

УДК 621.315.592

Исследование влияния наноструктурированных AlN/Si(100)-темплейтов на рост полуполярных слоев AlN(10 $\bar{1}1$)

© В.Н. Бессолов¹, Е.В. Коненкова¹, С.Н. Родин¹, А.В. Соломникова², Ш.Ш. Шарофидинов¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² СПбГЭТУ «ЛЭТИ»,
197022 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: lena@triat.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 10 февраля 2025 г.

В окончательной редакции 16 апреля 2025 г.

Принята к публикации 23 апреля 2025 г.

Полуполярные AlN(10 $\bar{1}1$)-слои, выращенные хлорид-гидридной газофазной эпитаксией на предварительно изготовленных AlN/Si(100)-темплейтах, исследовались методами атомно-силовой и сканирующей электронной микроскопии и рентгеновской дифракции. В качестве темплейтов на подложке Si(100) с симметричным V-образным нанорельефом глубиной ~ 40 нм при шаге 40–60 нм были подготовлены два типа структур, в которых один имел только слой, выращенный газофазной эпитаксией из металлоорганических соединений, а второй имел еще и дополнительный промежуточный слой, выращенный методом реактивного магнетронного распыления. Показано, что оба типа формировали слой AlN, выращенный хлорид-гидридной газофазной эпитаксией, в виде блоков, размеры которых были больше для структуры, выращенной эпитаксией из металлоорганических соединений, чем сформированной двумя методами. Обнаружено, что на темплейте, сформированном двумя методами, при толщине отделенного от подложки слоя 115 мкм рентгеновская дифракция показала наличие (0002) и (10 $\bar{1}1$) блоков, с величиной полуширины кривой качания рентгеновской дифракции $\omega_\theta = 5$ arcgrad, а на темплейте, выращенном газофазной эпитаксией из металлоорганических соединений, был создан слой AlN(10 $\bar{1}1$) толщиной 7 мкм с $\omega_\theta = 1.5$ arcgrad с трещинами в направлении, перпендикулярном V-канавке.

Ключевые слова: нитрид алюминия, наноструктурированная подложка кремния, хлорид-гидридная газофазная эпитаксия.

DOI: 10.61011/FTP.2025.01.60492.7599

1. Введение

За последние годы широкозонные III-N полупроводники благодаря оптическим и электрическим свойствам стали привлекательными для изготовления оптоэлектронных устройств [1]. Из этой группы нитрид алюминия (AlN) обладает самой широкой запрещенной зоной, высокой прозрачностью в ультрафиолетовом диапазоне, превосходными пьезоэлектрическими свойствами и достойной термической стабильностью [2]. Отметим, что AlN в качестве буферного слоя имеет важное значение в эпитаксии нитрида галлия на кремниевой подложке, поскольку решает проблему обратного травления, вызванную реакциями между атомами Ga и Si при высоких температурах, которые разрушают эпитаксиальные слои GaN [3].

Из-за ограниченного размера и чрезвычайно высокой стоимости объемных подложек слои AlN выращивают на чужеродных подложках, таких как сапфир и кремний [4]. Более того, кремниевые подложки более перспективны для интеграции кремниевой и III-нитридной электроники из-за того, что обладают рядом преимуществ, таких как низкая стоимость, большие размеры и высокая теплопроводность [5]. Кремниевая подложка легко удаляет-

ся методом химического травления. Большое ($\sim 19\%$) несоответствие решеток между AlN и Si(111) является причиной деформации структуры и возникновения высокой плотности дислокаций. Кроме того, несоответствие ($\sim 43\%$) коэффициентов теплового расширения между AlN и Si стимулирует образование трещин во время охлаждения до комнатной температуры [6], что отрицательно сказывается на работе приборов на основе III-нитридов [7]. Поэтому выращивание качественных толстых (в несколько микрон) слоев AlN на кремниевых подложках является сложной задачей. Попытки синтезировать гексагональный AlN на подложке Si(100) показали, что рост слоев дополнительно затруднен из-за того, что при синтезе гексагональной структуры AlN на кубической структуре Si(100) слои растут в двух кристаллографических ориентациях [8].

Снижение деформации в гетероструктурах AlN на кремнии возможно при использовании магнетронного распыления [9]. В этом методе температура синтеза существенно понижена, что приводит к снижению деформации слоев и уменьшает взаимную диффузию между Si и AlN [10]. Помимо этого, метод магнетронного распыления хорошо отработан для осаждения аморфных и текстурированных тонких пленок, но из-за

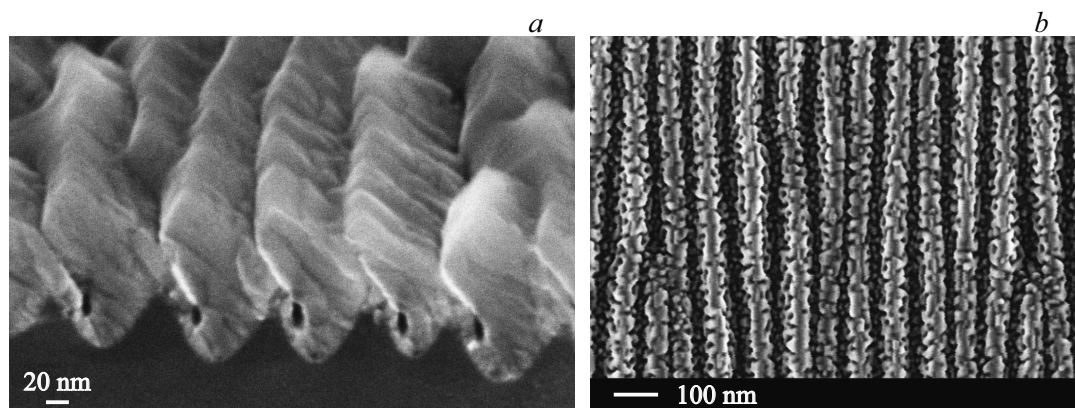


Рис. 1. РЭМ-изображения AlN-слоев: толщиной 60 нм после RMS (а) и толщиной 30 нм после MOCVD (b) процессов.

более низких температур роста он потенциально может облегчить интеграцию III-нитридных слоев с кремниевой технологией металл-оксид-полупроводник [11]. В настоящее время оптоэлектронные устройства на основе III-нитридных структур в основном базируются на полярных GaN-подложках, которые содержат в приборах нежелательное сильное поляризационное поле. Одним из способов избежать это явление является выращивание неполярных и полуполярных объемных подложек, поскольку такие структуры обладают большим потенциалом в повышении внутренней квантовой эффективности светодиодов [12]. В настоящее время предпринимаются попытки вырастить полуполярные нитриды галлия и алюминия на микро- [13] и наноструктурированных подложках Si(100) [8], в которых предлагается для зарождения слоя использовать наклонную грань Si(111). Хлорид-гидридная газофазная эпитаксия (HVPE) успешно применялась для получения толстых (~ 4.5 мкм) AlN(0001)-слоев на наноструктурированной, с-ориентированной подложке сапфира [14], однако мы не обнаружили в литературе сведений о получении отделенных от подложки полуполярных AlN-слоев.

Цель работы — исследование влияния наноструктурированных AlN/Si(100)-темплейтов на получение микронных полуполярных слоев AlN(10 $\bar{1}$ 1).

2. Эксперимент

Для выполнения поставленной цели изучались полуполярные AlN(10 $\bar{1}$ 1)-слои, выращенные методом хлорид-гидридной газофазной эпитаксии (HVPE) на AlN/Si(100)-темплейтах. В качестве AlN/Si(100)-темплейтов на подложке Si(100) с симметричным V-образным нанорельефом глубиной ~ 40 нм при шаге 40–60 нм (NP-Si(100)) были подготовлены два типа структур — А и В. Структура А изготавливалась следующим образом: сначала методом реактивного магнетронного распыления (RMS) выращивали слой AlN толщиной 60 нм (рис. 1, а), затем методом газофазной

эпитаксии металлоорганических соединений (MOCVD) выращивали слой 300 нм и, наконец, методом HVPE выращивался полуполярный слой AlN толщиной до 115 мкм, который отделялся от подложки. Структура В имела слой AlN толщиной 300 нм, выращенные методом MOCVD (рис. 1, б), и затем слой толщиной до 7 мкм, полученный методом HVPE. Перед эпитаксией NP-Si(100) обрабатывались в растворе плавиковой кислоты с водой в стандартном режиме и затем методами RMS или MOCVD при температурах осаждения 450 и 1080 °C соответственно, далее методом HVPE при температуре 950 °C в атмосфере аргона осуществлялся рост слоев AlN со скоростью ~ 50 мкм/ч. Формирование слоя AlN осуществлялось на NP-Si(100) либо методом RMS аналогично [15], либо методами MOCVD [15] и HVPE аналогично [16]. Выращенные образцы исследовались методами рентгеновской дифракции, растровой электронной (РЭМ) и атомно-силовой (АСМ) микроскопии. Для структур, полученных на темплейте А, подложка Si(100) удалялась методом химического травления в (HNO₃:HF = 2:1).

3. Результаты

Изготовление методом RMS структур А позволило сформировать на начальном этапе сплошной слой AlN на гранях Si(111) и Si(1 $\bar{1}$ 1) с сохранением наноструктурированной поверхности (рис. 1, а), что позволило избежать окисления кремния при перемещении структур из реактора RMS в установку MOCVD.

Рентгенодифракционный анализ показал, что в структуре А слой, синтезированный методом RMS, имеет текстурный блочный характер, состоящий из кубических и гексагональных зародышей аналогично [15]. РЭМ-изображение поверхности слоя показало, что он состоит из периодических блоков столбчатых кристаллитов, которые перпендикулярны к грани Si(111), при этом расстояние между пиками горбов соответствовало шагу профиля на поверхности подложки NP-Si(100) (рис. 1, а).

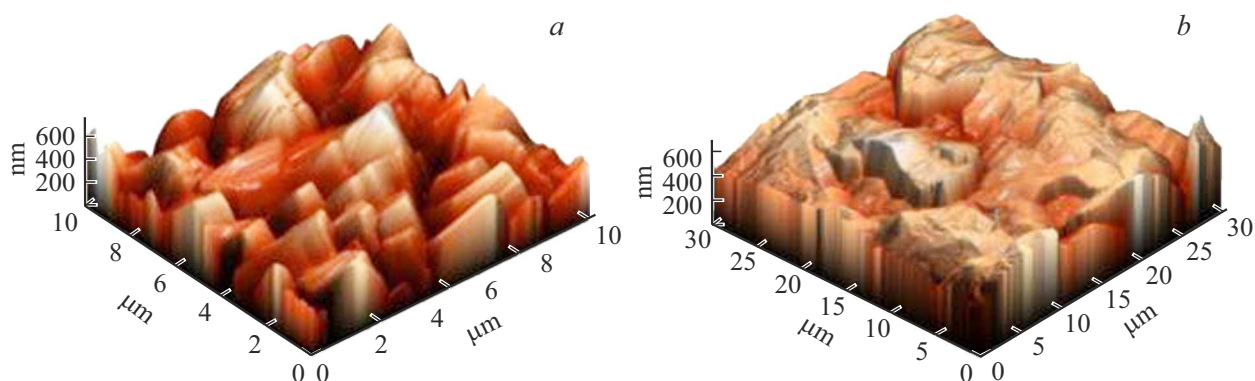


Рис. 2. АСМ-изображение поверхности А (а) и В (b) структур с толщиной HVPE слоя ~ 1 мкм.

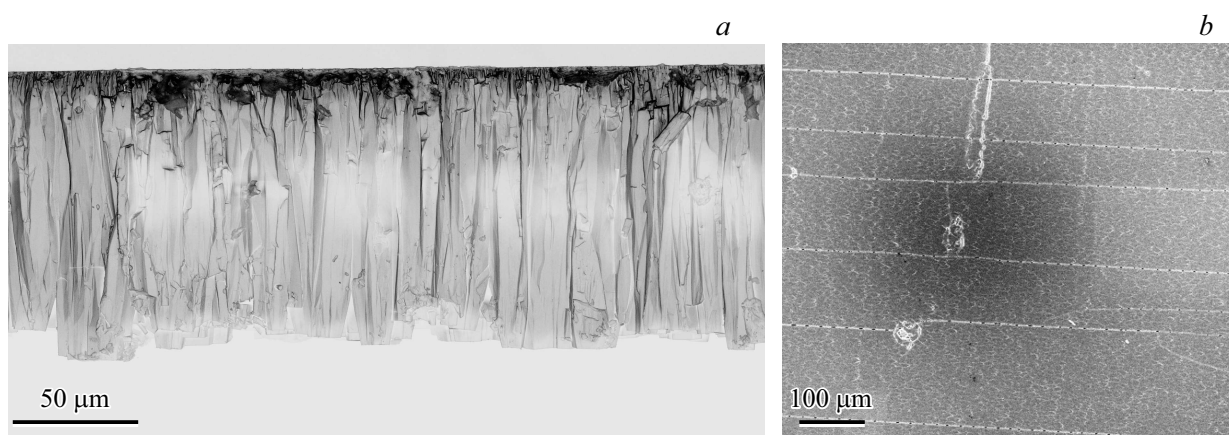


Рис. 3. РЭМ-изображение скола AlN-слоя после удаления подложки структуры А (а) и поверхности структуры В (b).

Изготовление методом MOCVD структуры В показало (рис. 1, *b*), что на начальной стадии роста 30-нанометровый слой, во-первых, покрывает поверхность подложки, а во-вторых, сохраняет ее исходный характер. Изображение в атомно-силовом микроскопе поверхности структуры А с толщиной HVPE слоя ~ 1 мкм показало, что присутствуют блоки как полярной, так и полуполярной ориентации (рис. 2, *a*).

Изображение в атомно-силовом микроскопе поверхности слоя AlN толщиной ~ 1 мкм, выращенного методом HVPE на структуре В, показало наличие блоков полуполярного характера большего размера, чем блоков на структуре А (рис. 2, *a, b*).

Рентгеноструктурный анализ структуры А показал полуполярную блочную структуру слоев с ориентацией (1011) и (0002), при этом FWHM рентгеновской дифракции $\omega_\theta = 5$ arcgrad. РЭМ-изображение структуры А с толщиной слоя 115 мкм показало, что трещин не обнаружено, что позволило удалить подложку и получить объемный полуполярный блочный слой (рис. 3, *a*).

Рентгеноструктурный анализ структуры В показал, что слои имели полуполярную блочную структуру (1011) с FWHM рентгеновской дифракции

$\omega_\theta = 1.5$ arcgrad. Поверхности структуры В толщиной 7 мкм после HVPE эпитаксии, изученные электронной микроскопией, обнаружили трещины в направлении, перпендикулярном канавке, с шагом 100–200 мкм в слое AlN(1011) (рис. 3, *b*).

4. Обсуждение результатов

Данные по различиям в размерах и характере блоков AlN для А и В, полученные из исследования слоев методом атомно-силовой микроскопии, можно объяснить следующим образом.

Различия в размерах и характере блоков AlN для образцов А и В, выращенных на Si-подложках, можно объяснить при помощи модели, описывающей рост AlN при разных температурах на сапфировой подложке. При высоких температурах эпитаксии AlN на сапфировой подложке грань на поверхности представляет собой плоскость (0001), поскольку ее свободная энергия — наименьшая. Если температура становится ниже определенного значения, то другие кристаллические плоскости, такие как (1011), будут иметь более низкую поверхностную энергию, чем плоскость (0001), и кристаллическая

плоскость $\text{AlN}(10\bar{1}1)$ становится гранью на поверхности растущего AlN -слоя на сапфировой подложке при температурах эпитаксии $< 1390^\circ\text{C}$ [10]. Однако и скорость роста граней влияет на их структуру: при более высокой скорости роста формирование грани (1011) является преобладающим по отношению к грани (0001) [12].

Формирование блоков большего размера структур В можно объяснить на основе модели зависимости диффузионной длины адатомов Al на поверхности AlN от атомной структуры поверхности слоя. Отметим, что использование буферного AlN -слоя приводит к понижению энергии связи и диффузионного барьера для адатомов Al на поверхности слоя AlN по сравнению с поверхностью Si, что приводит к улучшению миграции и ускоряет процессы коалесценции.

Мы полагаем, что величина поверхностной длины диффузии при эпитаксии на структуре А будет меньше, поскольку поверхность первого слоя состоит из мелкозернистых блоков, присущих низкотемпературному RMS-слою (рис. 2, а) по сравнению с величиной диффузии для структуры, которая выращивалась при высокой температуре методом MOCVD. Это и приводит к большим размерам блоков и в дальнейшем к росту полуполярного слоя с более низким значением FWHM рентгеновской дифракции $\omega_\theta = 1.5 \text{ arcgrad}$. Оказалось, что при толщинах 7 мкм такие слои показывают линии трещин с расстоянием между ними 100–200 мкм (рис. 3, б). Это связано с возникновением деформации в направлении вдоль V-канавки из-за различия коэффициентов термического расширения AlN и Si. В направлении, перпендикулярном канавке, эта деформация снимается наличием рельефа поверхности с шагом 40 нм. В структуре А формирование мелкозернистых блоков снимает деформацию в обоих направлениях и не создает трещин даже в 115-микронных слоях AlN .

5. Заключение

Таким образом, исследования полуполярных $\text{AlN}(10\bar{1}1)$ -слоев, выращенных методом HVPE на AlN -темплейтах, полученных методами реактивного магнетронного распыления и газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений на подложке Si(100) с симметричным V-образным нанорельефом, показало, что темплейты А и В демонстрируют различные результаты эпитаксиального роста методом HVPE толстого AlN -слоя:

- слои формировались в виде блоков, размеры которых были больше для темплейтов В;
- полуполярные слои $\text{AlN}(10\bar{1}1)$ толщиной 7 мкм, полученные на темплейте В,
- имели FWHM рентгеновской дифракции $\omega_\theta = 1.5 \text{ arcgrad}$ и трещины в одном из направлений;
- слой AlN толщиной 115 мкм был отделен от темплейта А, имел FWHM рентгеновской дифракции $\omega_\theta = 5 \text{ arcgrad}$ и состоял из блоков (0002) и (1011) .

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Список литературы

- [1] R.S. Pengelly, S.M. Wood, J.W. Milligan, S.T. Sheppard, W.L. Pribble. IEEE Trans. Microw. Theory Techn., **60** (6), 1764 (2012). <https://doi.org/10.1109/TMTT.2012.2187535>
- [2] D. Zhu, D.J. Wallis, C.J. Humphreys. Rep. Progr. Phys., **76** (10), 106501 (2013). <https://doi.org/10.1088/0034-4885/76/10/106501>
- [3] J.J. Freedsmann, A. Watanabe, Y. Yamaoka, T. Kubo, T. Egawa. Phys. Status Solidi A, **213**, 424 (2016). <https://doi.org/10.1002/pssa.201532601>
- [4] L. Huang, Y. Li, W. Wang, X. Li, Y. Zheng, H. Wang, Z. Zhang, G. Li. Appl. Surf. Sci., **435**, 163 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.11.002>
- [5] Y. Sun, K. Zhou, M. Feng, Z. Li, Y. Zhou, Q. Sun, J. Liu, L. Zhang, D. Li, X. Sun, D. Li, Sh. Zhang, M. Ikeda, H. Yang. Light: Sci. Appl., **7** (1), 13 (2018). <https://doi.org/10.1038/s41377-018-0008-y>
- [6] Z.-Z. Zhang, J. Yang, D.-G. Zhao, F. Liang, P. Chen, Z.-S. Liu. Chin. Phys. B, **32** (2), 028101 (2023). <https://doi.org/10.1088/1674-1056/ac6b2b>
- [7] A. Bardhan, S. Raghavan. J. Cryst. Growth, **578**, 126418 (2022). <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2021.126418>
- [8] В.Н. Бессолов, Е.В. Коненкова. ЖТФ, **93** (9), 1235 (2023). <https://doi.org/10.21883/JTF.2023.09.56211.31-23>
- [9] H.Y. Liu, G.S. Tang, F. Zeng, F. Pan. J. Cryst. Growth, **363**, 80 (2013). <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2012.10.008>
- [10] T. Yamada, T. Tanikawa, Y. Honda, M. Yamaguchi, H. Amano. Jpn. J. Appl. Phys., **52** (8S), 08JB16 (2013). <https://doi.org/10.7567/JJAP.52.08JB16>
- [11] A. Dadgar, F. Hrich, R. Borgmann, J. Blsing, G. Schmidt, P. Veit, J. Christen, A. Strittmatter. Phys. Status Solidi A, **2200609** (2022). <https://doi.org/10.1002/pssa.202200609>
- [12] Y. Zhao, S.-H. Oh, F. Wu, Y. Kawaguchi, S. Tanaka, K. Fujito, J.S. Speck, S.P. DenBaars, S. Nakamura. Appl. Phys. Express, **6**, 062102 (2013). <https://doi.org/10.7567/APEX.6.062102>
- [13] Y. Honda, N. Kameshiro, M. Yamaguchi, N. Sawaki. J. Cryst. Growth, **242**, 82 (2002). [https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(02\)01353-2](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(02)01353-2)
- [14] Ch. Wang, X.-D. Gao, D.-D. Li, J.-J. Chen, J.-F. Chen, X.-M. Dong, X. Wang. Chin. Phys. B, **32**, 026802 (2023). <https://doi.org/10.1088/1674-1056/ac6865>
- [15] В.Н. Бессолов, М.Е. Компан, Е.В. Коненкова, Т.А. Орлова, С.Н. Родин, А.В. Соломникова. ЖТФ, **94** (6), 944 (2024). <https://doi.org/10.61011/JTF.2024.06.58135.296-23>
- [16] В.Н. Бессолов, М.Е. Компан, Е.В. Коненкова, В.Н. Пантелеев, С.Н. Родин, М.П. Щеглов. Письма ЖТФ, **45** (11), 3 (2019). <https://doi.org/10.21883/PJTF.2019.11.47813.17756>

Редактор Г.А. Оганесян

The investigation of the impact of nano-structured AlN/Si(100) templates for the growth of semipolar AlN(10 $\bar{1}$ 1) layers

V.N. Bessolov¹, E.V. Konenkova¹, S.N. Rodin¹,
A.V. Solomnikova², Sh.Sh. Sharofidinov¹

¹ Ioffe Institute,

194021 St. Petersburg, Russia

² St. Petersburg Electrotechnical University „LETI“,

197022 St. Petersburg, Russia

Abstract Semipolar AlN(10 $\bar{1}$ 1) layers grown by hydride vapour-phase epitaxy (HVPE) on AlN/Si(100) templates were studied by X-ray diffraction, atomic force, and scanning electron microscopy. Two types of structures were prepared as AlN/Si(100) templates on a Si(100) substrate with a symmetrical V-shaped nano-relief with a depth of about 40 nm at a step of 40–60 nm, in which one of the templates had only a layer grown by metal organic chemical vapor phase deposition (MOCVD), and the second also had an additional intermediate layer a layer grown by reactive magnetron sputtering (RMS). It was shown that all structures formed the HVPE layer of AlN in the form of blocks, the sizes of which were larger for the template grown by MOCVD than on the template grown by two methods. It was found that the templates affect the structure of the AlN layer: on a template grown by two methods, with a thickness of 115 microns separated from the substrate, X-ray diffraction showed the presence of (0002) and (10 $\bar{1}$ 1) blocks with FWHM $\omega_\theta = 5$ arcgrad, and on the MOCVD template, the structure of AlN(10 $\bar{1}$ 1) with $\omega_\theta = 1.5$ arcgrad with cracks in the direction perpendicular to the V-groove at a thickness of 7 microns.