

УДК 621.315.592

DOI: 10.21779/2542-0321-2022-37-4-60–65

**М.К. Гусейнов¹, Г.Д. Кардашова^{1,2}, А.Т. Темиров¹, С.У. Ризаханова¹,
Г.А. Муталипова¹**

Технология формирования наноразмерных пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$

¹ Дагестанский государственный технический университет; Россия, 367015, г. Махачкала, пр. Имама Шамиля, 70; m_guseynov@mail.ru;

² Дагестанский государственный университет; Россия, 367000, г. Махачкала, ул. М. Гаджиева, 43а;

Разработана технология получения высокотемпературного материала $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ в виде наноразмерных пленок на подложке карбида кремния SiC. Проведенные исследования структуры и состава полученных пленок показали, что более качественные монокристаллические пленки формируются при температурах, близких к 1000 К. Определены оптимальные технологические параметры, такие как: давление рабочего газа, высота зоны термализации, токи распыления и др., – для формирования монокристаллов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ на подложке SiC.

Ключевые слова: карбид кремния, твердые растворы, нитрид алюминия, пленки, мишень, магнетронное распыление, ионно-плазменный метод.

Введение

Неограниченные твердые растворы $TP(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ имеют ширину запрещенной зоны от 2,8 до 6 эВ в зависимости от состава и образуют широкозонные полупроводниковые материалы с прямозонной энергетической структурой в интервале составов $0,6 < x < 1$ [1].

Кроме того, $TP(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, как и карбид кремния, устойчив к сильным внешним воздействиям, что позволяет использовать его для создания высокоэнергетических устройств и компонентов. В настоящее время это одна из наиболее перспективных систем полупроводниковых приборов, используемых для разработки и настройки различных датчиков и преобразователей физических величин, пригодных для работы в жестких условиях (высокие температуры, вредное излучение, агрессивные среды) [2].

Пленочные материалы SiC могут быть легко модифицированы для покрытия любой толщины пленки с хорошими микроструктурными, оптическими и электрическими свойствами для различных отражающих или просветляющих и оптоэлектронных процессов (в том числе в отношении структуры и функции осаждения) [3].

Большинство кристаллов $TP(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ обычно получают сублимацией [4]. Однако сублимационный метод не позволяет получить наноразмерные пленки или многослойные структуры на основе $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ из-за высоких температур роста (2000–2500 К) и высокой скорости неконтролируемого роста, структуры, толщины пленки и других составляющих.

Наиболее распространенными методами вакуумного осаждения покрытий на различные типы поверхностей являются газотермическое осаждение, электронно-лучевое напыление и различные виды ионно-плазменного напыления. В то же время метод ионно-плазменного напыления позволяет изменять получаемое покрытие за счет

изменения различных технических параметров в очень широких пределах. Это привело к быстрому развитию данного метода вакуумного осаждения нанослоев из различных материалов при изготовлении микро- и нанoeлектронных устройств [5].

Ионно-плазменные методы, особенно методы магнетронного распыления (МР), широко используются для получения тонких и наноразмерных многослойных структур. Метод МР отличается хорошей управляемостью процесса формирования мембран и относительно низкой температурой осаждения мембран по сравнению с сублимационным методом.

2. Экспериментальная часть

Разработанные новые методы выращивания, позволяют формировать высококачественные монокристаллические и поликристаллические $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ пленки с регулируемым составом. Количественные оценки таких параметров, как высота тепловой зоны – R_T , расстояние от мишени до условного анода – X_0 и скорость роста пленки – V , были выполнены для оптимизации режима производства пленки.

На модернизированной вакуумной установке УРМ-3 были получены пленки TP $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$. Вакуум создавался двумя насосами: предварительный вакуум до 10^{-2} Тор с помощью форвакуумного насоса и высокий вакуум (до 10^{-6} Тор) – с помощью диффузионного насоса. Давление рабочего газа регулировалось с помощью специального натекателя.

Подложка нагревалась с помощью графитового нагревателя, а ее температура контролировалась автоматической системой ВРТ-3. Температура подложки варьировалась от 50°C до 1500°C и поддерживалась с точностью $\pm 10^\circ\text{C}$. Общий вид установки показан на рис. 1.

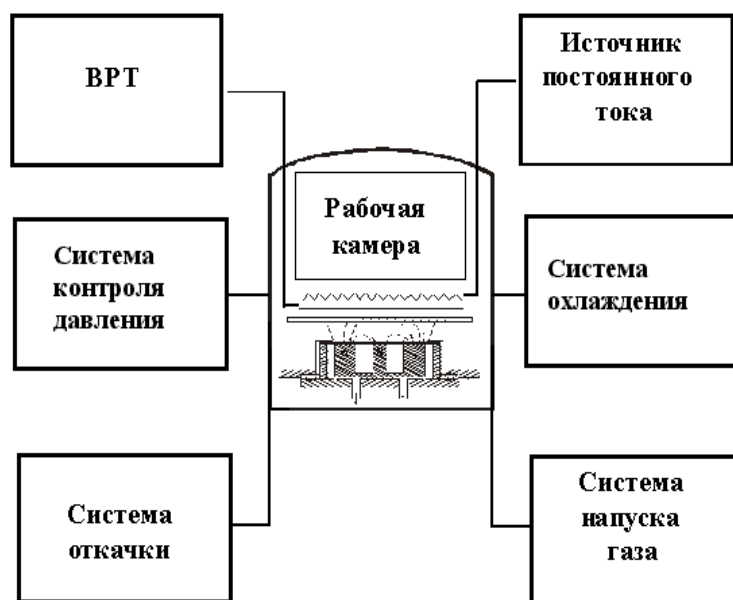


Рис. 1. Схема установки для выращивания пленок TP $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$

Ниже приведена последовательность основных операций получения пленок TP :

1. Подготовка подложки SiC травлением КОН при 400–500 °С в течение 10 минут и монтажом в графитовый нагреватель.

2. Откачка из рабочей камеры воздуха до 10^{-6} мм рт. ст. и напуск аргона в камеру до $0,6 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст.

3. Осаждение пленок в течение 2–3 часов при напряжении 650 В разрядным током плотностью 2–4 мА/см².

Исходные мишени SiC-AlN были получены по технологии электроимпульсного спекания порошков SiC и AlN при давлении 50 МПа и температуре 1800 °С [6]. Полученные мишени имели форму диска диаметром 8 см и толщину 0,4–0,5 см.

Осаждение пленок проводили на 6H-SiC и сапфировых пластинах. Перед нанесением поверхность подложек обрабатывали химическим травлением и промывали дистиллированной водой.

Технические параметры производственного процесса: давление рабочего газа варьировалось от 1 до 15 Па, напряжение устанавливалось от 500 до 800 В, ток разряда – от 200 до 300 мА, температура подложки устанавливалась от 500 до 1000 °С. Полученные плёнки имели толщину до 0,3 мкм.

3. Результаты

Высота зоны термализации определена на основе модели, предложенной авторами [7]. Результаты расчетов приведены на рис. 2.

Из полученного графика (рис. 2) видно, что подложки следует размещать на высотах 5 см и 4 см соответственно для больших энергий при рабочих давлениях газа в диапазоне 5–10 Па, чтобы высокоэнергетические атомы не «вбивались» в подложку. Пленки, полученные в этих условиях, имеют низкое количество дефектов и могут быть высокого качества. Из графика также можно сделать вывод, что при высоких давлениях рабочего газа состав пленки должен быть более однородным.

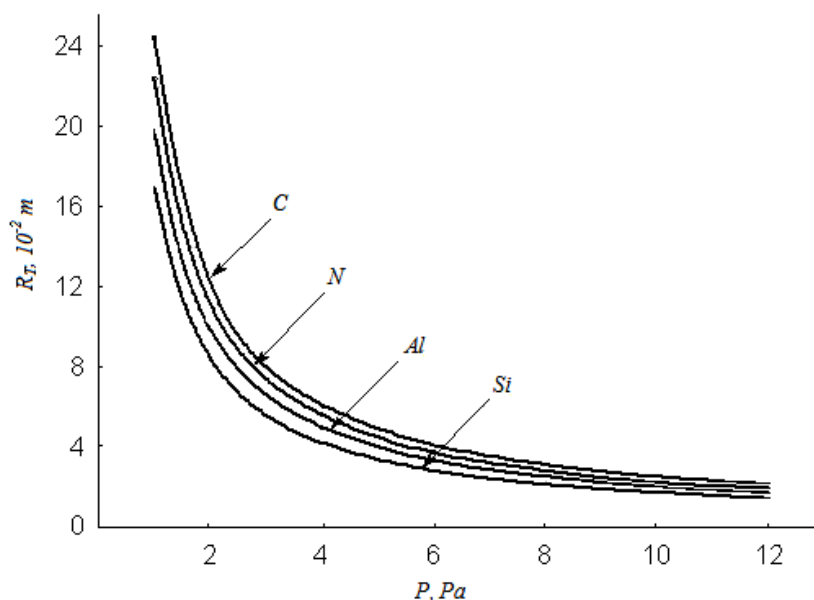


Рис. 2. Изменение высоты зоны термализации – R_T от давления рабочего газа, при средней энергии распыленных атомов 5 эВ

Расстояние X_0 рассчитывали согласно выражению [8]:

$$X_0 = 8,4 \cdot 10^3 (\sum_{i=0}^{N-1} \sqrt{(We - iW_0)})/B, \quad (1)$$

где W_e – энергия электрона; W_0 – общая энергия, расходуемая на один акт ионизации, для аргона $W_0 = 4,8 \cdot 10^{-18}$ Дж/ион (30 эВ/ион) [9]; $N = \frac{W_e}{W_0}$ – число столкновений электрона, приводящее к ионизации.

В таблице 1 приведены рассчитанные значения X_0 при различных напряжениях.

Таблица 1

$U_p, \text{В}$	500	600	700	800	900	1000
$X_0, \text{см}$	1,1	1,5	1,9	2,3	2,7	3,2

По расчетным данным анод должен располагаться в пределах $1,1 \div 3,2$ см при напряжении 500–1000 В. В противном случае эффективность разряда снизится.

На рис. 3 представлены экспериментальные данные по зависимости скорости роста пленки- V от температуры подложки при токах 80 и 100 мА. Как и ожидалось, V -пленки уменьшается в диапазоне 800–1300 К с ростом температуры подложки (снижение в 8–10 раз).

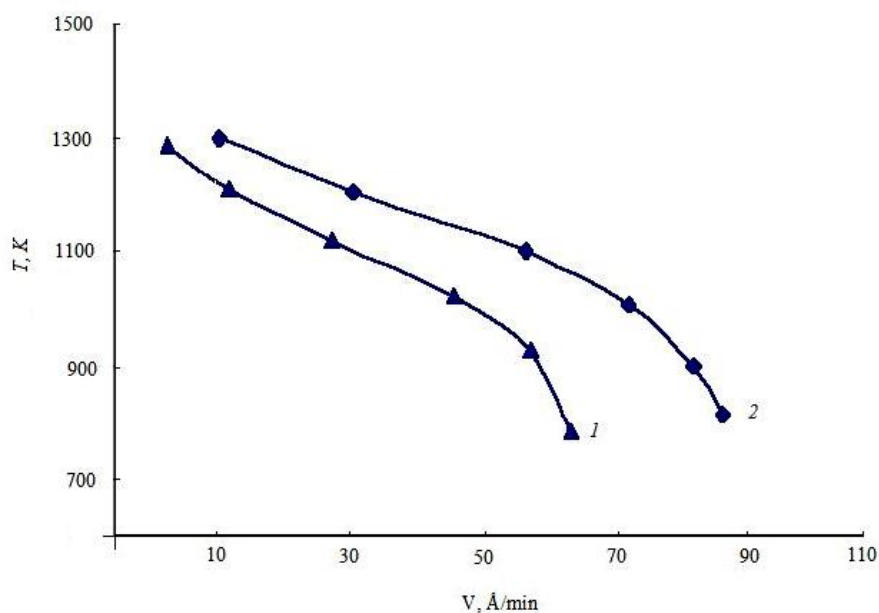


Рис. 3. Скорость роста пленки $(\text{SiC})_{0,7}(\text{AlN})_{0,3}$: 1) $I = 80$ мА; 2) $I = 100$ мА

Исследования пленок в работе [10] показали, что температура подложки сильно влияет на их кристаллическую структуру. При невысоких температурах подложки, примерно 700–750 К, пленки не имеют кристаллической структуры. При температурах, близких к 950–1000 К, в пленках образуются микрокристаллы размером от 0,1 до 0,2 мкм. Дальнейшее повышение температуры до $1250 \div 1350$ К приводит к образованию высококачественной монокристаллической пленки.

На рис. 4 показаны две рентгенограммы: пленка и подложка. На дифрактограмме кроме максимального значения подложки присутствует также максимальное значение,

относящиеся к твердому раствору. Они немного отличаются из-за того, что их постоянные решетки имеют близкие значения.

Анализ состава пленок показал, что содержание нитрида алюминия такое же, как и в мишени $\text{SiC}-\text{AlN}$, отклонение от состава не превышало 2 %, а распределение компонентов было равномерным.

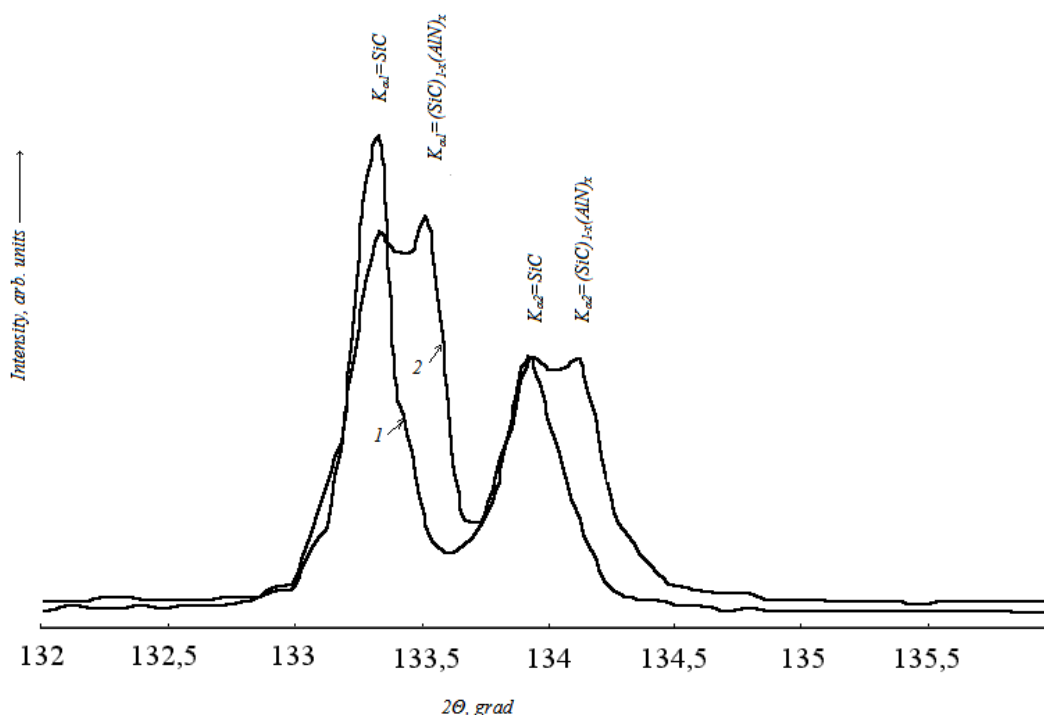


Рис. 4. Рентгеновские дифрактограммы: 1) $\text{SiC}-6\text{H}$; 2) твердый раствор $(\text{SiC})_{0,7}(\text{AlN})_{0,3}$

Таким образом, многочисленными исследованиями показано, что путем магнетронного распыления можно получать высококачественные пленки твердого раствора карбида кремния с нитридом алюминия необходимого состава, имеющие различную кристаллическую структуру.

Литература

1. Сафаралиев Г.К., Таиров Ю.М., Офицерова Н.В., Морозенко Я.В., Абилова Н.А. Католюминесценция твердых растворов на основе $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ // Физика и техника полупроводников. 1996. Т. 30, вып. 3. – С. 493–496.
2. Liang F., Feng M., Huang Y., Sun X., Zhan X., Liu J., Sun Q., Wang R., Ge X., Ning J. et al. AlGa_N-Based Schottky Barrier Deep Ultraviolet Photodetector Grown on Si Substrate. Opt. Express 2020, 28, 17188.
3. Tavsanoğlu T., Zayim E.O., Agirseven O., Yildirim S., Yucel O. Optical, electrical and microstructural properties of SiC thin films deposited by reactive DC magnetron sputtering. ThinSolidFilms. 2019. Vol. 674, 31 March. – P. 1–6.
4. Сафаралиев Г.К., Курбанов М.К., Офицерова Н.В., Таиров Ю.М. Влияние параметров роста на электропроводность твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ // Изв. РАН. Неорг. матер. 1995. № 6.
5. Данилина Т.И., Троян П.Е., Сахаров Ю.В., Жидик Ю.С. Ионно-плазменные методы получения наноструктур // Доклады ТУСУРа. 2017. Т. 20, № 3.

6. Kardashova G.D. Technology of spark plasma sintering as an innovative solution of synthesis high-density of SiC ceramics // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – Moscow, 2020. – P. 012030.

7. Ласка В.Л., Митрофанов А.П., Карманенко С.Ф. Электронная техника // Сер.: Электровакуумные и газоразрядные приборы. 1985. Вып. 1 (106). – С. 101.

8. Таруи Я. Основы технологии СБИС: пер. с яп. / под ред. В.Г. Ржанова. М.: Радио и связь, 1985. – 479 с.

9. Ефимов А.И., Белорукова Л.П., Василькова И.В., Чечев В.П. Свойства неорганических соединений: справочник. – Л.: Химия, 1983. – С. 392.

10. Гусейнов М.К., Шахбанова З.И., Магомедов М.А. Исследование оптических и электрических свойств твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ // Вестник Дагестанского государственного университета. Сер.: 1. Естественные науки. 2021. Т. 36, вып. 1. – С. 34–38.

Поступила в редакцию 16 июня 2022 г.

UDC 621.315.592

DOI: 10.21779/2542-0321-2022-37-4-60–65

Nanoscale Films $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ Formation Technology

**M.K. Huseynov¹, G.D. Kardashova^{1,2}, A.T. Temirov¹, C.U. Rizakhanova¹,
G.A. Mutalipova¹**

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

² Dagestan State University; Russia, 367000, Makhachkala, M. Gadzhiev st., 43a;

A technology has been developed for producing a high-temperature material $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ in the form of nanoscale films on a SiC silicon carbide substrate. Studies of the structure and composition of the obtained films have shown that higher-quality monocrystalline films are formed at temperatures close to 1000 K. Optimal technical parameters such as the working gas pressure, the height of the thermalization zone, spray currents, etc., for the formation of single crystals $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ are determined on the SiC substrate.

Keywords: *silicon carbide, solid solutions, aluminum nitride, films, target, magnetron sputtering, ion-plasma method.*

Received 16 June 2022