

Физика

УДК 538.911; 54-165.2

DOI: 10.21779/2542-0321-2017-32-4-7-13

Н.В. Офицерова¹, В.И. Савина², Х.У. Лабазанов¹

Математическое прогнозирование технологических условий получения твердых растворов в системе SiC–AlN

¹ Дагестанский государственный университет; Россия, 367000, г. Махачкала, ул. М. Гаджиева, 43а; kalinof2002@mail.ru;

² Дагестанский государственный аграрный университет; Россия, 367012, г. Махачкала, ул. М. Гаджиева, 180

Получение качественных малодефектных кристаллов твердых растворов на его основе SiC сопряжено с рядом трудностей. Например, что невозможно эффективно управлять процессом роста кристалла. В данной работе предпринята попытка спрогнозировать технологический режим получения, а следовательно, и свойства эпитаксиальных слоев твердых растворов в системе карбид кремния – нитрид алюминия на основе экспериментальных данных.

Посредством обработки экспериментальных данных, полученных с использованием рентгеноструктурного анализа и электронной микроскопии, делается попытка спрогнозировать технологические условия оптимального роста карбидкремниевых твердых растворов. В работе приведены результаты прогнозирования технологического режима и его влияния на состав твердых растворов на основе карбида кремния.

Для математической обработки результатов использовался регрессионный анализ. Проведенное исследование и расчеты показали, что состав газовой фазы является определяющим фактором в технологическом режиме. Минимальное количество аргона в смеси с азотом позволяет управлять составом растущего эпитаксиального слоя.

На основе проведенных расчетов были построены зависимости состава растущего эпитаксиального слоя твердого раствора на основе карбида кремния от температуры, скорости роста и состава газовой фазы. Исходя из полученных результатов, были сделаны выводы. Доказано, что можно получить эпитаксиальных слоев твердых растворов на основе карбида кремния, состав которых пропорционален составу источника. Определены технологические условия, при которых возможно получение эпитаксиальных слоев твердых растворов заданного оптимального состава.

Ключевые слова: технология получения, карбид кремния, твердые растворы, эпитаксиальные слои.

Внедрение твердых растворов в системе SiC–AlN в электронику ограничивают не только высокие температуры получения, но и низкая воспроизводимость результатов и низкое структурное совершенство при больших концентрациях вводимого компонента. Структурные дефекты подложки, проникающие при последующем росте в эпитаксиальный слой твердых растворов SiC–AlN, способны значительно ухудшить характеристики создаваемых устройств. Получение качественных малодефектных кристаллов SiC определенного политипа и твердых растворов на его основе сопряжено с рядом трудностей, и одна из них – то, что невозможно эффективно управлять процессом роста кристалла.

Попытка смоделировать структуру и свойства тонких пленок карбида кремния уже предпринималась авторами [1]. В данной работе сделана попытка спрогнозировать

технологический режим получения, а следовательно, и свойства эпитаксиальных слоев (ЭС) твердых растворов в системе $SiC-AlN$, используя математический анализ экспериментальных данных.

В последние десятилетия традиционные методы получения карбидкремниевых материалов пополнились модифицированными вариантами [2–14]. Твердые растворы $SiC-AlN$, исследуемые в данной работе, получены методом сублимации, описанным в [15]. Взаимозависимость технологических условий и свойств получаемых твердых растворов на основе карбида кремния отмечалась [14]. Полученные результаты частично приведены [16].

Экспериментальные данные подвергались обработке методом регрессионного анализа. При обработке учитывались такие параметры, как состав исходного поликристаллического спека, температура и время роста, состав газовой фазы. Все вычисления осуществлялись в среде *MathCad*. При обработке использовались экспериментальные данные по составу ЭС твердых растворов $SiC-AlN$ [15]. Анализ полученных результатов предполагалось использовать для оптимизации условий получения твердых растворов, технологического режима, а также для прогнозирования состава и свойств твердых растворов $SiC-AlN$.

При анализе учитывали основные параметры технологического роста, которые могли оказать влияние на конечный результат. Математическая обработка экспериментальных данных в среде *MathCad* позволила установить взаимозависимость между основными технологическими параметрами роста твердых растворов, таких как скорость роста ЭС, состав полученных ЭС слоев и состав источника роста. Для этого составлялось соотношение, учитывающее влияние основных параметров роста на конечный состав ЭС:

$$c = a_0 + a_1 C_{\text{исх}} + a_2 P_{Ar} + a_3 P_{N_2} + a_4 T + a_5 t, \quad (1)$$

где a_n – постоянные; t – время роста эпитаксиальных слоев твердых растворов; T – температура роста; $C_{\text{исх}}$ – процентное содержание AlN в исходной засыпке или поликристаллическом спеке; P_{Ar} и P_{N_2} – давление аргона и азота, входящих в рабочую смесь газов соответственно.

В результате обработки исходных экспериментальных данных были получены следующие значения для коэффициентов a_n в уравнении (1):

$$a_0 = 117,4857$$

$$a_1 = -2,8680$$

$$a_2 = -520,5536$$

$$a_3 = -215,84$$

$$a_4 = 0,1065$$

$$a_5 = 0,8316$$

Полученные данные позволяют сделать вывод, что на состав пленки практически не влияет время роста (a_5). В свою очередь максимальное влияние оказывает атмосфера, в которой растет ЭС твердого раствора. Причем наибольший вклад вносит давление паров аргона a_2 , т. е. чем оно больше, тем меньше AlN в слое.

Варьируя параметры получения ЭС твердого раствора, такие как температура и время роста, состав атмосферы, рассчитывали предполагаемый состав ЭС твердого раствора на основе карбида кремния и нитрида алюминия. Кроме того, используя полученную зависимость, сделана попытка определить оптимальные технологические условия, при которых состав ЭС твердого раствора $SiC-AlN$ коррелировал бы с составом

источника. Также сделана попытка определить влияние технологических особенностей на тип проводимости растущего ЭС.

Для математической обработки результатов использовался метод регрессионного анализа. Проведенное исследование и расчеты показали, что состав газовой фазы является определяющим фактором в технологическом режиме. Было выявлено, что минимальное количество аргона в смеси с азотом позволяет управлять составом растущего эпитаксиального слоя. Задавая состав источника компонентов и подбирая технологические условия, можно управлять составом получаемых ЭС твердых растворов.

В результате проделанной работы и анализа полученных данных сделаны следующие выводы:

Состав ЭС твердого раствора $SiC-AIN$ линейно зависит от температуры роста (рис. 1). Анализ зависимости показывает, что содержание AIN в пленке твердого раствора прямо пропорционально температуре подложки.

При прочих равных условиях растущий слой твердого раствора $SiC-AIN$ имеет минимальный состав, если рост ЭС происходит в атмосфере чистого азота. Максимальное значение мольной доли AIN в ЭС можно получить при выращивании в смеси азота с аргоном, причем количество аргона должно быть минимальным ($\sim 0,1$) (рис. 2). С ростом количества аргона в смеси рабочего газа содержание AIN в ЭС твердого раствора $SiC-AIN$ падает.

Увеличение длительности процесса роста ЭС также приводит к росту содержания AIN , но к незначительному.

При увеличении количества нитрида алюминия в источнике содержание AIN в ЭС твердого раствора будет уменьшаться (рис. 3, кривая 1).

При проведении процесса роста в атмосфере чистого азота количество нитрида алюминия в твердом растворе будет минимальным при составе источника 40 % SiC – 60 % AIN (рис. 3, кривая 2).

Определены технологические условия, при которых возможно получение ЭС твердых растворов *оптимального* состава. Оптимальными можно считать такие условия роста, когда составы ЭС и источника близки или совпадают (рис. 3, кривая 3). Спрогнозированные технологические условия получения таких пленок приведены в таблице 1.

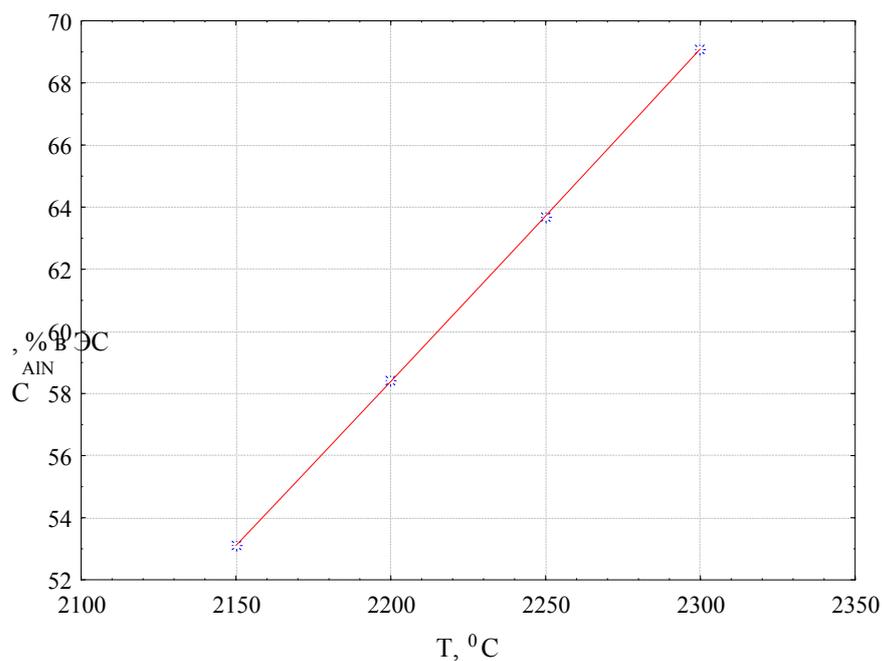


Рис. 1. Расчетная зависимость состава ЭС твердого раствора $SiC-AlN$ от температуры роста (состав источника – 60 % AlN , время роста – 20 мин., состав рабочей атмосферы – 0,1 Ar + 0,4 N_2)

Таблица 1

№ п/п	Состав источника, %	Рабочая атмосфера	Время роста, мин.	Состав ЭС, %
1	40	1 атм. N_2	10	40,5
2	60	0,1 Ar + 0,4 N_2	10	60,7
3	80	0,4 Ar + 0,1 N_2	10	87,8

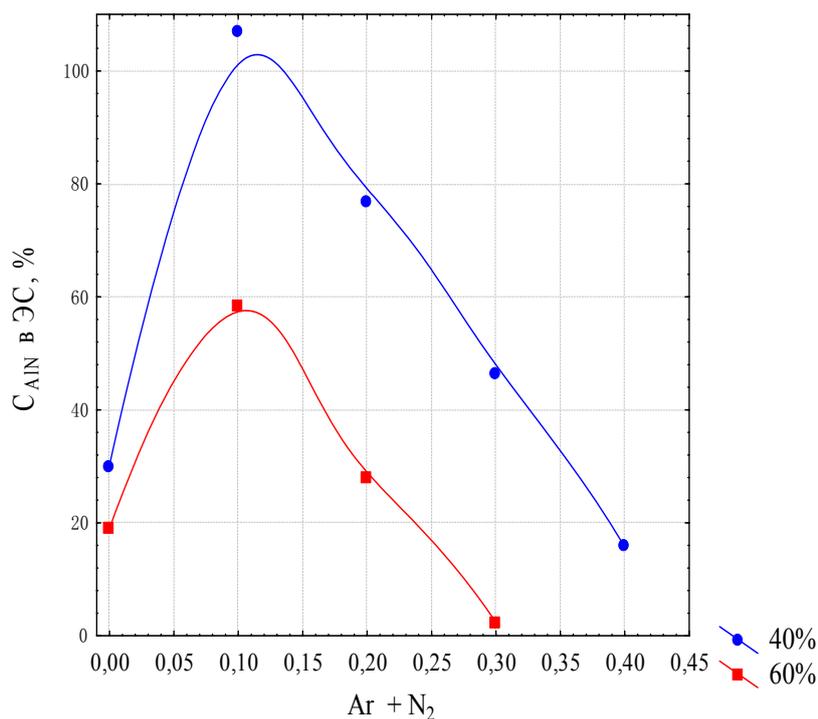


Рис. 2. Расчетная зависимость состава ЭС твердого раствора $SiC-AlN$ от состава рабочей атмосферы при разных составах источника (температура роста – $2200^{\circ}C$, время роста – 20 мин.)

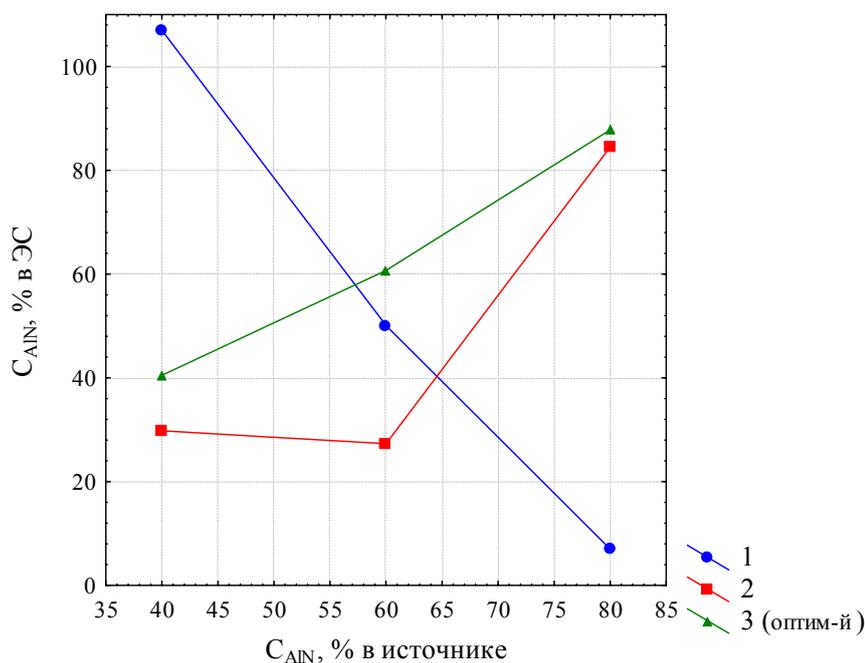


Рис. 3. Расчетная зависимость состава ЭС твердого раствора $SiC-AlN$ от содержания AlN в источнике: 1 – $2200^{\circ}C$, 10 мин., 0,1 $Ar + 0,4 N_2$; 2 – $2200^{\circ}C$, 10 мин., 1 атм. N_2 ; 3 – $2300^{\circ}C$, 10 мин., (оптимальный)

Дальнейшие исследования подтвердили, что проведенные расчеты совпадают экспериментальными данными. Исследования, проведенные при различных технологи-

ческих режимах получения эпитаксиальных слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, позволили заключить, что существует прямая связь технологии получения с типом электропроводности ЭС твердых растворов.

На основе полученных расчетов доказано, что можно получить эпитаксиальные слои твердых растворов в системе карбид кремния – нитрид алюминия, состав которых пропорционален составу источника. Определены технологические условия, при которых возможно получение эпитаксиальных слоев твердых растворов заданного оптимального состава.

Литература

1. Елисеева Н.С., Кузубов А.А. Моделирование структуры и свойств тонких пленок карбида кремния // Geum.ru Электронное хранилище знаний, 2015.
2. Рамазанов Ш.М., Курбанов М.К., Билалов Б.А., Сафаралиев Г.К. Способ получения эпитаксиальных пленок твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, Патент № 2482229, 2013, № 14.
3. Филонов К.Н., Курлов В.Н., Классен Н.В., Самойлов В.М., Водовозов А.Н. Новая профилированная керамика на основе карбида кремния // Известия РАН. Сер. физическая. – 2009. – Т. 73, № 10. – С. 1460–1462.
4. Гусев А.С., Рындя С.М., Каргин Н.И., Бондаренко Е.А. Низкотемпературный синтез тонких пленок карбида кремния методом вакуумной лазерной абляции и исследование их свойств // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2010. – № 5. – С.18–22.
5. Гусев А.С., Рындя С.М., Зенкевич А.В., Каргин Н.И. и др. Исследование морфологии и структуры тонких пленок $3\text{C}-\text{SiC}$ на кремнии методами электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии // Материалы электронной техники. – 2013. – № 2. – С. 44–48.
6. Xingfang Liu, Guosheng Sun, Bin Liu, Guoguo Yan, Min Guan, Yang Zhang, Feng Zhang, Yu Chen, Lin Dong, Liu Zheng, Shengbei Liu, Lixin Tian, Lei Wang, Wanshun Zhao and Yiping Zeng. Growth of Hexagonal Columnar Nanograin Structured SiC Thin Films on Silicon Substrates with Graphene–Graphitic Carbon Nanoflakes Templates from Solid Carbon Sources. *Materials*, 2013, № 6, P. 1543-1553.
7. Каргин Н.И., Сафаралиев Г.К., Харламов Н.А., Кузнецов Г.Д., Рындя С.М. Кинетические особенности получения пленок твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ ионным распылением // Технические науки. 2013. С. 118–121.
8. Карбид кремния: технология, свойства, применение / Агеев О.А., Беляев А.Е., Болтовец Н.С., Киселев В.С., Конакова Р.В., Лебедев А.А. и др. / под общ. ред. член-корр. НАНУ, д. ф.-м. н., проф. Беляева А.Е. и д. т. н., проф. Конаковой Р.В. – Харьков: «ИСМА». 2010. – 532 с.
9. Филонов К.Н., Курлов В.Н., Классен Н.В., Самойлов В.М., Водовозов А.Н. Новая профилированная керамика на основе карбида кремния. Известия РАН. Серия физическая, 2009, том 73, № 10, 1460–1462 С.
10. Dallaeva D., Bilalov B., Tománek P. Theoretical and Experimental Investigation of SiC Thin Films Surface. *Telescope, Ročník, Číslo V*, 2012.
11. Лебедев А.А., Белов С.В., Лебедев С.П., Литвин Д.П., Никитина И.П. и др. Полуизолирующие $6\text{H}-\text{SiC}$ подложки для применения в современной электронике // Нижний Новгород, 11–14 сентября 2013 г. – С. 56 – 67.
12. Сафаралиев Г.К., Кардашова Г.Д., Билалов Б.А., Даллаева Д.С., Магомедова Д.К. Получение и исследование структуры поверхности излома керамики $\text{SiC}-\text{AlN}$ методом сканирующей зондовой микроскопии // Вестник ДГУ. 2013. № 1. С. 31–35.
13. Рамазанов Ш.М., Курбанов М.К., Сафаралиев Г.К., Билалов Б.А. и др. Структурные свойства эпитаксиальных пленок твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, полученных

магнетронным распылением составных мишеней SiC с Al // Письма в ЖТФ. 2014. Т. 40, вып. 7. С. 49–55.

14. Казаров Б.А., Митюгова О.А., Алтухов В.И. Моделирование свойств широкозонных наноструктурированных материалов в рамках методов динамических функций Грина и формул типа Кубо–Гринвуда // Журнал "Фундаментальные Исследования". – 2015. – № 3. С. 76–84.

15. Сафаралиев Г.К. Твердые растворы на основе карбида кремния: монография. – Физматлит, 2011. С. 96.

16. Офицерова Н.В., Савина В.И., Джабраилова К.М. Моделирование состава и свойств широкозонных твердых растворов в системе SiC–AlN // Российская научно-практическая конференция с международным участием «Фундаментальные проблемы и прикладные аспекты химической науки и образования», 8–9 декабря 2016 г. – С. 65–67.

Поступила в редакцию 12 августа 2017 г.

UDC 538.911; 54-165.2

DOI: 10.21779/2542-0321-2017-32-4-7-13

The mathematical prediction of the technological conditions for the obtaining of SiC–AlN solid solutions

N.V. Oficerova¹, V.I. Savina², H.U. Labazanov¹

¹ Dagestan State University; Russia, 367001, Makhachkala, 43a M. Gadzhiev st.; kalinof2002@mail.ru;

² Dagestan State Agrarian University; Russia, 367012, Makhachkala, M. Gadzhiev st., 180

The obtaining of qualitative low-defective solid solution crystals on basis of SiC with a certain polytype is accompanied by a number of difficulties. One of them is the efficient control system of crystal growth process. In this work an attempt to predict the technological conditions of obtaining, and, therefore, the properties of epitaxial layers of solid solutions in the silicon carbide – aluminum nitride system on the basis of experimental data is made.

By means of the experimental data processing obtained with the use of the X-ray diffraction analysis and electronic microscopy. The authors make an attempt to predict the technological conditions for the optimum growth of the silicon carbide solid solutions. The results of the technological conditions prediction and its influence on the silicon carbide solid solutions composition are given in the work.

The regression analysis was used for the mathematical processing of results. The research and calculations conducted have shown that the structure of a gas phase is the determining factor in the technological mode. The calculations have shown that the minimum quantity of argon mixed with nitrogen allows operating structure of the growing epitaxial layer.

On the basis of the calculations the dependences of the growing epitaxial layer composition of solid solution on the basis of silicon carbide from temperature, growth rate and composition of a gas phase have been constructed. The received results lead to conclusions made. The possibility of the obtaining of the silicon carbide solid solutions epitaxial layers the composition of which is proportional to the source one is shown. The technological conditions under which the obtaining of the epitaxial layers of solid solutions of the optimum composition is possible are determined.

Keywords: *the obtaining technology, silicon carbide, solid solutions, epitaxial layers.*

Received 12 August, 2017