной решетки 0,384 нм, в то время как GaN(0002) имеет более высокий ТКЛР  $5,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  и постоянную решетки 0,319 нм параллельно плоскости роста [6]. Приведенные различия являются основными причинами формирования высоких механических напряжений и дефектности слоев GaN/Si. В то же время, 3C-SiC обладает ТКЛР около  $4,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  и более близкой к GaN постоянной решетки 0,329 нм [7]. Использование переходного слоя 3C-SiC обеспечивает уменьшение различий ТКЛР и кристаллической структуры 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 Ga(Al)N на кремнии. Кубический карбид способен защитить поверхность подложки Si от повреждения триметилгаллием и аммиаком, а также блокировать диффузию элементов Al и Ga в кремний.

## 2. Подготовка образцов и экспериментальные результаты

Исследуемые слои нитрида алюминия были выращены в уникальном отечественном нанотехнологическом комплексе «Нанофаб-100», имеющем в своем составе модуль МЛЭ нитридов третьей группы с использованием аммиака в качестве источника активного азота.

Перед эпитаксиальным ростом ростовая камера откачивалась до давления  $1,3 \cdot 10^{-8}$  Па, анализировался состав атмосферы в реакторе.

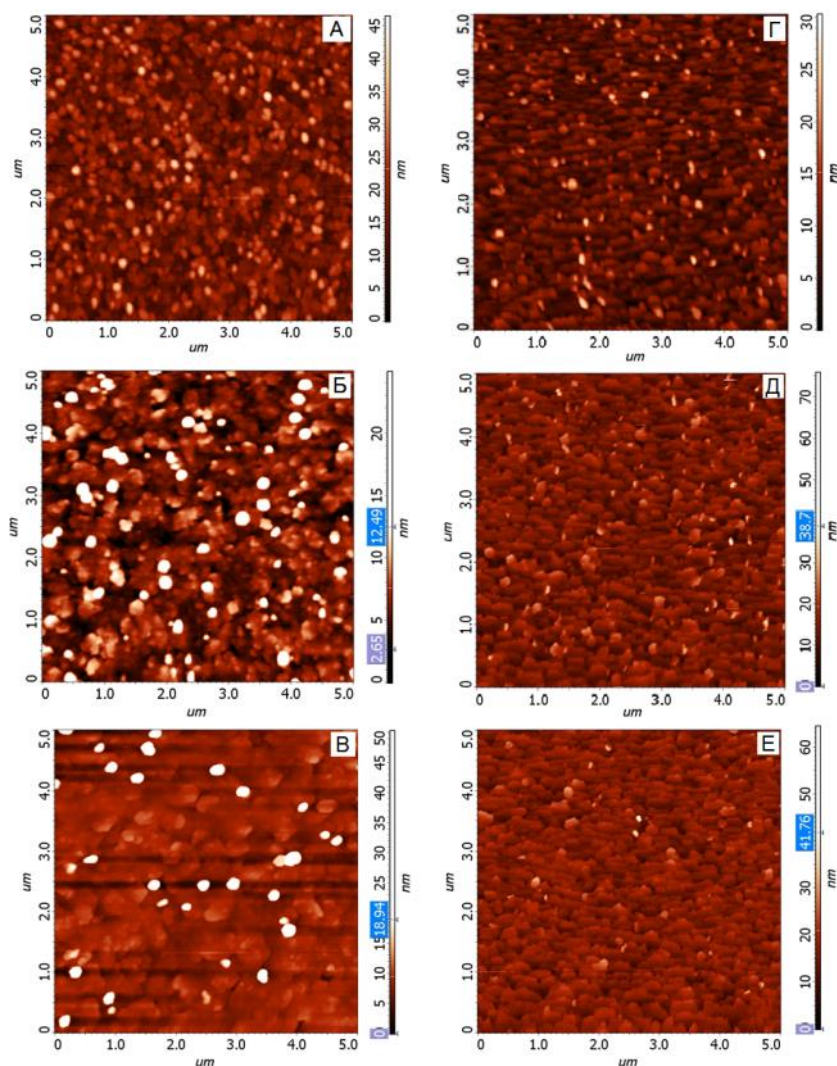
В качестве источников металлов III группы использовались стандартные эффузионные ячейки. В качестве материалов использовался алюминий (6N5) - 99,99995%. В качестве источника азота использовался инжектор с возможностью подогрева, через который в камеру роста подавался аммиак (NH<sub>3</sub>) марки «blue grade» (6N5) – то есть 99,99995%.

Исходные виртуальные подложки 3C-SiC/Si различались ориентацией подложки кремния: on-axis – подложка Si(111) без рассогласования, off-axis – подложка Si(111) с рассогласованием относительно [111] на 4°. Перед ростовым процессом помещались в камеру подготовки и отжигались в условиях  $10^{-7}$ – $10^{-6}$  Па при температуре 650 °С в течение часа. Процесс создания эпитаксиальной пленки AlN начинался с создания низкотемпературного слоя. Низкотемпературный слой AlN на темплейтах 3C-SiC/Si формировался в течение одной минуты при температуре около 700-800°С. Скорость роста слоя составила около 0,1 мкм/ч, регулировалась изменением потока атомарного алюминия путем нагрева эффузионной ячейки. После этого, температура роста слоя повышалась до значений 1140-1180 °С (см. таблицу 1) и рост AlN проходил в высокотемпературном режиме. Оптимальное соотношение III/N поддерживалось с помощью корректировки атомарного потока Al и газового потока NH<sub>3</sub>. Толщина формируемого AlN была в пределах 200-210 нм. Поверхность гетероструктур исследована методом атомно-силовой микроскопии (АСМ), произведен статистический анализ шероховатости. Проведен рентгеноструктурный анализ кристаллической структуры гетероэпитаксиального AlN, получены кривые качания от дифракционного отражения AlN(0002).

**Таблица 1.** Технологические параметры роста AlN на темплейтах 3C-SiC/Si(111)

Номер образца	Тип темплейта	Толщина, нм	Поток NH <sub>3</sub> , сссм	Температура нагрева подложки, °С	Примечание
1			90	1180	Рис. 1 А
2	on-axis		90	1170	Рис. 1 Б
3		200-210	100	1180	Рис. 1 В
4			90	1180	Рис. 1 Г
5	off-axis		90	1170	Рис. 1 Д
6			90	1140	Рис. 1 Е

Топология поверхности слоев AlN показана на снимках АСМ на рисунке 1. Измерения произведены в центральной области каждой гетероструктуры. Изменение характера морфологии поверхности при сканировании в краевых областях не наблюдалось. Установлены существенные отличия в морфологии поверхности AlN при гетероэпитаксии на темплейтах с различной ориентацией подложки (on-axis и off-axis). Результаты статистического анализа по полученным снимкам представлены в таблице 2.



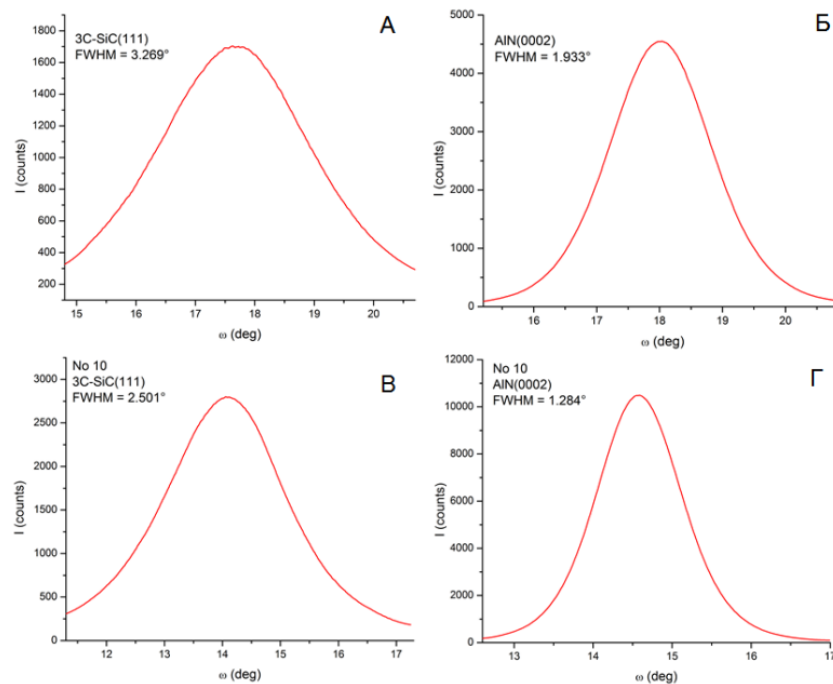
**Рисунок 1.** Снимки АСМ центральной области гетероструктур AlN/3C-SiC/Si(111) для on-axis (слева, А-В) и off-axis (справа, Г-Е) ориентации, образцы № 1-6 (см. табл. 1).

Таблица 2. Статистические данные по снимкам АСМ в центре пластины

№	Место на пластине	Разброс по высоте $S_y$ , нм	Среднее значение высоты, нм	Арифметическая шероховатость $S_a$ , нм	Среднеквадратичная шероховатость RMS, нм
1		46.4	16.8	3.9	5
2	on-axis	24.9	6.6	1.7	2.5
3		50.2	8.5	1.7	3.9
4		30.3	8.8	2.3	3.1
5	off-axis	75.7	13.9	2.5	3.4
6		64.3	16	2.2	3

При обсуждении результатов необходимо отметить, что среднеквадратичная шероховатость (RMS) исходной поверхности слоя 3C-SiC составляла не менее 3 нм для обоих типов подложки Si(111). Как видно из таблицы 2, проведение высокотемпературной стадии роста AlN при 1180 °C приводит к ухудшению структуры слоя и повышению шероховатости. Увеличение N-составляющей при той же температуре позволяет незначительно уменьшить RMS до 3.9 нм (образец № 3). Минимальное значение RMS для данного эксперимента получено при 1170 °C на темплейте типа on-axis (образец № 2). Внешний вид полученной поверхности указывал на преобладание трехмерного механизма роста слоя, однако при 1170 °C заметно постепенное латеральное разраствивание островков. В случае использования подложек off-axis была замечена тенденция к уменьшению RMS поверхности AlN при уменьшении температуры роста на высокотемпературной стадии. Морфология поверхности получаемых слоев указывала на преобладание двухмерного механизма роста слоя после момента коалесценции, наблюдалась упорядоченная наноструктурированная поверхность, образованная латеральными террасами разориентированного Si(111).

Проведен рентгеноструктурный анализ кристаллических гетероэпитаксиальных пленок AlN. Использован многофункциональный рентгеновский дифрактометр Rigaku Smartlab 3kW. Параметры измерений: рентгенооптическая схема Брэгга-Брентано, радиус гониометра 300 мм, монохроматор-анализатор из пиролитического графита,  $\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1,541 \text{ \AA}$ , напряжение на рентгеновской трубке 40 кВ, анодный ток 30 мА; режим сканирования  $\omega/2\theta$ : щель коллиматора IS – 200 мкм, приемная щель Соллера 5°, приемные щели RS – 200 мкм; режим сканирования  $\omega$ : щель коллиматора IS – 100 мкм, приемная щель Соллера 5°, приемные щели RS – 400 мкм. На рисунке 2 представлены дифрактограммы и кривые качания исследованных образцов № 2 on-axis и № 6 off-axis. Образцы измерены в центральных точках подложки и сориентированы относительно сигнала от отражения AlN(0002) для кривых качания AlN, от отражения 3C-SiC(111) для кривых качания SiC и от отражения Si(111) для дифрактограмм. 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. Установлено уменьшение величины FWHM получаемых слоев гексагонального AlN. Среднее значение FWHM для слоев на off-axis темплейтах составило 1,27°, для on-axis – 1,5°. Независимо от дефектности блочного переходного слоя 3C-SiC слои AlN характеризовались достаточно высокой кристаллическостью при толщине слоя не более 200-210 нм.



**Рисунок 2.** Кривые качания от дифракционных отражений 3C-SiC(111) и AlN(0002) для образцов № 2 (А и Б) и № 6 (В и Г).

### 3. Заключение

В результате проведенных работ обнаружено, что разориентация исходной подложки кремния для темплейтов 3C-SiC/Si прямым образом влияет на характер морфологии гетероэпитаксиального AlN. В случае использования темплейтов 3C-SiC/Si(111) с разориентацией off-axis  $4^\circ$  поверхность сплошного слоя AlN повторяла террасчатую морфологию кремния и была упорядочена. Получены гетероструктуры AlN/3C-SiC/Si со среднеквадратичной шероховатостью поверхности не более 3 нм. Рентгеноструктурный анализ показал наличие монокристаллической структуры AlN гексагональной ориентации (0002). Средние значения FWHM для кривых качания от AlN(0002) в режиме  $\omega/2\theta$  составили  $1,27^\circ$  слоев на off-axis темплейтах и  $1,5^\circ$  для слоев на on-axis темплейтах.

Исследование выполнено при финансовой поддержке **Фонда содействия инновациям (соглашение № 1ГТС1/48804)**.

#### Список литературы

1. Amano H. et al. The 2018 GaN power electronics roadmap //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2018. – Т. 51. – №. 16. – С. 163001.
2. Liaw H. M. et al. Epitaxial GaN films grown on Si (1 1 1) with varied buffer layers //Solid-State Electronics. – 2001. – Т. 45. – №. 7. – С. 1173-1177.
3. Jatal W. et al. Enhancement-and depletion-mode AlGaIn/GaN HEMTs on 3C-SiC (111)/Si (111) pseudosubstrates //physica status solidi (a). – 2017. – Т. 214. – №. 4. – С. 1600415.
4. Chen K. J., Häberlen O., Lidow A. C. I. Tsai, T. Ueda, Y. Uemoto, and Y. Wu //IEEE Trans. Electron Devices. – 2017. – Т. 64. – С. 779.
5. Colston G., Myronov M. Controlling the optical properties of monocrystalline 3C-SiC heteroepitaxially grown on silicon at low temperatures //Semiconductor Science and Technology. – 2017. – Т. 32. – №. 11. – С. 114005.
6. Reeber R. R., Wang K. Lattice parameters and thermal expansion of important semiconductors and their substrates //MRS Online Proceedings Library Archive. – 2000. – Т. 622..
7. Cordier Y. et al. Influence of 3C-SiC/Si (111) template properties on the strain relaxation in thick GaN films //Journal of crystal growth. – 2014. – Т. 398. – С. 23-32.