## 04;06;09

## Получение GaN молекулярно-пучковой эпитаксией с активацией азота ВЧ-емкостным магнетронным разрядом

© В.В. Мамутин, В.Н. Жмерик, Т.В. Шубина, А.А. Торопов, А.В. Лебедев, В.А. Векшин, С.В. Иванов, П.С. Копьев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург

## Поступило в Редакцию 29 января 1998 г.

Показана возможность получения слоев GaN методом молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией азота высокочастотным магнетронным разрядом в оригинальном коаксиальном источнике с емкостной связью. На подложках GaAs и сапфира получена скорость роста  $\sim 0.1\,\mu{\rm m/h}$ , и определены пути оптимизации конструкции плазменного источника для увеличения скорости роста. Исследованы электрофизические и люминесцентные свойства нелегированных эпитаксиальных слоев вплоть до комнатной температуры.

Большой интерес к широкозонным соединениям  $A^3N$  (AlGaInN) вызвал за последние годы привлечение различных методов к их получению, таких как газофазная эпитаксия из металлоорганических соединений (ГФЭ МОС), осаждение из паров металлоорганических соединений (ОП МОС) и молекулярно-пучковая эпитаксия (МПЭ). Основные результаты пока получены методом ОП МОС, но высокие температуры роста (~ 1000°С), необходимые в этом процессе, оставляют много проблем, которых лишен метод МПЭ со сравнительно низкими температурами роста (500–700°С). В зависимости от типа источника активного азота различают МПЭ с использованием гидразина [1], с активацией за счет повышенной кинетической энергии частиц [2] и МПЭ с плазменной активацией [3,4]. В последнем случае активация азота происходит в плазменном источнике, размещенном на месте одной из испарительной ячеек.

С этой целью обычно используются либо источники с электронным циклотронным резонансом (ЭЦР) [3,4], либо высокочастотные (ВЧ) источники с индуктивным возбуждением разряда [5]. Одной из основных проблем при этом является обеспечение сравнительно высоких скоро-

30

стей роста, которая ограничивается требованием небольших расходов азота для сохранения в ростовой камере низкого давления  $\leq 10^{-4}$  Torr. Проблема осложняется тем, что до сих пор не выяснено влияние состава плазмы на скорость роста и качество слоев. Исвестно лишь, что высокоэнергетичные частицы с энергией порядка десятков электронвольт вызывают дефектообразование в растущих слоях нитридов.

Поэтому представляет интерес разработка источников активированного азота с высокой эффективностью возбуждения разряда и возможностью регулирования параметров выходного пучка в широких пределах. В качестве одного из возможных типов такого источника можно рассматривать магнетронный источник с разрядом либо на постоянном токе, либо с высокочастотном (ВЧ) возбуждением разряда в цилиндрической электродной системе с коаксиальным расположением электродов.

Впервые такой источник с возбуждением разряда на постоянном токе успешно использовался нами для получения *p*-типа проводимости в материалах A<sup>2</sup>B<sup>6</sup> [6,7]. Однако применение этого типа разряда для роста GaN характеризовалось крайне низкими скоростями роста [8]. В настоящей работе исследуется возможность использования для роста GaN компактного магнетронного коаксиального источника с BЧ-емкостным возбуждением разряда.

В известной нам литературе отсутствуют сведения об использовании источников с подобным разрядом в процессах МПЭ с плазменной активацией. Можно лишь указать на работу [9], где использовался ВЧ-емкостной разряд без магнитного поля в источнике с внешними полосковыми электродами.

В описываемом источнике ВЧ-возбуждение с частотой 13.56 MHz и мощностью до 100 W подавалось через стандартную схему согласования на центральный электрод. Постоянное аксиальное магнитное поле с магнитной индукцией до 0.8 T создавалось электромагнитными водоохлаждаемыми катушками. Ширина и длина межэлектродного промежутка составляли 9 и 50 mm соответственно. Поверхности обоих электродов закрывались трубками из пиролитического нитрида бора (pBN). Давление азота в разрядной камере определялось проводимостью выходной pBN диафрагмы с отверстиями разного диаметра. В данной работе приводятся данные, полученные при использовании диафрагмы с 87 отверстиями диаметров 0.6 mm. Для откачки ростовой камеры и источника использовался турбомолекулярный насос Turbovac 560 с эффективной производительностью, определяемой геометрией ростовой



**Рис. 1.** Оптический эмиссионный спектр ВЧ-емкостного магнетронного разряда в азоте в диапазоне 360-780 nm: N<sub>2</sub><sup>\*</sup> — 2-я положительная система; N<sub>2</sub><sup>+</sup> — 1-я отрицательная система; N<sub>2</sub><sup>\*</sup> — 1-я положительная система.

камеры, не более 350 l/s. Источник устанавливался на одном из стандартных фланцев установки МПЭ отечественного производства ЭП-1203 на сильфонной подаче, позволяющей менять в процессе роста расстояние от выходной диафрагмы источника до подложки от 40 до 140 mm.

Предварительные испытания источника показали, что разряд возбуждается и стабильно поддерживается при относительно невысоких давлениях в разрядной камере источника (от единиц миллиторр до нескольких Торр), при индукции магнитного поля  $\sim 0.5$  T и при минимальном уровне вводимой высокочастотной мощности  $\sim 5$  W.

На рис. 1 приведен типичный оптический эмиссионный спектр (ОЭС) азотного ВЧ-разряда в диапазоне 360–780 nm. В спектре разряда присутствуют характерные полосы излучения возбужденных молекул и молекулярных ионов азота. Характерный вид спектра ближе к спектрам ЭЦР-источников, чем к источникам с ВЧ-индуктивным возбуждени-

ем [5]. Характер распределения интенсивности излучения совпадает с результатами, полученными в [9] для источника с ВЧ-емкостным возбуждением без магнитного поля. Нужно отметить также отсутствие, как и в [9], в ОЭС ярко выраженной характерной линии 746 nm излучения возбужденного атомарного азота.

При увеличении давления азота в разрядной камере источника до 1 Тогг, вводимой в разряд мощности и индукции магнитного поля интенсивность всех линий возрастала. При этом существенно могло изменяться соотношение между интенсивностями различных линий спектра разряда, что открывает путь к управлению в широких пределах концентрацией и температурой электронов в разряде и, следовательно, к изменению количественно и качественно выходного пучка возбуждения частиц азота.

Слои GaN выращивались на подложках GaAs (113) в температурном диапазоне 550–630°С (чтобы избежать термического разложения GaAs) и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в диапазоне 550–800°С. Каждый процесс начинался с нитридизации подложки в потоке активированного азота. После этого выращивался начальный слой GaN при низких температурах (550°С) и при минимальных скоростях роста. Далее исследовались процессы роста при более высоких температурах и различных скоростях роста в диапазоне 0.05-0.3 Å/с. Максимальная толщина слоев не превышала  $0.5\,\mu$ m. Толщина и морфология слоев исследовалась на сканирующем электронном микроскопе CamScan с разрешением ~ 100 Å. Морфология пленки контролировалась с помощью дифракции быстрых электронов. В лучших образцах наблюдалась сверхструктура (2 × 2) во время роста. Максимальная скорость роста определялась выходной диафрагмой, ВЧ-мощностью, подводимой к разряду, потоком азота и расстоянием от источника плазмы до подложки.

Исследовались электрофизические и люминесцентные свойства слоев. Как правило, нелегированные слои имели *n*-тип проводимости с концентрациями  $\sim 10^{16} - 10^{18}$  cm<sup>-3</sup>.

В спектрах фотолюминесценции (ФЛ) выращенных пленок вплоть до комнатной температуры превалирует линия вблизи края поглощения GaN. На рис. 2 приведены спектры ФЛ двух образцов, выращенных на разных подложках (GaN на GaAs соответствует сплошная линия, а GaN на сапфировой подложке — пунктирная линия). Спектры измерялись при комнатной температуре при импульсном возбуждении N<sub>2</sub> лазером (длина волны 337 nm, длительность импульса 8 ns, характерная плот-



**Рис. 2.** Спектры фотолюминесценции слоев GaN, выращенных на подложках: *I* — GaAs (113), *2* — Ag<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0001). 300 K, N<sub>2</sub> лазер.

ность возбуждения 1 kW/cm<sup>2</sup>). Для пленок на сапфире положение линии (3.425 eV при 300 K) и ширина линии на полувысоте ( $\sim 50$  meV) соответствуют параметрам ФЛ, обусловленной междузонной рекомбинацией в образцах GaN со структурой вюртцита [10]. Линия ФЛ в пленках, выращенных на GaAs, заметно шире (ширина на полувысоте  $\sim 150$  meV) и сдвинута в длинноволновую сторону на величину  $\sim 50$  meV. Наиболее естественным объяснением уширения и длинноволнового сдвига представляется сосуществование двух фаз — кубической и гексагональной, что характерно для GaN на подложках GaAs [11].

Таким образом, показана эффективность плазменной активации азота для роста GaN со скоростями в диапазоне 0.05-0.3 Å/s ( $0.02-0.1 \,\mu$ m/h) с помощью ВЧ-емкостного магнетронного разряда. Проводимое дальнейшее усовершенствование источника активированного азота позволяет надеяться на увеличение скоростей роста и качества слоев.

Работа была выполнена при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, программы Министерства науки РФ "Физика твердотельных наноструктур".

## Список литературы

- Nikishin S.A., Antipov V.G., Ruvimov S.S., Seryogin G.A., Temkin H. // Appl. Phys. Lett. 1996. V. 69. N 21. P. 3227–3229.
- [2] Ferguson B.A., Mullins C.B. // J. Crystal Growth. 1997. V. 178. P. 134-146.
- [3] Grun M., Sadeghi N., Cibert J., Genuist Y., Tserepi A. // J. Crystal Growth. 1996. V. 159. P. 284–288.
- [4] Meyapan M. // MRS Internet Journal (MIJ)-NSR. 1997. V. 2. Art. 46.
- [5] Hughes W.C., Rowland W.H., Johnson M.A.L., Fujita S., Cook J.W., Schetzina J.F., Ren J., Edmond J.A. // J. Vac. Sci. Technol. B. 1995. V. 13. N 4. P. 1571–1577.
- [6] Ivanov S.V., Jmerik V.N., Kuznetsov V.M., Sorokin S.V., Maximov M.V., Krestnikov I.L. Kop'ev P.S. // Proceeding of International Symposium on Blue Lasers and Light Emitting Diodes. Chiba, Japah, March 5–7. 1996. P. 301–304.
- [7] Жмерик В.Н., Иванов С.В., Максимов М.В., Кузнецов В.М., Леденцов Н.Н., Сорокин С.В., Домрачев С.Б., Шмидт Н.М., Крестников И.Л., Копьев П.С. // ФТП. 1996. V. 30. N 6. P. 1071–1084.
- [8] Novikov S.V., Kipshidze G.D., Lebedev V.B., Sharonova L.V., Shik A.Ya., Jmerik V.N., Kuznetsov V.M., Gurevich A.V., Zinov'ev N.N., Foxon C.T., Cheng T.S. // Abstracts of 23rd International Symposium on Compound Semiconductors. St.Petersburg, Russia, Sept. 23–27. 1996. P. 101.
- [9] Saeki Y., Akitsu T., Kato T., Matsumoto T. // Proceeding of International Symposium on Blue Laser and Light Emitting Diodes. Chiba, Japan, March 5–7, 1996. P. 390–393.
- [10] Strauss U., Tews H., Riechert H. et al. // MIJ-NSR. 1996. V. 1. Art. 44.
- [11] Cheng T.S., Foxon C.T., Jeffs N.J., Hughes O.H. et al. // MIJ-NSR. 1996. V. 1. Art. 32.