

Особенности морфологии и структура нанокристаллических пленок кубического карбида кремния, выращиваемых на поверхности Si

© Л.К. Орлов, Ю.Н. Дроздов, В.И. Вдовин*, Ю.И. Тарасова**, Т.Н. Смыслова**

Институт физики микроструктур Российской академии наук,
Нижний Новгород, Россия

* Институт химических проблем микроэлектроники,
Москва, Россия

** Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева,
Нижний Новгород, Россия

E-mail: orlov@ipm.sci-nnov.ru

(Поступила в Редакцию 8 июля 2008 г.)

С помощью разнообразных методов анализа (электронная, зондовая и интерференционная оптическая микроскопия, электронография, рентгеновская дифракция) исследуются состав, морфология поверхности и кристаллическая структура нанокристаллических пленок кубического карбида кремния, выращиваемых на кремнии методом химической конверсии из паров гексана. Проведено сопоставление характеристик пленок 3C-SiC, получаемых на подложках Si(100) и Si(111). Для гетероструктур 3C-SiC/Si(111) различными методами проанализированы особенности формы, размеров и кристаллографической структуры островков, формируемых на поверхности роста. Показано, что формируемые на поверхности фигуры роста образуют нанокристаллическую плотноупакованную текстуру с размерами зерен менее 50 nm. Электронограммы фигур роста на поверхности пленок демонстрируют наличие дополнительного сверхпериода, связанного с винтовыми осями в пространственной группе элементов симметрии кристалла.

Работа выполнена в рамках проектов РФФИ (гранты № 08-02-97017 и 08-02-00065).

PACS: 68.47.Fg, 68.55.Jk, 61.30.Nn

Карбид кремния относится к классу радиационно-стойких широкозонных материалов, перспективных для применения в высокотемпературной и высокочастотной электронике. Особенно привлекательными видятся гетероструктуры на основе кубического карбида кремния и кремния (3C-SiC/Si) в связи с перспективой использования данной гетеропары для создания высокоэффективного эмиттера к кремниевым диодам [1] и гетеробиполярному Si-Ge-транзистору [2] и продвижения активных кремниевых элементов в терагерцовый диапазон частот. Обсуждаются также возможности применения данной гетеропары в качестве подложечного материала при выращивании соединений нитридов [3] на кремнии. К настоящему времени гетероэпитаксия как поликристаллических [4], так и монокристаллических [5] пленок относительно низкотемпературной (температура роста $T_{gr} \approx 1000^\circ\text{C}$) кубической фазы карбида кремния ведется в основном из смеси силана с углеводородами с использованием, главным образом, метода химической эпитаксии при пониженном давлении (LPCVD) в реакторе. Росту пленки предшествует предварительная карбидизация поверхности кремния в потоке углеводородов.

В настоящей работе изучаются морфология поверхности и кристаллическая структура относительно тонких ($d_{SiC} \sim 0.1-0.3 \mu\text{m}$) пленок кубического карбида кремния (3C-SiC), выращиваемых на кремниевых подложках с ориентацией (100) и (111) в вакууме методом химической конверсии. Особенности ростового процесса и используемого оборудования обсуждались в работе [6]. Далее особое внимание обращено на геометрию и кристаллическую структуру фигур роста, появляющихся

на карбидизируемой поверхности Si(111) в процессе рекристаллизации пленки.

Рост кубической фазы карбида кремния контролировался методом рентгеноструктурного анализа с использованием дифрактометра ДРОН-4 на $\text{CuK}\alpha$ -излучении. В качестве примера на рис. 1 представлен вид спектров ($\omega - 2\theta$)-сканирования для образцов, выращенных на подложке Si(111) — кривые 1, 2 — и на подложках Si(100) — кривые 3, 4. В спектрах отчетливо идентифицируются следующие пики. Интенсивная линия на $2\theta_{111} = 28.26^\circ$ (кривая 1) связана с отражением

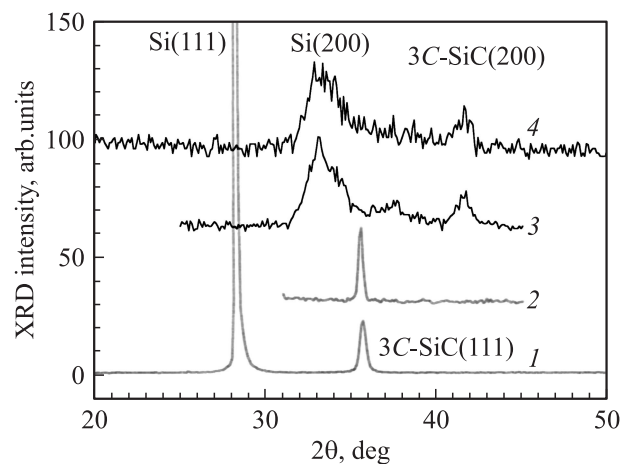


Рис. 1. Рентгенограммы слоев кубического карбида кремния, выращенных на Si(111) (1, 2) и на Si(100) (3, 4). 1 — образец № 05-03, 2 — № 08-01, 3 — № 08-02, 4 — № 07-08В.

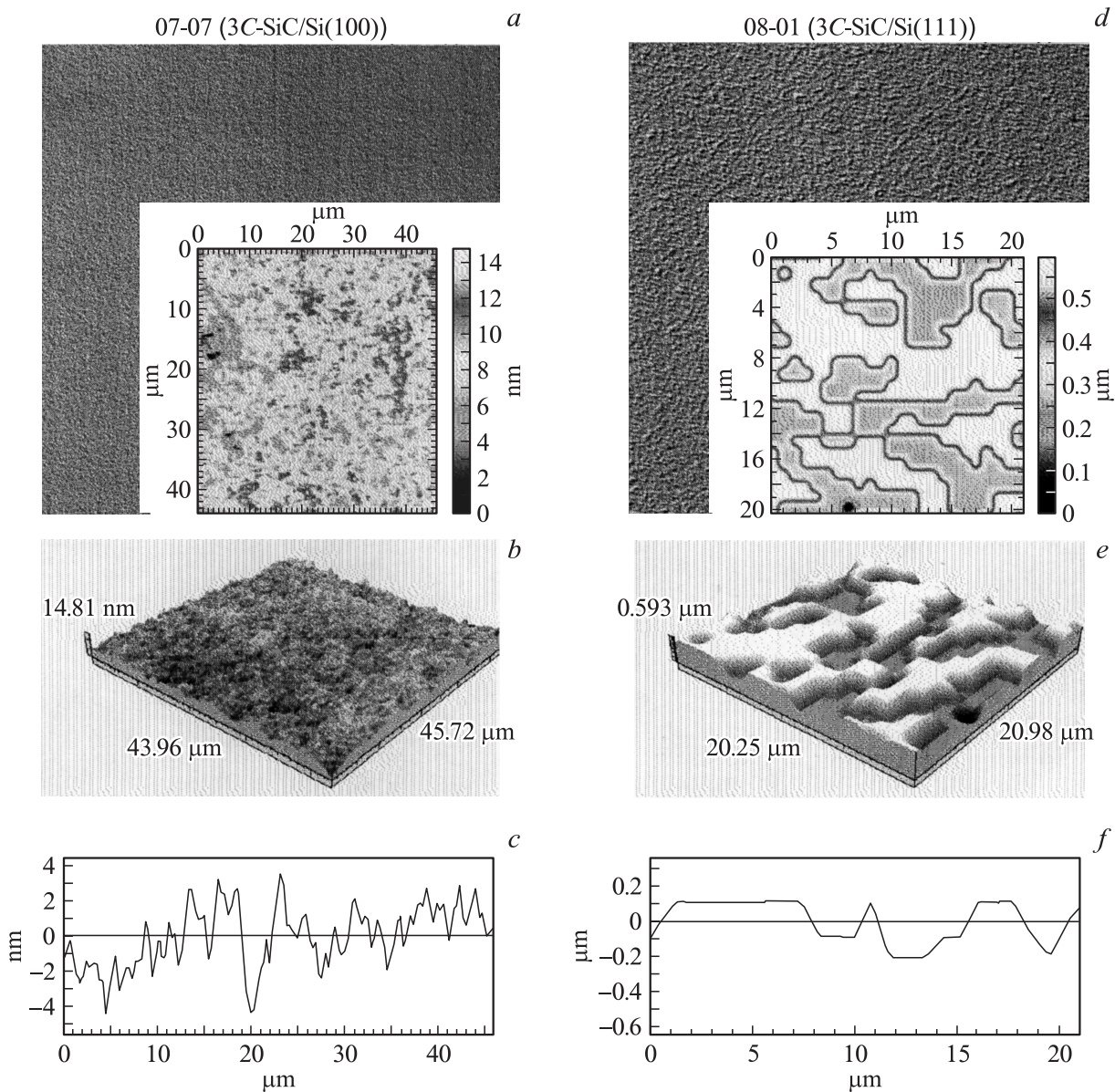


Рис. 2. Двумерное (*a, d*) и трехмерное (*b, e*) изображения поверхности структур 3C-SiC/Si(100) (*a-c*) и 3C-SiC/Si(111) (*d-f*). *c, f* — профили их поверхностей по данным WLI. *a-c* — образец № 07-07, *d-f* — № 08-01.

от плоскости кремния (111). Линия при $2\theta_{200} = 33.2^\circ$ (кривые 3, 4) для ориентации подложки Si(100) связана с отражением от плоскости нарушенных слоев кремния (200) в окрестности гетерограницы. Дифракционные пики на кривых в окрестности углов $2\theta_{111} = 35.64^\circ$ (кривые 1, 2) и $2\theta_{200} = 41.5^\circ$ (кривые 3, 4) связаны с отражением излучения от соответствующих плоскостей кубического карбида кремния 3C-SiC. Кубическая решетка карбида кремния вследствие возникающих на границе слоев значительных упругих напряжений может модифицироваться в ромбоэдрическую, что в ряде случаев наблюдалось в эксперименте [7].

Внешний вид поверхности и основные ее показатели (среднеквадратичное отклонение S_a , шероховатость S_q , перекос, размах S_t и эксцесс поверхности S_{ku}) для

гетероструктур SiC/Si оценивались методом оптической интерференционной микроскопии (WLI) с использованием микроскопа Taylor Hobson CCI 2000 A [8]. Сравнительные характеристики структуры поверхности двух образцов, один из которых (№ 07-07) выращен на подложке Si, ориентированной в направлении (100), а другой (№ 08-01) — в направлении (111), представлены на рис. 2. Здесь показаны двумерное (рис. 2, *a, d*) и соответствующее по площади вставке на этих рисунках трехмерное (рис. 2, *b, e*) изображения поверхности указанных образцов. Профиль сечения поверхности изображен на рис. 2, *c, f*. WLI-микроскопия показывает существенные различия в морфологии поверхности пленок, выращенных на подложках Si, вырезанных под разными кристаллографическими углами.

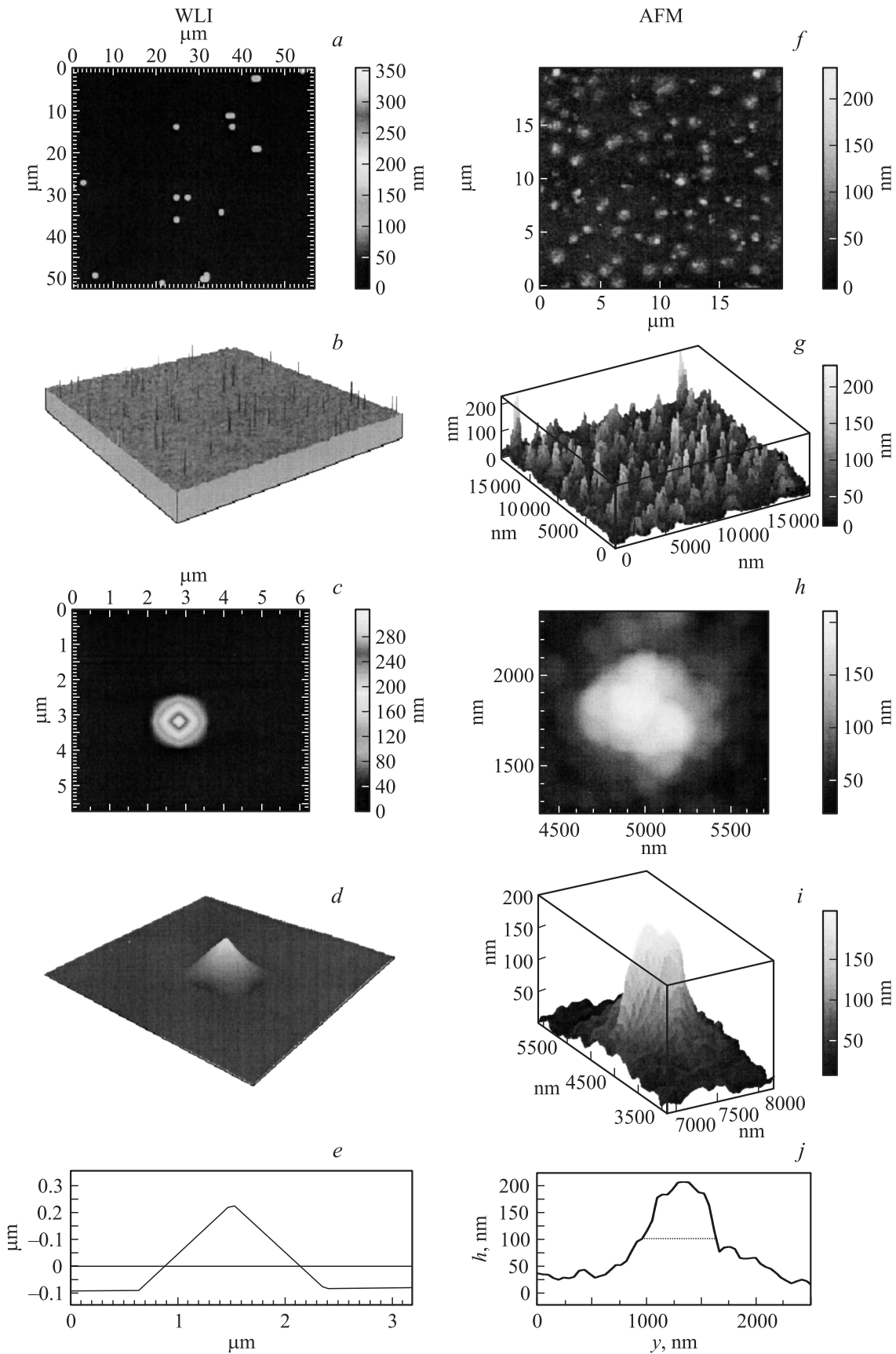


Рис. 3. Двумерные (*a,c,f,h*) и соответствующие им трехмерные (*b,d,g,i*) изображения поверхности структуры 3C-SiC/Si(111) (№ 05-03) с выделенными фигурами роста. *e,j* — профили островка, формируемого на поверхности кремния по данным интерференционной оптической микроскопии (*a-e*) и сканирующей зондовой микроскопии (*f-j*).

Таблица 1. Морфология поверхности исследуемых образцов по данным WLI-микроскопии (S_q — шероховатость, S_t — максимальный размах, S_{ku} — эксцесс поверхности)

Номер образца	Образец	S_q, nm	$S_t, \mu\text{m}$	S_{ku}
Подложка	Si(100)*	1.4	0.0133	3.063
05-08A	Si/Si(100)	1.6	0.0195	2.954
05-08B	Si/Al ₂ O ₃	1.6	0.0183	3.072
07-02	SiC/Si(100)	1.6	0.0147	3.094
07-05	SiC/Si(100)	3.7	0.024	2.552
07-06	SiC/Si(100)	2.3	0.0189	2.849
07-07	SiC/Si(100)	1.7	0.0148	3.098
07-08A	SiC/Si(100)	2.8	0.0194	2.658
03-02	SiC/Si(111)	143.9	1.746	5.122
05-03	SiC/Si(111)	15.9	0.689	315.1
05-09	SiC/Si(111)	16.4	0.676	390
08-01	SiC/Si(111)	129.6	0.593	1.486

* Производство НПО „Элма, Зеленоград“.

Несмотря на значительное (~20%) несоответствие решеток исходной гетеропары, для выращенных на Si(100) пленок карбида кремния (рис. 2, *a-c* и табл. 1) параметр шероховатости поверхности $S_q(\text{SiC})$ не превышал 4 nm при исходной шероховатости подложек кремния $S_q(\text{Si}) \approx 1.5 \text{ nm}$. В этой же таблице для сравнения приведены данные по морфологии поверхности слоев кремния, осаждаемых в процессе гомоэпитаксии на подложки Si(100) (образец № 05-08A) и в процессе гетероэпитаксии на подложки сапфира (образец № 05-08B). Видно, что морфология слоев 3C-SiC/Si(100) вполне сопоставима с морфологией поверхности Si. Разница между максимальными положительным и отрицательным пиками в плоскости пленки (амплитуда размаха поверхности S_t) колебалась для образцов, указанных табл. 1, в пределах 20 nm. Использование подложек кремния, вырезанных в направлении (111), приводит, как и следовало ожидать (рис. 2, *d-f* и табл. 1), к более низкому качеству поверхности слоев вследствие формирования на поверхности фигур роста и их разрастания в плоскости пленки в процессе рекристаллизации. Рост пленки в направлении (111) идет при этом со значительно большей скоростью.

Данные, полученные с помощью интерференционно-го (WLI) метода, совпадают по порядку величины с результатами сканирующей зондовой микроскопии (AFM). Анализ морфологии поверхности образцов, выращенных на плоскости Si(111), показывает, что на начальной стадии роста на поверхности карбидизированного слоя кремния формируются фигуры роста. Двумерные (*a, c, f, h*) и соответствующие им трехмерные (*b, d, g, i*) изображения островков на поверхности роста (111), полученные методами WLI и AFM, представлены на рис. 3 для образца № 05-03. Здесь же (рис. 3, *e, j*) показан вертикальный профиль сечения формируемых фигур роста. Согласно рис. 3, *c, e, h, j*, поперечный размер островков для данного образца при высоте $h \sim 0.2 \mu\text{m}$ составляет

на полувысоте величину немногим менее 1 μm , что находится на пределе разрешения WLI-микроскопии. Последняя при этом дает (ср. WLI- и AFM-изображения) только качественное представление о геометрии формируемых островков.

Более детальная информация о структуре выращенных пленок может быть получена из анализа снимков просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ) (рис. 4). На рис. 4, *a* показана структура карбидного слоя (образец № 05-03) в проходящем пучке в условиях дифракции с отклонением оси зоны [111]. Ось зоны [111] кремния сдвинута достаточно далеко в сторону от проходящего пучка. Пленка карбида кремния содержит фигуры роста, имеющие четкие геометрические формы в виде правильных трехгранных призм с основанием от 0.5 до 3 μm . Более светлые участки снимка на рис. 4, *a* (более темные участки на рис. 4, *b*) соответствуют более

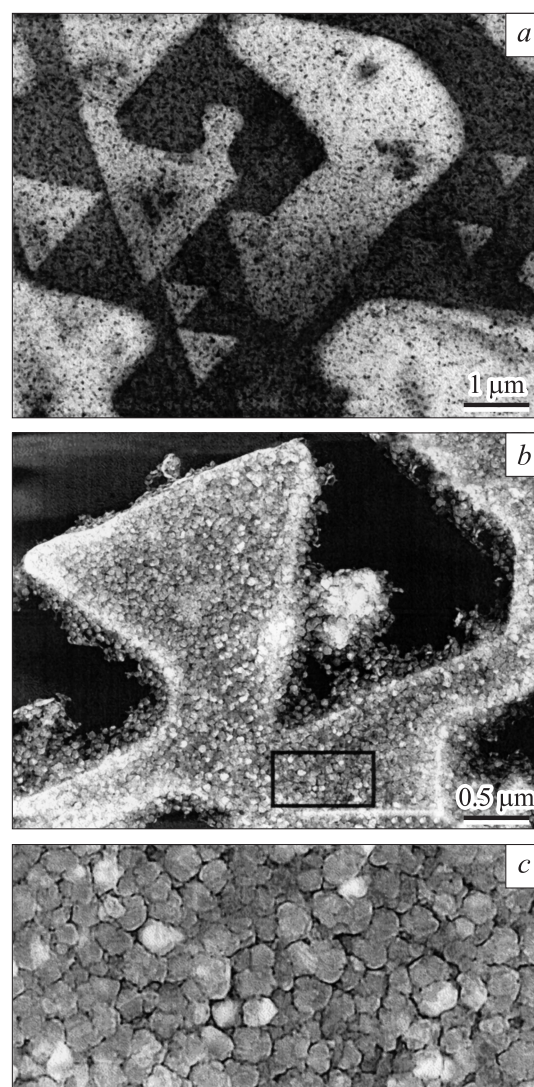


Рис. 4. ТЕМ толстого (*a*) и тонкого (*b*) участков фольги для структуры 3C-SiC/Si(111) (№ 05-03). *c* — увеличенное изображение нанокристаллической структуры пленки (выделенная прямоугольная область на части *b*).

Таблица 2. Номера дифракционных колец на электронограмме (рис. 5) и соответствующие им значения индексов Миллера (hkl) и величины межплоскостных расстояний d_{hkl} в решетке кубического карбида кремния, рассчитанные из экспериментальных данных (рис. 5, *a, b*) и взятые из таблиц (PDF card N 291129)

Номер кольца	hkl	$d_{hkl}, \text{Å}$		
		По данным		PDF
		рис. 5, <i>a</i>	рис. 5, <i>b</i>	
0	τ_R		8.5	
1	111	2.52	2.52	2.52
2	200		1.86	2.18
3	220	1.484	1.485	1.541
4	311	1.26	1.318	1.314
5	222	1.214	1.106	1.258
6	400	1.052		1.089
7	331	0.961	0.974	0.9999
8	422	0.857	0.883	0.889
9	511	0.809	0.768	0.8387

тонким участкам фольги. Фигуры роста проявляются более отчетливо (рис. 4, *b*) на конце клина с частично вытравленными тонкими участками фольги. Данный снимок получен на краю фольги в (000)-пучке электронов. Из приведенного рисунка хорошо видно, что островки, остающиеся в качестве остова на краю фольги, имеют текстурированную поликристаллическую плотноупакованную структуру. Размер зерен в ней, согласно рис. 4, *c*, колеблется в пределах 30–50 nm.

Формирование кубической модификации карбида кремния при выбранных условиях роста подтверждают и электронограммы исследуемой структуры. На рис. 5, *a* показана электронограмма от центрального треугольника на рис. 4, *a*. Видны только интенсивные регулярно расположенные рефлексы. Зная радиусы r_{hkl} дифракционных колец (r_{hkl} — расстояние, измеряемое по дифракционной картине между проходящим (000)- и дифрагированным (hkl -пучками)) и определяемую длиной рабочей камеры постоянную электронного микроскопа $\lambda = 3.38 \text{ cm} \cdot \text{Å}$, нетрудно оценить величины межплоскостных расстояний d_{hkl} . Значения межплоскостных расстояний d_{hkl} для последовательности индексов Миллера (hkl) в измеряемой пленке приведены в табл. 2. Полученные значения d_{hkl} соответствуют межплоскостным расстояниям, взятым из таблиц (PDF card 291129) для кубического карбида кремния с симметрией решетки $F43m$.

В других участках фольги после выведения оси зоны на оптическую ось электронограмма принимала вид, изображенный на рис. 5, *b*. Электронограммы характеризуются особенностью, (см., например, [9]) и связанной с появлением дополнительных колец вокруг основных рефлексов. Наиболее хорошо выражены розетки в окрестности рефлексов (220), (331), (422). Слабо выраженный набор дифракционных колец возникает и вокруг

направления основного (000)-пучка (рис. 5, *c*). Согласно данным табл. 2 радиус дифракционного кольца r_{\min} в розетке соответствует отражению от плоскостей с межплоскостным расстоянием $d_{\tau_R} \approx 8.5 \text{ Å}$. Данная величина близка к длине диагонали кубической ячейки кристалла 3C-SiC. Появление дополнительных колец вокруг основных рефлексов вероятнее всего, связано с существованием в качестве элементов симметрии кристалла винтовых осей τ_R , обуславливающих появление в кристаллической структуре карбида кремния дополнительного сверхпериода. Известно, что различные формы карбида кремния образуют естественную сверхрешетку, обуславливающую возможность наблюдения в них целого ряда специфических для узкозонных полупроводников явлений [10].

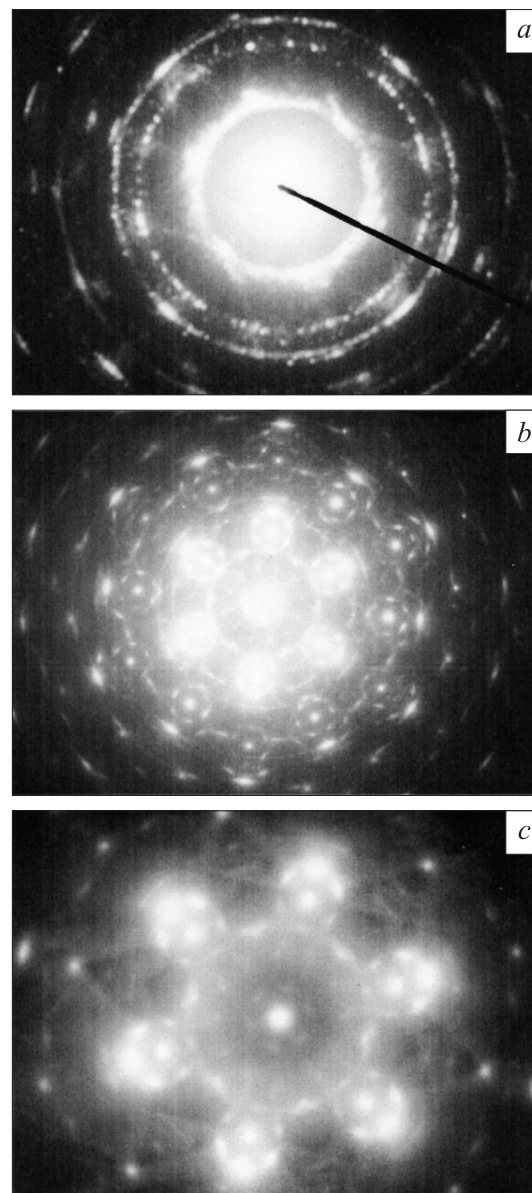


Рис. 5. Электронограмма толстого (*a*) и тонкого (*b, c*) участков фольги для структуры 3C-SiC/Si(111) (№ 05-03).

Авторы благодарят В.Н. Шкадина, Н.А. Алябину и В.А. Боженкина за помощь, оказанную при выращивании гетероструктур.

Список литературы

- [1] W.T. Hsieh, Y.K. Fang, W.J. Lee, C.W. Ho, K.H. Wu, J.J. Ho. *Electron. Lett.* **36**, 1869 (2000).
- [2] T. Sugii, T. Ito, Y. Furumura, M. Doki, F. Mieno, M. Maeda. *Electron. Dev. Lett.* **9**, 87 (1988).
- [3] C.I. Park, J.H. Kang, K.C. Kim, K.S. Nahm, E.K. Suh, K.Y. Lim. *Thin Solid Films* **401**, 60 (2001).
- [4] S. Noh, X. Fu, L. Chen, M. Mehregany. *Electron. Lett.* **42**, 775 (2006).
- [5] T. Yoshinobu, H. Mitsui, Y. Tarui, T. Fuyuki, H. Matsunami. *J. Appl. Phys.* **72**, 2006 (1992).
- [6] Л.К. Орлов, Ю.Н. Дроздов, В.Б. Шевцов, В.А. Боженкин, В.И. Вдовин. *ФТТ* **49**, 596 (2007).
- [7] Л.К. Орлов, Ю.Н. Дроздов, В.Б. Шевцов, В.И. Вдовин, Ю.И. Тарасова, М.А. Гришков, Н.А. Алябина, В.А. Боженкин. Тр. конф. „Нанозфизика и нанозлектроника-2008“. ИФМ РАН, Н. Новгород (2008). С. 455.
- [8] R.T. Blunt. Proc. CS MANTECH Conf. Vancouver. Canada (2006). P. 59.
- [9] F.M. Morales, Ch. Zgheib, S.I. Molina, D. Araujo, R. Garcia, C. Fernandez, A. Sanz-Hervas, P. Weih, Th. Stauden, V. Cimalla, O. Ambacher, J. Pezoldt. *Phys. Stat. Sol. (c)*, **1** (2), 341 (2004).
- [10] В.И. Санкин, А.А. Лепнева. *ФТП* **34**, 831 (2000).