

ФИЗИКА

УДК 538.911; 539.24

DOI: 10.21779/2542-0321-2021-36-2-80–87

Н.В. Офицера, Ш.А. Нурмагомедов, Г.К. Сафаралиев

Морфология твердых растворов на основе SiC

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

Морфология эпитаксиальных слоев монокристаллических твердых растворов на основе SiC исследована методом фигур травления. Показано, что наблюдается послойный рост твердых растворов SiC–AlN, что свидетельствует о высоком качестве поверхности исходных подложек карбида кремния. Исследования морфологии эпитаксиальных слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ показали, что рост происходит по известному механизму Странского–Крастанова. Полученные ямки травления свидетельствуют о стабилизации гексагональной модификации, присущей AlN. Исследование поверхности твердых растворов также позволило обнаружить дислокационную ямку травления в виде «звезды» или «розетки». Известно, что «розетка» ямок травления образуется в местах выхода дислокаций на поверхность кристаллов в результате деформации сосредоточенной нагрузки. Присутствует фигура в виде застывшей капли, что, вероятно, связано с изменением механизма роста слоя от послойного к ПЖК (пар – жидкость – кристалл). При увеличении содержания нитрида алюминия (свыше 50 %) заметно растет дефектность и неоднородность поверхности. При этом увеличивается число дислокаций из-за рассогласования параметров решетки подложки и твердого раствора SiC–AlN. Восстановление структуры поверхности возможно после обработки излучением лазера.

Ключевые слова: *твердый раствор, карбид кремния, морфология, ямка травления, послойный рост.*

Известно, что структура и морфология пленки во многом определяют электрофизические свойства в целом. Исследования зависимости структуры пленок от технологических условий наращивания важны для выбора оптимальных условий получения заранее предусмотренной структуры и выяснения механизма гетероэпитаксии. Для исследования морфологии используются различные методы исследования [1–7].

Высокая химическая стойкость карбида кремния и соответственно твердых растворов на его основе затрудняет процесс травления и делает его возможным лишь при определенных температурах в расплавах солей и щелочей. В частности, авторами [5] предложена методика высокотемпературного травления карбида кремния 6H-SiC (0001) и установка для реализации данной методики. Образцы исследованы методами АСМ, спектроскопии комбинационного рассеяния света, фокусированного ионного

пучка, рентгеновской дифрактометрии. Показано, что при определенных параметрах травления на поверхности 6H-SiC восстанавливаются ступени атомных плоскостей. Обнаружены образования в виде нанонитей и нанокристаллов с уникальными свойствами, а также предложено, в каких областях можно применять данные материалы.

Травление используется как метод исследования структурных модификаций самых различных материалов. Метод фигур травления очень эффективен при изучении субструктуры. Он позволяет определить как общую картину (форму, размеры и распределение субзерен по объему кристалла), так и детали тонкой структуры (величину разориентировки субзерен, строение субграниц и т. д.) [1]. Процесс травления позволяет выявить неоднородность структуры монокристаллов. Характер распределения ямок травления определяется химическим составом и условиями выращивания монокристаллов.

Объектом исследования в настоящей работе служили эпитаксиальные слои монокристаллических твердых растворов на основе SiC, полученные методом сублимации [8]. Все образцы получены в лаборатории карбида кремния физического факультета Дагестанского государственного университета. Технологические условия получения исследованных образцов твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ приведены в [8]. Образцы твердых растворов карбида кремния – нитрида алюминия были исследованы с помощью микрофотосъемки на высокотемпературном микроскопе установки ИМАШ-20-78. Микрофотографии получены с 300–400-кратным увеличением. Исследованы образцы $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, выращенные на подложках 6H – SiC, с x от 0,022 до 0,85.

Одним из самых известных травителей, наиболее эффективным для твердых растворов в системе SiC–AlN, является расплав *едкого калия* (KOH). Травление эпитаксиальных слоев твердых растворов на основе карбида кремния показало, что наблюдается послойный рост, свидетельствующий в первую очередь о высоком качестве поверхности исходных подложек (рис. 1). Заметны гексагональные ямки травления, указывающие на рост модификации, повторяющей структуру карбидкремниевой подложки. Форма ямок травления позволяет заключить, что основным кристаллографическим направлением растущего слоя является [0001]. Можно видеть образование зародышей новой фазы. Размеры имеющихся дефектов упаковки (завершенные и незавершенные гексагональные ямки травления) позволяют сделать вывод, что они образовались на различных стадиях роста эпитаксиального слоя. Наблюдаемые темные пятна, вероятно, связаны с адсорбцией инородных атомов.

Кроме вышеперечисленного на поверхности можно видеть пирамиды роста, треугольники, выходы дислокаций, закрепленные адсорбированными атомами, а также островковую структуру роста.

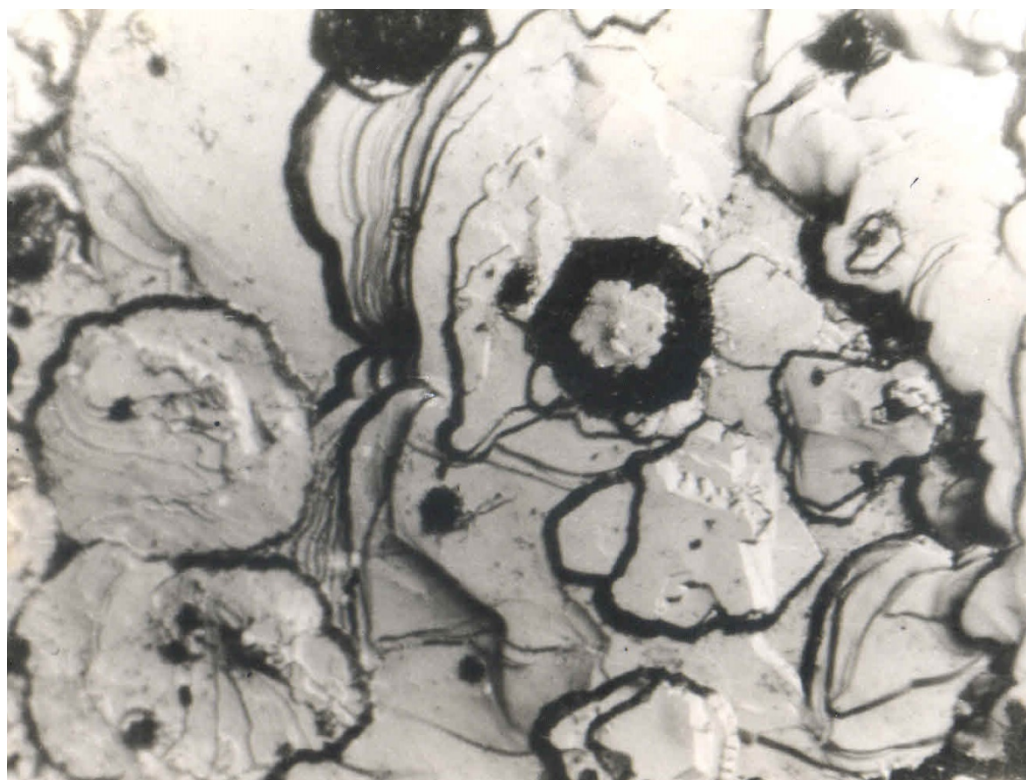


Рис. 1. Морфология твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с $x = 0,022$

Ямки травления треугольной формы свидетельствуют о росте кубического 3С политипа карбида кремния. Возникновение отдельных пьедесталов связано с образованием и разрастанием дефектов, образующихся в слоях в процессе роста. Видны и отдельные полосы скольжения дислокаций в виде прямых линий.

Известно, что атомы, растворенные по способу замещения с радиусом больше радиуса растворителя, а также все внедренные атомы притягиваются к области растяжения, а замещающие атомы с радиусом меньше радиуса растворителя притягиваются к области сжатия [1]. Возникшие таким образом атмосферы из примесных атомов закрепляют дислокации. Диффузия примесных атомов в область дефекта упаковки или в основу кристалла приводит к блокировке дислокаций. Все это становится очевидным при травлении поверхности твердого раствора на основе SiC.

Для твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с $x = 0,18$ (рис. 2) поверхность образца гладкая, без резко выраженных неровностей, наблюдается послойный механизм роста. На микроснимке отчетливо видна фигура шестиугольной формы, что свидетельствует о стабилизации гексагональной модификации при этих составах в соответствии с [9].

Исследование поверхности твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ также позволило обнаружить дислокационную ямку травления в виде «звезды» или «розетки». Известно [1], что «розетка» ямок травления образуется в местах выхода дислокаций на поверхность кристаллов в результате деформации сосредоточенной нагрузки. Очевидно, что центром «звезды» является адсорбированный в процессе роста атом, закрепившийся в

дислокации и остановивший ее движение по растущему слою. В нашем случае согласно [1] в процессе охлаждения кристалла термические напряжения приводят к возникновению пластических сдвигов, которые порождают дислокации.

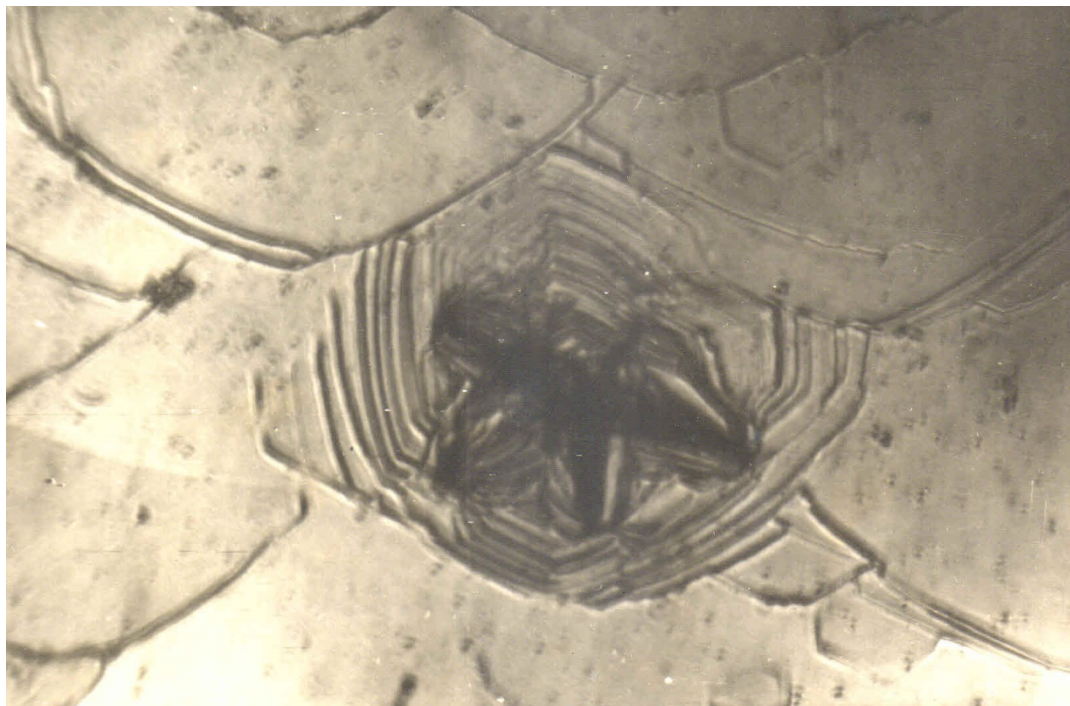


Рис. 2. Морфология твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с «розеткой» ямок травления

При увеличении содержания нитрида алюминия ($x = 0,498$, рис. 3) заметно растет дефектность и неоднородность поверхности, подтверждая данные [9–13]. Наблюдается разориентация отдельных микроучастков монокристалла, так называемая *мозаичность*, возникающая под действием тепловых и механических напряжений. Фигуры травления имеют характерные для гексагональной модификации очертания. Присутствует фигура в виде застывшей капли, что, вероятно, связано с изменением механизма роста слоя от послойного к ПЖК (пар – жидкость – кристалл). Наблюдаются протуберанцы, заканчивающиеся жидкой каплей. Образование протуберанцев и пьедесталов обусловлено тем, что в процессе роста жидкая пленка, находящаяся на поверхности растущего слоя, сталкиваясь со ступенями роста, увеличивает скорость перемещения ступеней, и под ней образуется пьедестал [1].



Рис. 3. Морфология твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с $x = 0,498$

Для образцов твердых растворов SiC–AlN с большой концентрацией AlN ($x = 0,85$) наблюдается блочная, сильно дефектная гексагональная структура. Возникновение дефектов, по-видимому, обусловлено рассогласованием параметров решетки и температурных коэффициентов расширения подложки SiC и твердых растворов SiC–AlN.

Как результат возникают механические напряжения на границе раздела твердый раствор – подложка SiC, для снятия которых возникают дефекты (дислокации несоответствия, например). Рассогласование тем больше, чем больше содержание AlN в твердых растворах. Неоднородность по толщине выращенных слоев составила менее 10 %. Сглаживание структуры поверхности возможно после обработки лазером (рис. 4, поверхность образцов с характерными бороздками).

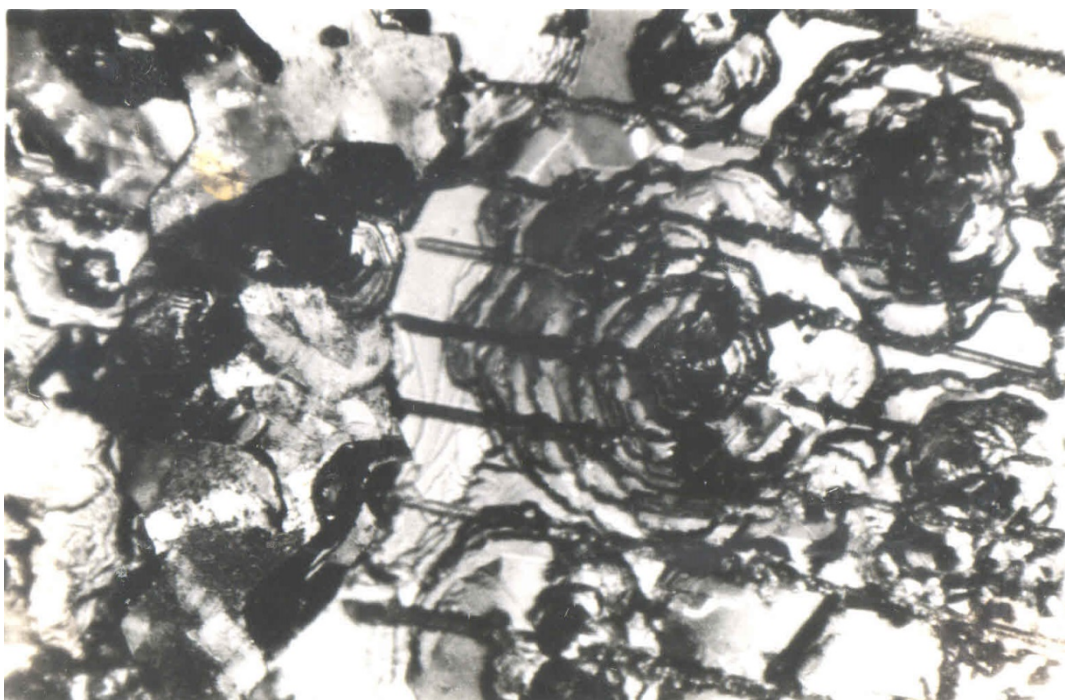


Рис. 4. Микрофотография ЭС твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с $x = 0,85$

Исследования морфологии эпитаксиальных слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ показали, что их рост происходит по известному механизму Странского–Крастанова (образование отдельных зародышей с последующим их слиянием и образованием дефектного переходного слоя). Условием реализации такого механизма является значительное рассогласование постоянных решетки осаждаемого материала и материала подложки (что и наблюдается в данном случае $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ – SiC [9]).

В смачивающем слое возникают упругие напряжения – слой деформируется так, чтобы постоянная его решетки соответствовала постоянной решетки подложки. При этом движущей силой образования трехмерных островков является объемная упругая релаксация, т. е. уменьшение упругой энергии при формировании островков по сравнению с упругой энергией однородно напряженной эпитаксиальной пленки.

Таким образом, исследование морфологии твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ с изменением состава x выявило стабилизацию гексагональной модификации, присущей AlN. При этом благодаря рассогласованию параметров решетки слоя твердого раствора и подложки увеличивается число дислокаций. Все вышесказанное подтверждает результаты, приведенные в [9].

Литература

1. Выявление тонкой структуры кристаллов: справочник / сост. Ю.П. Пшеничных – М.: Металлургия, 1974. – 528 с. [Электронный ресурс] – Режим доступа: <https://www.geokniga.org/books/3582>.
2. Орлов Л.К., Дроздов Ю.Н., Вдовин В.И., Тарасова Ю.И., Смыслова Т.Н. Особенности морфологии и структура нанокристаллических пленок кубического карбида кремния, выращиваемых на поверхности Si // Физика твердого тела. – 2009. – Т. 51, вып. 5. – С. 1018–1023.

3. *Галаев А.Б.* Компьютерный анализ морфологии пористой структуры карбида кремния // *Успехи в химии и химической технологии.* – 2012. – Т. XXVI, № 11 (140). – С. 113–116.
4. *Гусев А.С., Рындя С.М., Зенкевич А.В., Каргин Н.И., Аверьянов Д.В., Грехов М.М.* Исследование морфологии и структуры тонких пленок 3C–SiC на кремнии методами электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии // *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники.* – 2013. – № 2. – С. 44–48.
5. *Кондрашов В.А., Розанов Р.Ю., Неволин В.К., Царик К.А.* Исследование морфологии поверхности карбида кремния 6H–SiC после высокотемпературного травления в восстановительной среде // *Известия высших учебных заведений. Электроника.* – 2014. – № 5 (109). – С. 24–32.
6. *Носенко В.А., Авилов А.В., Харламов В.О., Бахмат В.И.* Морфология поверхности карбида кремния после микроцарапання молибдена // *Известия высших учебных заведений. Машиностроение.* – 2015. – № 6 (663). – С. 66–71.
7. *Шаблюк А.В., Ковалевская А.В.* Изучение морфологии поверхности тонких пленок карбида кремния методом постоянной силы // *Новые направления развития приборостроения: материалы 11-й Международной научно-технической конференции молодых ученых и студентов (18–20 апреля 2018 г.) / пред. редкол. О.К. Гусев.* – Минск: БНТУ, 2018. – С. 228–229.
8. *Нурмагомедов Ш.А., Сорокин Н.Д., Сафаралиев Г.К., Таиров Ю.М., Цветков В.Ф.* Особенности получения эпитаксиальных слоёв твёрдых растворов (SiC)_{1-x}(AlN)_x // *Известия АН СССР. Неорганические материалы.* – 1986. – Т. 22, вып. 10. – С. 1672–1674.
9. *Сафаралиев Г.К.* Твердые растворы на основе карбида кремния. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2011. – 296 с.
10. *Офицерова Н.В., Савина В.И., Лабазанов Х.У.* Математическое прогнозирование технологических условий получения твердых растворов в системе SiC–AlN // *Вестник Дагестанского государственного университета. Сер. 1: Естественные науки.* – 2017. – Т. 32, вып. 4. – С. 7–13.
11. *Офицерова Н.В., Савина В.И., Закарьяева М.А.* Исследование ВАХ гетероструктур SiC–(SiC)_{1-x}(AlN)_x // *Вестник Дагестанского государственного университета. Сер. 1: Естественные науки.* – 2018. – Т. 33, вып. 1. – С. 43–48.
12. *Wengao Pan, Laner Wu, Yong Jiang, Zhen Kun Huang.* Solid Solution and Phase Relations in SiC–AlN–Pr₂O₃ System // *Journal of Phase Equilibria and Diffusion.* – 2017. – № 38 (2). – Pp. 257–263.
13. *Шабанов Ш.Ш., Кардашова Г.Д., Паишук Е.Г., Закарьяева М.А., Османов О.М.* Структура и упругие свойства керамики на базе твердых растворов SiC–AlN // *Вісник НТУ «ХП».* – 2016. – № 22 (1194). – С. 227–232.

Поступила в редакцию 11 апреля 2021 г.

UDC 538.911; 539.24

DOI: 10.21779/2542-0321-2021-36-2-80–87

The morphology of Solid Solutions Based on SiC

N.V. Oficerova, Sh.A. Nurmagomedov, G.K. Safaraliev

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

The morphology of epitaxial layers of monocrystal solid solutions based on SiC was studied by etching figures. It is shown that there is a layer-by-layer growth of SiC–AlN solid solutions, which indicate a high surface quality of the initial silicon carbide substrates. The morphology studies of epitaxial layers of solid solutions (SiC)_{1-x}(AlN)_x showed that the growth occurred according to the well-known Stransky–Krastanov mechanism. The obtained etching pits indicate to the stabilization of the hexagonal modification inherent in AlN. The study of the solid solutions surface let us find a dislocation etching pit in the form of a "star" or "rosette". It is known that the "rosette" of the etching pits is formed in the places where there are dislocations exit to the crystal surface as a result of deformation of the concentrated load. There is a figure in the form of a frozen drop, which is probably due to a change of the layer growth mechanism from the layer – by – layer one to VLC (vapor-liquid-crystal). With an increase in the aluminum nitride composition (over 50 %), the defectivity and heterogeneity of the surface increases markedly. The number of dislocations increases due to mismatch between the lattice parameters of the substrate and the SiC–AlN solid solution. The restoration of the surface structure is possible after a laser treatment.

Keywords: solid solution, silicon carbide, morphology, etching pit, layer-by-layer growth.

Received 11 April 2021