

ЭФФЕКТЫ НИТРИДИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПОДЛОЖЕК LiGaO_2 В МОЛЕКУЛЯРНО-ЛУЧЕВОЙ ЭПИТАКСИИ.

© T.S.Cheng*, С.В.Новиков, С.Т.Фохон*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук
194021 Санкт-Петербург, Россия

*Department of Physics, University of Nottingham,
Nottingham NG7 2RD, England

(Получена 29 марта 1996 г. Принята к печати 8 апреля 1996 г.)

В работе исследованы эффекты нитридирования поверхности подложек LiGaO_2 , являющихся перспективными для создания приборов на основе нитридов металлов III группы. Нитридирование подложек в установке для молекулярно-лучевой эпитаксии изучалось с использованием методик дифракции быстрых электронов и оже-электронной спектроскопии. Установлено образование тонкого слоя (порядка $100 \div 200 \text{ \AA}$) нитридованного материала на поверхности подложек LiGaO_2 , что позволяет обеспечить хороший буферный слой для последующего роста эпитаксиальных слоев нитридов металлов III группы.

Введение

Эпитаксиальные слои нитридов металлов III группы интенсивно исследуются как основа для создания светодиодов и лазеров видимого диапазона для зеленой и голубой, а также ультрафиолетовой областей электромагнитного спектра, и как материалы для приборов высокотемпературной электроники [1]. Одной из основных существующих проблем для нитридов является отсутствие подходящей подложки для выращивания изопериодических эпитаксиальных слоев. В последнее время орторомбические кристаллы тройных соединений LiGaO_2 [2,3] привлекли внимание как потенциальный подложечный материал для выращивания нитридов, поскольку величина рассогласования их параметра решетки с параметром решетки GaN составляет 0.2%. Как показано ранее, нитридирование поверхности подложек перед проведением эпитаксиального роста активированным азотом позволяет существенно улучшить параметры выросших слоев. Такая техника широко используется многими группами в молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) и МОС-гидридной эпитаксии для выращивания структур и приборов на основе нитридов металлов III группы.

Целью данной работы являлось исследование эффектов нитрирования при МЛЭ поверхности LiGaO_2 — перспективного материала для изготовления изопериодических подложек для слоев GaN . Для наблюдения изменений структуры поверхности подложек в процессе нитрирования использовался метод дифракции быстрых электронов (ДБЭ), а нитрированная поверхность LiGaO_2 исследовалась методами оже-электронной спектроскопии (ОЭС).

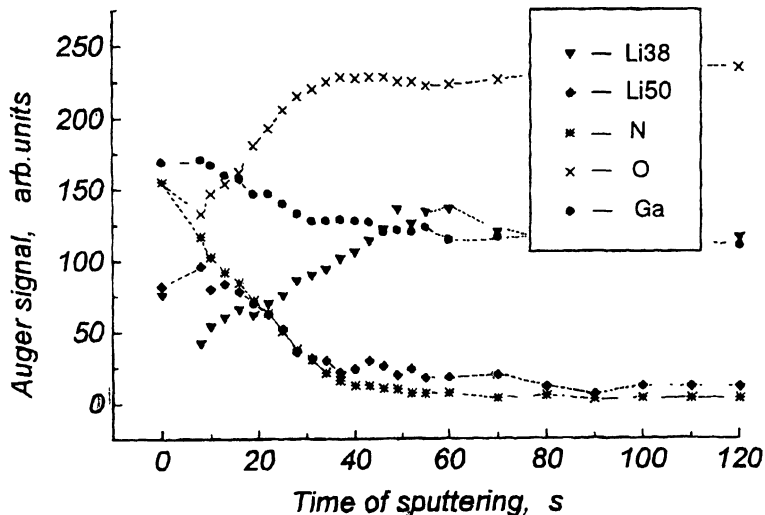
Детали эксперимента

Нитрирование подложек LiGaO_2 проводилось в установке МЛЭ типа Varian MOD-II в потоке активированного азота, полученном с использованием источника активации плазмы на радиочастоте CARS25RF фирмы Oxford Applied Research. Детально установка и конструкция источника описаны ранее [4,5]. Величина потока активированного азота из источника контролировалась путем измерения величины сигнала оптической эмиссии от плазмы, что обеспечивало количественное измерение потока [6]. Перед загрузкой в установку МЛЭ подложки LiGaO_2 очищались в стандартных органических растворителях и травились в растворе $\text{HPO}_4 : \text{H}_2\text{SO}_4$ (1:1) при температуре 80°C в течение $10 \div 15$ мин. После загрузки в установку на поверхность подложек направлялся поток активированного азота, температура подложек поднималась до $\sim 630^\circ\text{C}$ и проводилось нитрирование поверхности в течение 3 час. Использовалось давление азота в камере роста установки МЛЭ порядка $2 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.

Наблюдение за процессом нитрирования проводилось с помощью метода дифракции быстрых электронов. После нитрирования образцы перемещались в высоком вакууме в отдельную камеру анализа в установке Varian MOD-II и исследовались с помощью оже-электронной спектроскопии. Оже-спектры были получены с использованием цилиндрического анализатора с коаксиальной электронной пушкой при энергии 3 кэВ и токе порядка 0.5 мкА. Исследовалась интенсивность сигнала первой производной $dN(E)/dE$ при амплитуде напряжения модуляции 5 В. Распределение состава компонентов по толщине слоя изучалось при использовании ионного травления в потоке аргона при давлении порядка $(3-4) \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.

Экспериментальные результаты

Процесс нитрирования поверхности подложек LiGaO_2 контролировался с помощью метода ДБЭ. Изначально дифракционная картина состояла из ряда расплывчатых рефлексов с малой интенсивностью, что указывает на наличие относительно токого поверхностного окисла. С увеличением температуры подложки дифракционная картина постепенно улучшалась и при температуре порядка 600°C состояла из четких линий, соответствующих решетке LiGaO_2 . После этого температура подложки поднималась до 630°C и проводилось нитрирование поверхности в течение 3 ч. В процессе нитрирования на дифракционной картине между основными рефлексами появлялись дополнительные рефлексы и интенсивность линий картины ДБЭ возрастала.



Изменение интенсивности ОЭС-линий Li, N, O, Ga, ($dN(E)/DE$) в зависимости от времени травления (в атмосфере аргона) образца LiGaO_2 после нитридирования.

Во всех оже-спектрах подложек LiGaO_2 после нитридирования наблюдалось наличие на поверхности высокой концентрации N. Типичный профиль изменения интенсивности ОЭС-линий Li, N, O, Ga по толщине приповерхностного слоя подложки LiGaO_2 после нитридирования в потоке азота порядка $2 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. представлен на рисунке. Глубина анализа в первом приближении может быть оценена из величины скорости травления слоя GaN, которая при тех же условиях ОЭС-травления составляет $200 \div 300 \text{ \AA}/\text{мин}$. Для Li на рисунке представлено распределение по толщине интенсивностей двух различных линий: с энергией порядка 38 эВ и с энергией порядка 50 эВ. Как было показано ранее [7-9], наличие и интенсивность линий с энергиями порядка 31 и 38 эВ в ОЭС-спектрах лития ассоциируется с присутствием кислорода, а интенсивность линии с энергией порядка 50 эВ (KVV) является характеристикой металлического лития. Как следует из рисунка, после 8 с ионного травления наблюдается уменьшение интенсивности линии кислорода из-за удаления поверхностного окисла, и это коррелирует с уменьшением интенсивности линии Li с энергией 38 эВ и увеличением интенсивности сигнала Li с энергией 50 эВ. Интенсивность сигнала N в ОЭС-спектре максимальна с поверхности и постепенно уменьшается до уровня фона в течение $40 \div 60$ с травления, что соответствует толщине слоя порядка 200 \AA . Одновременно возрастает интенсивность линии кислорода и линии лития (38 эВ). При этом интенсивности сигнала линии Li (50 эВ) и линии Ga снижаются.

Полученные по методу ОЭС результаты свидетельствуют о том, что процесс нитридирования поверхности подложек LiGaO_2 приводит либо к формированию GaN в матрице Li-Ga-O, либо к образованию некоего смешанного соединения Li-Ga-O-N в приповерхностной ($100 \div 200 \text{ \AA}$) области подложек.

Процесс нитрирования подложек LiGaO_2 приводит к реконструкции поверхности с образованием тонкого слоя нитрированного материала, что обеспечивает создание хорошего буферного слоя для последующего роста эпитаксиальных слоев и приборов на основе нитридов металлов III группы.

Авторы благодарны сотрудникам «Optical Materials Research Centre» (University of Strathclyde, Glasgow, UK) за предоставление подложек LiGaO_2 , а также Royal Society of UK (грант P826) и INTAS (грант 94-2608) за финансовую поддержку данной работы.

FAX: (812) 2471017 (S.V. Novikov)

E-mail: nsv@shik.ioffe.rssi.ru (Novikov)

Список литературы

- [1] S. Strite, H. Morkoc. *J. Vac. Sci. Technol.*, **B10**, 1237 (1992).
- [2] M. Marezio. *Acta Cryst.*, **18**, 481 (1965).
- [3] H. Neumann, E. Pirl, G. Kuhn. *J. Mater. Sci. Letters*, **6**, 495 (1987).
- [4] C.T. Foxon, T.S. Cheng, S.V. Novikov, D.E. Lacklison, L.C. Jenkins, D. Johnston, J.W. Orton, S.E. Hooper, N. Baba-Ali, T.L. Tansley, V.V. Tret'yakov. *J. Crystal Growth*, **150**, 892 (1995).
- [5] T.S. Cheng, L.C. Jenkins, S.E. Hooper, C.T. Foxon, J.W. Orton, D.E. Lacklison. *Appl. Phys. Lett.*, **66**, 1509 (1995).
- [6] S.E. Hooper, C.T. Foxon, T.S. Cheng, L.C. Jenkins, D.E. Lacklison, J.W. Orton, T. Bestwick, A. Kean, M. Dawson, G. Duggan. *J. Crystal Growth*, **155**, 157 (1995).
- [7] I.F. Ferguson, D.R. Masters, M. Turek. *Pamphlet*, May 1983, ND-R-463(S), C14, (Warrington WA3 6AT UK, Risley Nuclear Power Development Establishment, 1983).
- [8] R.E. Clausing, D.S. Easton, G.L. Powell. *Surface Science*, **36**, 377 (1973).
- [9] G.L. Powell, R.E. Clausing, G.E. McGuire. *Surface Science*, **49**, 310 (1975).

Редактор Т.А. Полянская

Surface nitridation effects on LiGaO_2 substrates in molecular beam epitaxy

*T.S. Cheng**, *S.V. Novikov*, *C.T. Foxon**

Ioffe Physicotechnical Institute, St. Petersburg 194021, Russia

*Department of Physics, University of Nottingham, NG7 2RD, England

We report on the effect of nitridation on LiGaO_2 substrates which is a potentially important substrate for the growth of group III-nitride devices. The MBE nitrided substrates were examined by in-situ RHEED and AES studies. A thin layer ($\sim 100 \div 200 \text{ \AA}$) of nitride material was formed on the LiGaO_2 substrate surface after the nitridation, and this is likely to provide a good buffer for the growth of further group III-nitride layers.