

УДК 621.315.592

DOI: 10.21779/2542-0321-2021-36-1-48-54

М.К. Гусейнов¹, Т.И. Исабекова¹, Н.В. Офицерова²

**Технологические особенности магнетронного осаждения
твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$**

¹Дагестанский государственный технический университет;
Россия, 367015, Махачкала, пр. Имама Шамиля, 70; *m_guseynov@mail.ru*
²Дагестанский государственный университет; Россия, 367000, г. Махачкала,
ул. М. Гаджиева, 43а; *kalinof2002@mail.ru*

Предложена новая технология получения $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, превосходящая по многим параметрам существующие технологии сублимации и жидкофазной эпитаксии. Рассмотрены основные технологические особенности получения твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ методом магнетронного распыления. Магнетронное распыление является наиболее предпочтительным так как лучше поддается контролю в отношении получения однородных, тонких нанослоев и гетероструктур.

Определены важные технологические параметры магнетронного осаждения пленок твердых растворов, такие как скорость роста пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, скорость магнетронного распыления мишени SiC-AlN и расстояние от катода до условного анода при различных напряжениях.

Ключевые слова: карбид кремния, твердые растворы, магнетронное осаждение, технологические особенности.

Широкозонные полупроводниковые материалы на основе твердых растворов карбида кремния (SiC) и нитрида алюминия (AlN) являются наиболее перспективными для создания новых приборов твердотельной электроники, устойчивых к высокотемпературным, радиационным, химическим и механическим воздействиям.

Приборы для экстремальной электроники не могут быть созданы на основе классических полупроводниковых материалов, таких, как кремний, германий, соединений A_3B_5 , A_2B_6 . В этой связи большое значение приобретает использование твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, т. к., благодаря удачному сочетанию полупроводниковых и физико-химических свойств, приборы на их основе могут обеспечить стабильность параметров и высокую надежность при экспериментальных условиях эксплуатации.

Исследования целого ряда авторов, обобщенные в работе [1] подтверждают существование непрерывных или ограниченных твердых растворов во многих системах на основе карбида кремния: $\text{SiC}-\text{Si}_3\text{N}_4$, $\text{SiC}-\text{Al}_2\text{O}$, $\text{SiC}-\text{AlN}$, $\text{SiC}-\text{BeO}$. Из всех указанных соединений наиболее пригодными для создания устройств экстремальной электроники являются непрерывные твердые растворы $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$.

Впервые о наличии в системе $\text{SiC}-\text{AlN}$ твердых растворов различного состава упоминает автор [2], который получал композит $\text{SiC}-\text{AlN}$ осаждением AlN из газовой фазы в поры карбидокремниевой керамики в интервале температур 1400–2200 °С в атмосфере, содержащей азот и пары алюминия.

В обзоре [1] приведен ряд важных выводов, касающихся образования и микроструктуры твердых растворов SiC–AlN:

1. При температурах менее 2100°C трудно получить однородные монофазные твердые растворы SiC–AlN.
2. Внутри твердых растворов и индивидуальных зерен обычно существует градиент состава.
3. Состав твердого раствора очень чувствителен к природе исходного сырья, условиям процесса и примесям, таким, как кислород, азот, атомы металлов.

Проблемы получения и некоторые свойства поликристаллических твердых растворов SiC–AlN также обсуждаются авторами [3–7].

Анализ научной литературы показывает, что в настоящее время для получения $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ в основном применяют методы сублимации и жидкокристаллической эпитаксии [1; 3; 8]. Однако эти методы не позволяют получать однородные тонкие нанослои (толщиной порядка тысяч ангстрем) и точно контролировать технологические параметры при выращивании слоев $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$. В этой связи разработка новых методов получения твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, лишенных недостатков, присущих известным методам, имеет важное практическое значение.

Данная работа посвящена технологии получения $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ методом магнетронного распыления поликристаллических мишеней SiC–AlN. Магнетронное и ионное распыление [9; 10] является наиболее предпочтительным для использования в промышленности методом, так как лучше поддается контролю в отношении получения однородных, тонких нанослоев и гетероструктур.

Для оптимизации конструкций магнетронной распылительной системы (МРС) и технологических параметров получения полупроводниковых материалов с необходимыми свойствами очень важным является понимание физических процессов, происходящих в области разряда.

Кратко рассмотрим движение заряженных частиц в разрядном промежутке МРС. Оценку ларморовского радиуса R , ионов и электронов можно осуществить по формуле:

$$R = \frac{mv}{eZB}, \quad (1)$$

где m – масса частицы; v – составляющая скорости в направлении, перпендикулярном силовым линиям магнитного поля; e – заряд электрона; Z – кратность заряда частицы; B – индукция магнитного поля.

Оценка показывает, что R для ионов более чем на два порядка выше, чем для электронов, и магнитное поле практически не оказывает влияние на траекторию движения ионов, т. е. под действием электрического поля ионы свободно уходят на мишень по траекториям, близким к прямолинейным. Электроны перемещаются по сложным траекториям в области магнитной ловушки, совершая многократные столкновения с атомами рабочего газа.

В первом приближении траекторию электронов можно считать близкой к циклоиде (рис. 1).

Ширину темного катодного пространства (ТКП) d_k можно приближенно выразить через плотность ионного тока по формуле Чайлда-Ленгмюра (закон степени трёх вторых):

$$d_k = 4,7 \cdot 10^{-11} \cdot U_k^{3/4} (m_i \cdot j_k^2)^{-1/4}, \quad (2)$$

где m_i – масса иона; j_k^2 – плотность ионного тока на катоде, U_k – падение напряжения в области ТКП.

Электроны, которые попадают в магнитную ловушку, совершают столкновения в плазме, перемещаясь в сторону анода. Область, в пределах которой электрон теряет энергию, является областью существования плазмы. Граница этой области в разряде магнетронной системы получила название условный анод.

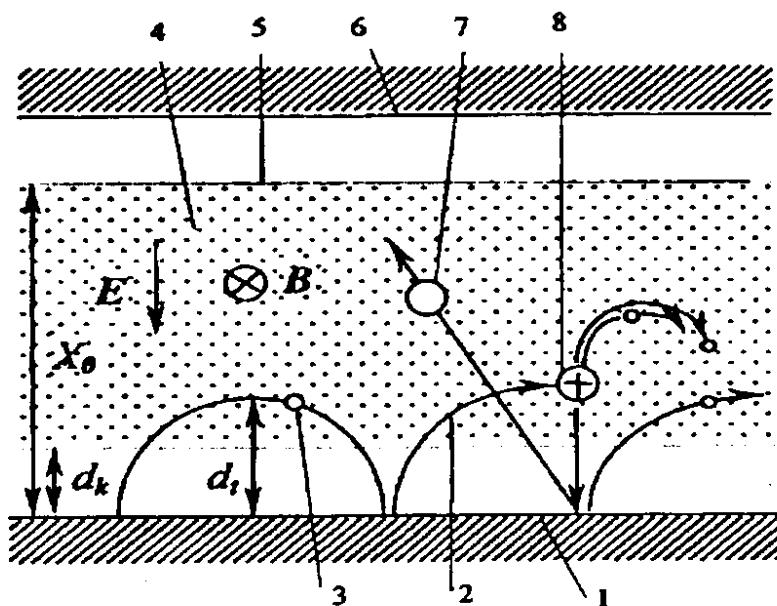


Рис. 1. Схема разрядного промежутка магнетронной распылительной системы: 1 – катод-мишень; 2 – траектория вторичного электрона; 3 – электрон; 4 – плазма; 5 – условный анод; 6 – анод; 7 – распыленный атом; 8 – ион

Если считать, что при каждом столкновении электрон в плазме удаляется от катода на расстояние, равное лармировскому радиусу, то можно рассчитать расстояние от катода до условного анода X_0 (рис. 1) [11]. В МРС при разряде в аргоне расстояние X_0 равно:

$$X_0 = 2,25 \cdot 10^{-7} \cdot U_p \cdot \sqrt{U_k/B}, \quad (3)$$

где U_p – напряжение на разряде, U_k – падение напряжения в области ТКП, B – индукция магнитного поля. Реальный анод должен располагаться от катода на расстоянии, не меньшем X_0 , в противном случае он будет захватывать из магнитной ловушки электроны, способные ионизировать газ, и эффективность разряда будет уменьшаться.

Полученные данные для X_0 при различных напряжениях разряда, для МРС использованной в работе, приведены на рис. 2.

Для получения плёнок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ методом магнетронного распыления использовалась вакуумная установка УРМ-3, модернизированная с учётом особенностей предполагаемой технологии получения [12].

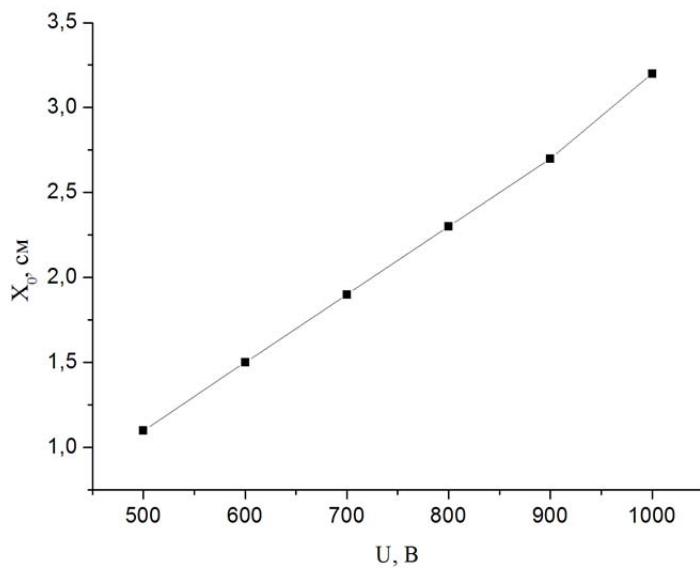


Рис. 2. Вычисленные значения расстояния от катода до условного анода X_0

Основные этапы технологии осаждения, использованные для получения пленок твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, согласно разработанной технологии MPC:

1. Подготовка подложки 6Н–SiC (травление в KOH при 500°C в течение 10 минут, кипячение в дистиллированной воде и промывка в деионизированной воде).
2. Установка подложки (13) в графитовый нагреватель (11) (см. рис. 3), а затем мишени (12) – диска поликристаллического твердого раствора SiC–AlN на магнетрон.
3. Откачка воздуха из рабочей камеры до 10^{-6} мм рт. ст., увеличение температуры подложки до 500 – 1000°C , подача аргона в рабочую камеру до давления $0,6 \cdot 10^{-1}$ – $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.
4. Запуск магнетрона. При достижении требуемой толщины пленки разрядный ток магнетрона выключают, а подложку охлаждают до комнатной температуры.

Технологические параметры осаждения пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ представлены в табл. 1.

Таблица 1. Технологические параметры осаждения пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$

1. Остаточное давление газов в системе, Па	10^{-3}
2. Рабочий газ	Ar
3. Давление рабочего газа, Па	11–0.1
4. Ток разряда, мА	20–100
5. Расстояние мишень–подложка, мм	35–50
6. Скорость осаждения, нм/с	0.1–0.7
7. Температура подложки, $^{\circ}\text{C}$	500–1000
8. Максимальная длительность рабочего цикла, ч.	1–3

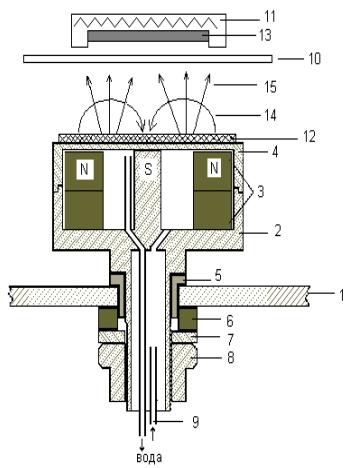


Рис. 3. Конструкция магнетронной распылительной системы: 1 – плита установки, 2 – магнитопровод, 3 – кольцевые ферритовые магниты, 4 – крышка из латуни, 5 – уплотнение из фторопластика, 6 – изолирующая шайба, 7 – металлическая шайба, 8 – гайка, 9 – трубы ввода и вывода воды для охлаждения магнетрона, 10 – заслонка, 11 – графитовый нагреватель для подложки, 12 – мишень $\text{SiC}-\text{AlN}$, 13 – подложка SiC , 14 – магнитные силовые линии, 15 – поток распыляемого вещества

Процесс формирования пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ и их свойства во многом определяются величиной скорости распыления V_p . Поэтому исследование зависимости скорости распыления как от мощности разряда (рис. 4), так и от температуры подложки [12], представляет интерес для воспроизводимого получения пленок твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$.

Скорость распыления определялась путем измерения толщины распыленного слоя по высоте ступеньки h . Измерения h проводились с помощью интерферометра МИИ – 4.

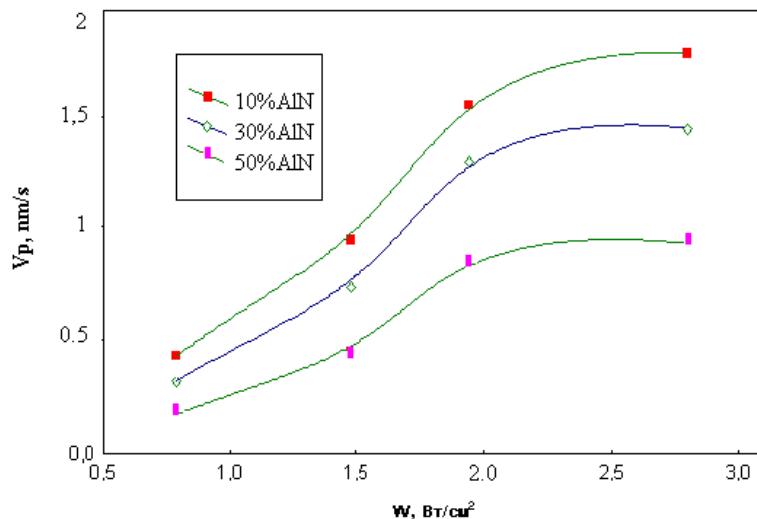


Рис. 4. Зависимость скорости распыления мишеней $\text{SiC}-\text{AlN}$ от мощности разрядного тока при давлении аргона $3 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст.

Эксперимент показывает (рис. 4), что скорость распыления мишеней для всех образцов монотонно растет, достигая насыщения. Вероятно, такой характер зависимости связан с тем, что по мере увеличения мощности разряда степень ионизации аргона, и, следовательно, концентрация бомбардирующих мишень частиц растет. По мере того как ионизированы все атомы аргона участвующие в распылении, скорость распыления достигает насыщения.

Исследование зависимости скорости роста пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ от температуры подложки [12] показало, что при высоких температурах подложки скорость роста пленки невысока ($\sim 0,1$ мкм/ч). При снижении температуры подложки, как и предполагается, скорость возрастает в 2–2,5 раза. Это, по-видимому, связано с тем, что число отраженных от поверхности подложки атомов уменьшается, а число стабильных зародышей растет.

Литература

1. Сафаралиев Г.К. Твердые растворы на основе карбида кремния. – М.: Физматлит, 2011. – 296 с.
2. Ervin G.Jr. Silicon carbide – aluminum nitride refractory composite // North American Rockwell Corp. – 1970. – Jan. 27.
3. Карбид кремния: технология, свойства, применение / О.А. Агеев, А.Е. Беляев, Н.С. Болтовец, В.С. Киселев, Р.В. Конакова, А.А. Лебедев, В.В. Миленин, О.Б. Охрименко, В.В. Поляков, А.М. Светличный, Д.И. Чередниченко; под общ. ред. член-корр. НАЛУ, д. ф.-м. н., проф. А.Е. Беляева и д. тех. н., проф. Р.В. Конаковой – Харьков: ИСМА, 2010. – 532 с.
4. Burton B.P., Demers S., van de Walle A. First principles phase diagram calculations for the wurtzite-structure quasibinary systems SiC–AlN, SiC–GaN and SiC–InN // Journal of applied phys. – 2011. – V. 110.
5. Magnus Willander, Milan Friesel, Qamar-Ul Wahab, Boris Straumal. Silicon carbide and diamond for high temperature device applications // Materials Science. Journal of Materials Science: Materials in Electronics. – 2006. – Vol. 17, iss. 1. – P. 1–25.
6. Сафаралиев Г.К., Кардашова Г.Д., Билалов Б.А., Даляева Д.С., Магомедова Д.К. Получение и исследование структуры поверхности излома керамики SiC–AlN методом сканирующей зондовой микроскопии // Вестник ДГУ. – 2013, вып. 1. – С. 31–35.
7. Шабанов Ш.Ш., Кардашова Г.Д., Абдуллаев Т.Э., Юнусова Н.Р. Электропроводность горячепрессованных керамических материалов на основе карбида кремния при высоких температурах // Вестник ДГУ. Сер.: Естественные науки. – 2016. – Т. 31, вып. 1. – С. 51–56.
8. Офицерова Н.В., Савина В.И., Лабазанов Х.У. Математическое прогнозирование технологических условий получения твердых растворов в системе SiC–AlN // Вестник ДГУ. Сер.: Естественные науки. – 2017. – Т. 32, вып. 4. – С. 7–13.
9. Гусейнов М.К., Курбанов М.К., Сафаралиев Г.К., Билалов Б.А. Получение пленок твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ методом магнетронного распыления // Письма в ЖТФ. – 2006. – Т. 31, вып. 4. – С. 13–16.
10. Сафаралиев Г.К., Кузнецов Г.Д., Билалов Б.А., Курбанов М.К. Получение пленок твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ ионным распылением // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. – 2006. – № 1. – С. 48–52.

11. *Ландай Л.Д., Лишиц Е.М.* Теоретическая физика: в 10 т. Т. 2. Теория поля. – М.: Наука, Гл. ред. физ.-мат. лит., 2003. – 512 с.

12. *Билалов Б.А., Гусейнов М.К., Сафаралиев Г.К.* Исследование структуры и состава пленок твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, полученных методом магнетронного осаждения // Вестник ДГТУ. Технические науки. – 2015. – № 3 (38). – С. 15–20.

Поступила в редакцию 28 октября 2020 г.

UDC 621.315.592

DOI: 10.21779/2542-0321-2021-36-1-48-54

Technological Features of $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ Solid Solutions Magnetron Deposition

M.K. Guseynov¹, T.I. Isabekova¹, N.V. Oficerova²

¹ Dagestan State Technical University; Russia, 367015, Makhachkala, Imam Shamil ave., 70; m_guseynov@mail.ru

² Dagestan State University; Russia, 367000, Makhachkala, M. Gadzhiev st., 43a; kalinof2002@mail.ru

A new technology of $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ solid solutions obtaining which surpasses in many parameters the existing technologies of sublimation and liquid-phase epitaxy is proposed. The main technological features of $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ solid solutions obtaining by magnetron sputtering are considered. The magnetron sputtering is preferred because it is better controlled for obtaining homogeneous, thin nanolayers and heterostructures.

Important technological parameters of magnetron deposition of solid solution films were determined, such as the growth rate of $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ films, the magnetron sputtering rate of SiC-AlN targets, and the distance from the cathode to the conventional anode at various voltages.

Keywords: *silicon carbide, solid solutions, magnetron deposition, technological features.*

Received 28 October 2020