

УДК 54.057

Мартенс Владимир Яковлевич, Крандиевский Святослав Олегович,  
Никитин Илья Васильевич

## СИНТЕЗ ПЛЕНОК КАРБИДА КРЕМНИЯ ПУТЕМ ХИМИЧЕСКОГО ОСАЖДЕНИЯ ИЗ ГАЗОВОЙ ФАЗЫ В РЕАКТОРЕ С ХОЛОДНЫМИ СТЕНКАМИ

*В статье представлена методика получения и первые результаты исследования тонких кристаллических пленок карбида кремния путем осаждения из газовой фазы в реакторе с холодными стенками. В качестве вещества прекурсора использовался триметилхлорсилан, в качестве газа носителя для образования парогазовой смеси использовался азот. Получение пленок производилось на установке химического синтеза Easytube 3000 производителя Firstnano. Получены и исследованы рентгенограммы синтезированных образцов.*

**Ключевые слова:** карбид кремния, тонкие пленки, химическое осаждение.

Vladimir Martens, Svyatoslav Krandievsky, Ilya Nikitin  
**SYNTHESIS OF SILICONE CARBIDE FILM FILMS BY CHEMICAL DEPOSITION  
FROM THE GAS PHASE IN A REACTOR WITH COLD WALLS**

*The technique of obtaining and the first results of studying thin crystalline silicon carbide films by deposition from a gas phase in a reactor with cold walls is presented in the article. Trimethylchlorosilane was used as the precursor material, nitrogen was used as the carrier gas for the formation of the vapor-gas mixture. The films were produced on the Easytube 3000 chemical synthesis unit from the manufacturer Firstnano. X-ray patterns of synthesized samples were obtained and investigated.*

**Key words:** silicon carbide, thin films, chemical deposition.

Карбид кремния – перспективный материал для создания силовых и высокочастотных приборов, которые на данный момент являются востребованными практически во всех сферах жизнедеятельности человека. Это обусловлено тем, что карбид кремния имеет достаточно высокие значения следующих физических величин:

- ширина запрещенной зоны (от 2,4 до 3,3 эВ);
- теплопроводность (4,9 Вт/см•К);
- напряженность поля пробоя (3 МВ/см);
- насыщенная скорость дрейфа носителей тока (1000 см<sup>2</sup>/(В•с) [1].

Но существующие промышленные технологии изготовления элементов на основе карбида кремния имеют некоторые недостатки. Одним из этих недостатков является высокая температура синтеза пленок карбида кремния, которая составляет (1500–1650 °С). Вследствие высокой температуры синтеза необходимы высокие затраты энергии [2]. Также необходимо заметить, что только монокристаллические пленки имеют широкое промышленное применение, поскольку свойства таких пленок и условия их высокотемпературного синтеза подробно изучены. Таким образом, целью данной работы стала разработка методов получения кристаллических пленок SiC при относительно невысоких температурах, что должно привести к снижению энергии, затрачиваемой на синтез пленок при изготовлении элементов электронной техники на основе карбида кремния.

**Метод получения пленок.** Эксперименты проводились на установке Easytube 3000, схема которой представлена на рис. 1. В установке имеется возможность задавать и контролировать температуру подложки от 20 до 1700 °С, формировать и задавать параметры составов и расходов парогазовых смесей, а также варьировать рабочее давление в камере от 10<sup>-3</sup> до 760 мм рт. ст. Данная

установка является Cool-Wall LP CVD, т. е. реактором химического осаждения из газовой фазы низкого давления с «холодной» стенкой. Охлаждение стенок производится водой, напускаемой с помощью водяного насоса 13.

Методика проведения эксперимента по синтезу заключалась в следующем. Подложка через камеру выгрузки 11 помещалась на подложкодержатель, после чего электроприводом 12 подложка помещалась в кварцевый реактор 8. Изоляция реактора от области загрузки подложек обеспечивается фланцем 10. После того как подложка с подложкодержателем размещались в реакторе, запускался заранее подготовленный и отлаженный рецепт (программа), в котором были заданы все параметры и стадии синтеза.

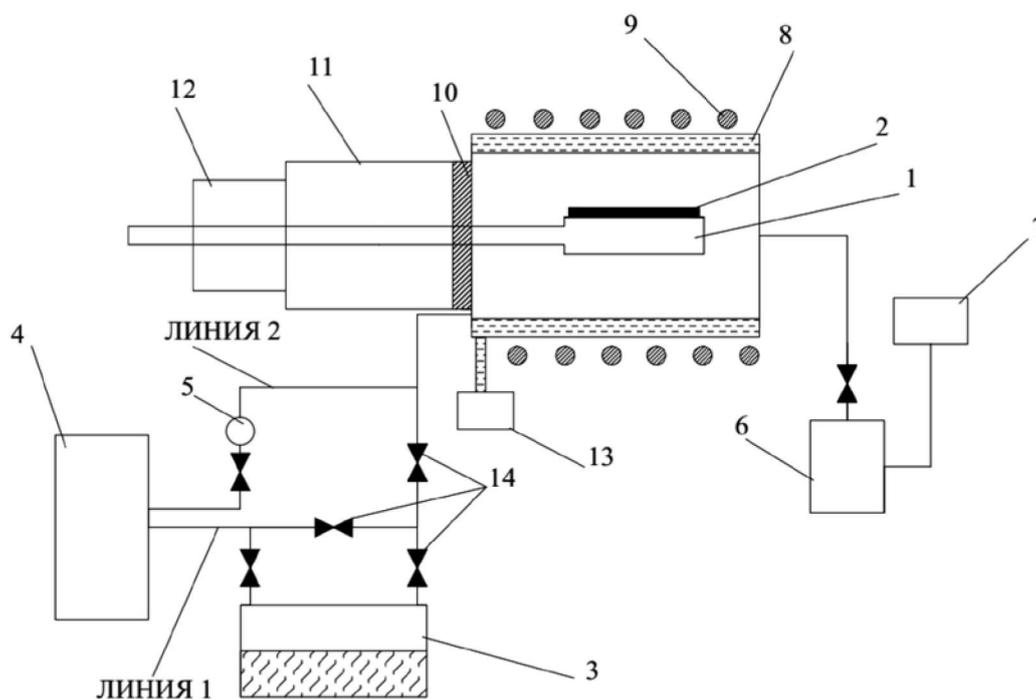


Рис. 1. Принципиальная схема CVD установки:

- 1 – подложкодержатель; 2 – подложка; 3 – бабблер; 4 – генератор азота; 5 – манометр;  
6 – форвакуумный насос; 7 – вентиляция установки; 8 – кварцевый реактор; 9 – нагревательный элемент высокочастотного RF-нагревателя; 10 – фланец; 11 – камера выгрузки подложек;  
12 – электропривод; 13 – водяной насос; 14 – вентильные клапаны.

А именно включением форвакуумного насоса там создавалось разрежение  $5 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. для удаления атмосферных газов. Затем при помощи вентильного клапана и манометра 5 устанавливалось необходимое натекание азота в рабочее пространство камеры, после чего включался нагрев. В стадию нагрева входят:

- плавный нагрев подложкодержателя с подложкой посредством медленного увеличения подаваемой мощности на RF-генератор 9;
- нагрев до заданной температуры бабблера 3 для создания повышенного давления на поверхности вещества прекурсора, находящегося в бабблере;
- нагрев до заданной температуры линий 1 и 2, по которым парогазовая смесь поступала в реактор – это было необходимо для исключения формирования конденсата на стенках трубок.

При достижении необходимой мощности генератора открывался вентиляльный клапан, позволяющий пропускать азот от генератора азота 4 через бабблер, в котором содержался подогретый триметилхлорсилан, после чего парогазовая смесь по линии 1 попадала в реактор, где непосредственно происходил синтез. По линии 2 также постоянно в реактор дополнительно поступало по  $100 \text{ см}^3/\text{мин}$  азота для разбавления парогазовой смеси. Время синтеза было задано программно в рецепте, а именно: сначала в течение 40 секунд азот проходил через пары триметилхлорсилана, находящегося в бабблере, образуя парогазовую смесь, затем на 20 секунд вентиляльные клапаны в бабблере перекрывались и азот поступал напрямую в реактор. Таким образом, один цикл синтеза составлял 1 минуту, а время синтеза пленки определялось количеством циклов. По истечении времени процесса подача реагента прекращалась, реактор откачивался до  $5 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. и одновременно производилось медленное снижение температуры путем снижения мощности, подаваемой на RF-генератор. После остывания подложкодержателя производилось извлечение и загрузка новых подложек, после всех вышеуказанных операций цикл синтеза повторялся.

**Метод исследования структуры.** Для исследования структуры синтезированных пленок использовался рентгенофазовый анализ (РФА). Использование этого метода дает возможность получить достаточно полную информацию о степени кристалличности материала. Рентгеновское излучение взаимодействует с веществами за счёт упругих и неупругих процессов. При упругом взаимодействии, то есть взаимодействии, которое происходит без потери энергии, имеет место рассеяние рентгеновских фотонов, которое определяется их взаимодействием с электронной оболочкой атомов и сопровождается дифракцией рентгеновского излучения. Это излучение лежит в основе рентгеноструктурного анализа.

Дифракционные рефлексы представляют собой максимумы интенсивности рассеянной волны, которые вызываются трансляционной симметрией кристаллической решетки. Их расчет позволяет производить определение размера межплоскостного расстояния решетки и по существующей базе исследованных веществ производить фазовый анализ исследуемого образца [3].

Для исследования фазового состава синтезированных тонких пленок SiC использовался рентгеновский дифрактометр ARL X'TRA (Thermo). Длина волны медной рентгеновской трубки составляла  $1,540562 \text{ \AA}$ .

**Анализ экспериментальных результатов.** Рентгенофазовый анализ дает возможность изучить кристалличность структуры синтезированного материала.

Чаще всего на рентгенограммах монокристаллических пленок карбида кремния, синтезированных на подложках кремния с ориентацией (111), присутствует четко выраженный рефлекс в области углов  $2\Theta$ , равных  $35,7^\circ$ , который приписывают кристаллографической плоскости (111) кубической модификации 3C-SiC [4].

На рис. 2 показана рентгенограмма пленки карбида кремния, синтезированной из паров триметилхлорсилана в реакторе с «холодной» стенкой при температуре  $1150^\circ\text{C}$ .

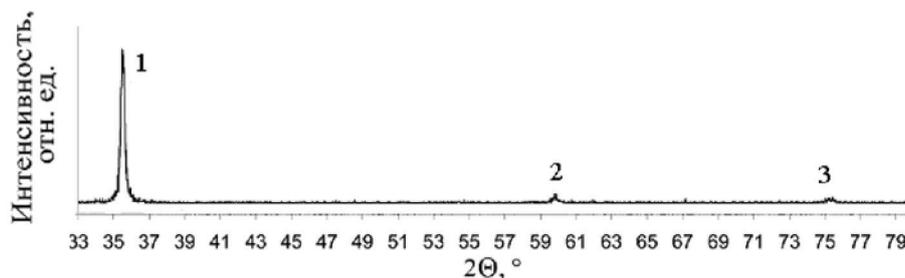


Рис. 2. Рентгенограмма пленки карбида кремния, синтезированной из паров ТМХС в реакторе с «холодной» стенкой:

1 соответствует рефлексу SiC (111); 2 соответствует рефлексу SiC (220); 3 соответствует рефлексу SiC (222).

Как видно из рентгенограммы, в диапазоне углов  $2\Theta$   $33\text{--}80^\circ$  видны три четко выраженных рефлекса. Положение максимума основного рефлекса составляет  $35,7^\circ \pm 0,02$ . Ширина данного рефлекса на полувысоте составляет  $0,2^\circ \pm 0,04^\circ$ .

Появление нескольких рефлексов указывает на высокую степень кристалличности образцов карбида кремния, синтезированных в реакторе с «холодной» стенкой. Из положения максимума основного рефлекса, можно сделать вывод, что полученная пленка является текстурированной гетероэпитаксиальной пленкой 3C-SiC.

**Выводы.** По разработанной методике из паров триметилхлорсилана синтезированы тонкие пленки карбида кремния путем химического осаждения из газовой фазы в реакторе с холодными стенками. По результатам анализа пленок можно утверждать, что полученные пленки имеют высокую степень кристалличности. Учитывая это, а также технологические режимы синтеза пленок, можно утверждать, что исследования в этой области являются перспективными и имеется необходимость продолжать работы в данном направлении.

#### *Литература*

1. Chelnokov V. E., Syrkin A. L. High temperature electronics using Sic: actual situation and unsolved problems // Materials science and Engineering B. 1997. V. 46. P. 248–253.
2. Хениш Г., Рой Р. М. Карбид кремния / пер. с англ. М.: Мир, 1972. 349 с.
3. Физические методы исследования материалов твердотельной электроники / С. И. Рембеза, Б. М. Синельников, Е. С. Рембеза, Н. И. Каргин. Ставрополь: СевКавГТУ, 2002. 432 с.
4. Chen J., Steckl A., Loboda M. Grows and Characterization of N-doped SiC Films from Trimethylsilane // Materials science forum. 2000. V. 338–342. P. 273–276.