

06;12

## Установка для выращивания слоев GaN на подложках большой площади методом газофазной хлоридно-гидридной эпитаксии

© С.И. Степанов, Д.В. Цветков, А.Е. Черенков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург  
Центр по исследованию роста кристаллов, С.-Петербург

Поступило в Редакцию 21 апреля 1998 г.

Описан предложенный и созданный прототип промышленной установки для роста эпитаксиальных слоев нитрида галлия (GaN) методом газофазной эпитаксии в хлорид-гидридной системе. Эпитаксия проводилась одновременно на 3 подложках карбида кремния (SiC) диаметром 35 mm. Была исследована зависимость распределения по скоростям роста вдоль газового потока, а также в поперечном сечении реактора. Полученные эпитаксиальные слои были исследованы методом рентгеновской дифракции и фотолюминесценции.

Нитриды металлов III группы (AlN, GaN, InN) являются перспективными материалами для создания высокоэффективных синих и зеленых светодиодов [1,2,3], коротковолновых инжекционных лазеров [4] и других электронных приборов. Значительные успехи получены в эпитаксии этих соединений из металлорганических соединений [4] и молекулярно-пучковой эпитаксии [5]. Хлоридно-гидридный метод (ХГМ) роста эпитаксиальных слоев нитридов III группы также представляет большой интерес, так как по сравнению с вышеупомянутыми методами он обладает рядом преимуществ: широкий диапазон по скоростям роста ( $0.05-2 \mu\text{m}/\text{min}$ ) [6], а также достаточно низкая стоимость оборудования и экспериментов. Ранее в нашей группе была показана возможность роста высококачественных эпитаксиальных слоев AlN на подложках сапфира [7] и карбида кремния (SiC) [12], слоев GaN на подложках карбида кремния [8], получения GaN *pn*-перехода [9] и твердых растворов AlGaIn на подложках карбида кремния [10] модифицированным хлоридно-гидридным методом. Однако перечисленные результаты были получены на установках лабораторного типа. В настоящей работе мы

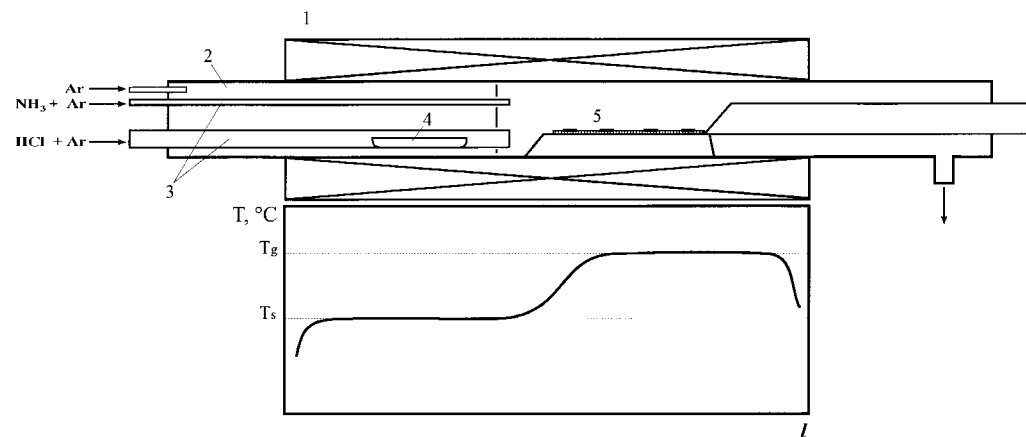
описываем прототип промышленной ХГМ установки и представляем результаты первых экспериментов по росту эпитаксиальных слоев GaN на подложках карбида кремния на этой установке.

Основными требованиями к конструкции ХГМ уснатовки были: 1) возможность роста на подложках диаметром до 80 mm, 2) возможность роста на трех и более подложках диаметром 50 mm, 3) возможность проведения до 10 ростовых процессов за один технологический цикл. На основе этих требований была разработана конструкция реактора, схема которого представлена на рис. 1. За базовую была взята схема установки с горизонтальным реактором проточного типа с горячими стенками. Установка состоит из кварцевого реактора, многозонной печи с резистивным нагревом и газового блока. Печь разделена на две температурные зоны: зону источника и ростовую зону. Температура в ростовой зоне может изменяться от 900 до 1150°C. В качестве газа-носителя использовался аргон чистоты 99.997%. Источниками служили металлический Ga (99.9997%) и газообразный  $\text{NH}_3$  (99.999%). Для хлорирования Ga использовали газообразный HCl чистоты 99.998%. В зоне источника хлористый водород взаимодействует с металлическим галлием с образованием газообразного хлорида галлия. В зоне роста пары GaCl реагируют аммиаком с образованием GaN. Образующийся нитрид галлия осаждается на стенках реактора и на подложках. В зоне роста подложки располагаются на пьедестале параллельно газовому потоку. Размеры рабочей ростовой зоны составляют 200 × 80 mm.

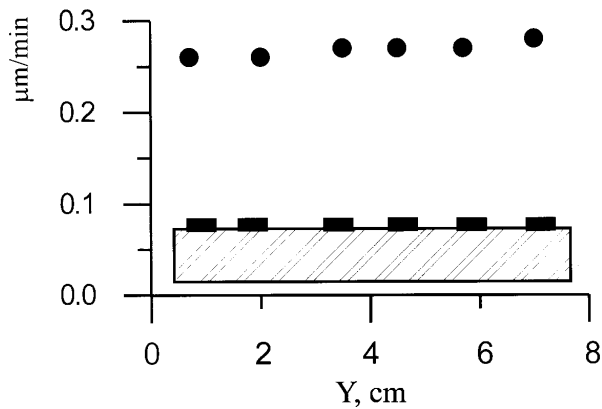
В данной конструкции реактора возможно осуществлять охлаждение и выгрузку выращенных структур в потоке инертного газа без охлаждения всего реактора.

На сконструированной установке были проведены эксперименты по росту слоев нитрида галлия на подложках карбида кремния. Эпитаксия проводилась на подложках 6H-SiC производства Cree Research, Inc. диаметром 35 mm, рядом с ними располагались небольшие подложки-спутники, которыми служили кристаллы SiC, выращенные по методу Лели, и фрагменты подложек Cree Research. Эпитаксию слоев нитрида галлия производили без использования буферных слоев [Eggor! Bookmark not defined., 11]. Эпитаксиальные слои специально не легировали. Рост производился в течение 5–10 min.

Толщина эпитаксиального слоя измерялась гравиметрически (по разнице веса подложек до и после роста) и с помощью интерференционного микроскопа путем наблюдения полос интерференции от гетерограницы



**Рис. 1.** Схема установки для роста III-нитридов методом ХГМ: *1* — многозонная печь резистивного нагрева; *2* — кварцевый реактор; *3* — газоканальные трубки; *4* — лодочка с металлом III группы; *5* — пьедестал с подложками.

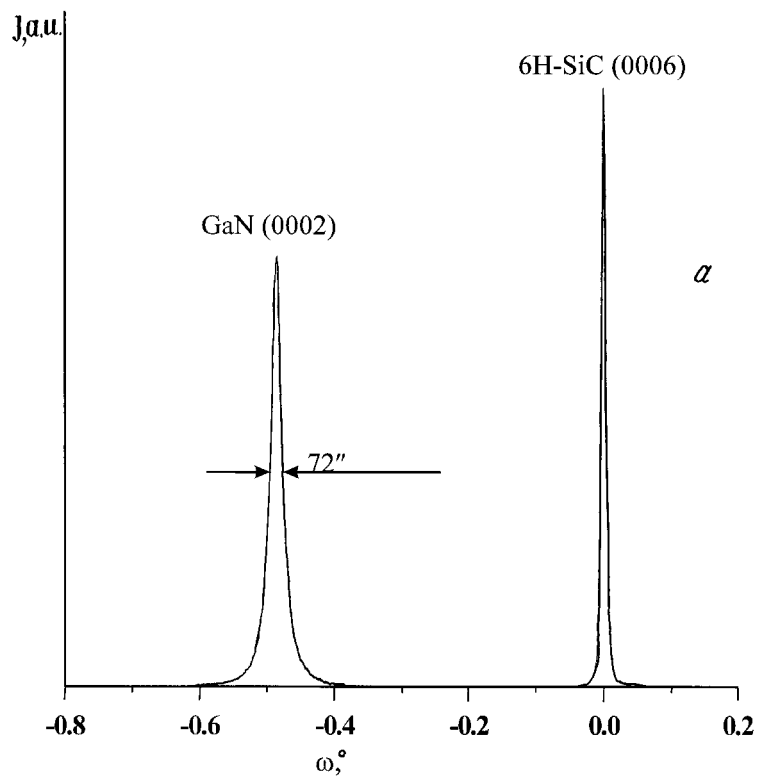


**Рис. 2.** Распределение скорости роста слоев GaN на подложках SiC в поперечном сечении реактора.

и поверхности слоя. Погрешность в определении толщины этими методами не превышала 10%.

Измерение распределения скорости роста GaN по длине пьедестала (направление, параллельное газовому потоку) показало, что в ростовой зоне существует область длиной 15 см, в которой изменение скорости роста эпитаксиальных слоев не превышает 10%. На рис. 2 представлено распределение скорости роста в направлении, перпендикулярном газовому потоку. Можно отметить, что практически отсутствуют краевые эффекты, а разброс значений скорости роста не превышает погрешности измерений (10%).

Для оценки возможностей эпитаксиальной установки был проведен эксперимент по выращиванию слоев GaN на трех подложках SiC размером 35 мм. На всех трех подложках, находившихся в рабочей ростовой зоне, слои GaN имели гладкую зеркальную поверхность. Слои GaN исследовались методами рентгеновской дифракции и фотолюминесценции. Полуширина рентгеновской кривой качания, измеренной в геометрии  $\omega$ -сканирования, лежала в пределах от 72 до 150 угловых секунд, что говорит о высоком структурном совершенстве слоев. На сегодняшний день 72 угловые секунды — это наилучший результат, полученный для слоев GaN, выращенных без буферного слоя на SiC. Характерная кривая



**Рис. 3.** *a* — рентгеновская кривая качания, измеренная в режиме  $\omega$ -сканирования для эпитаксиального слоя GaN, выращенного на SiC; *b* — спектр фотолюминесценции эпитаксиального слоя GaN, выращенного на SiC. ФЛ 100 К,  $N_2$ -лазер.

качания для эпитаксиального слоя GaN на SiC, измеренная в геометрии  $\omega$ -сканирования, приведена на рис. 3, *a*. В спектрах фотолюминесценции всех образцов доминировала полоса экситонной люминесценции (рис. 3, *b*). Полуширина краевого пика при 100 К лежит в диапазоне от 27 до 30 meV. Слои были *n*-типа. Характерная концентрация  $N_d - N_a$ , измеренная ртутным зондом, лежала в пределах  $1 \cdot 10^{17} - 5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ .

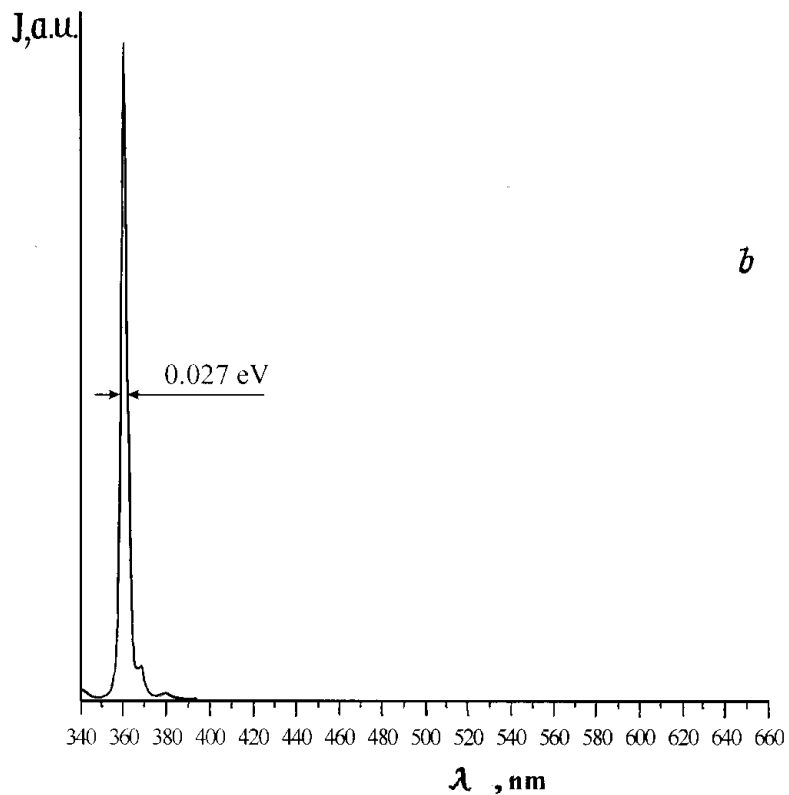


Рис. 3 (продолжение).

Для оценки однородности слоев GaN на трех пластинах SiC диаметром 35 мм измерялась полуширина рентгеновской кривой качания, полуширина и интенсивность краевого пика фотолюминесценции. Измерения проводили на каждой пластине в нескольких точках вдоль направления газового потока и перпендикулярно ему. Полуширина краевого пика ФЛ, измеренная при 100 К на пластине, которая лежала первой по газовому потоку, изменяется по площади пластины в диапазоне 0.020–0.022 eV. На второй и третьей пластине этот диапазон составляет: 0.023–0.027 eV и 0.024–0.028 eV соответственно.

Полуширины рентгеновских кривых качания по площади этих трех пластин изменялись в диапазоне 72–170 угловых секунд. Наличие такого разброса объясняется, возможно, тем, что эпитаксиальные слои наследуют структурное качество своих подложек [11]. Для использованных в этом эксперименте пластин SiC диапазон изменения полуширин рентгеновских кривых качания составлял 17–40 угловых секунд, что повлекло за собой, при прочих равных условиях, уширение кривых качания от эпитаксиальных слоев, выращенных на менее совершенных подложках.

Мы можем заключить, что изготовлен прототип промышленной установки для эпитаксиального роста III-нитридов методом ХГМ на подложках большого диаметра (до 80 mm). Выращены качественные эпитаксиальные слои GaN на SiC подложках диаметром 35 mm. Полученные данные об однородности характеристик слоев и равномерном распределении скорости роста эпитаксиальных слоев GaN на длине рабочей ростовой зоны (15–20 cm) позволяют говорить о возможности выращивания в одном процессе эпитаксиальных слоев нитрида галлия на нескольких подложках диаметром до 80 mm.

Авторы выражают благодарность Ю. Мельнику, А. Николаеву, И. Никитиной за полезные обсуждения, Н. Середовой за оптические исследования образцов, Н. Кузнецову за измерения электрических характеристик образцов, а также Университету штата Аризона (США) за поддержку исследований.

## Список литературы

- [1] Nakamura S, Senoh M, Mukai T // Appl. Phys. Lett. 1993. V. 62. P. 2390.
- [2] Morkoc H, Strite S, Gao G.B, Lin M.E., Sverdlov B, Burns M // J. Appl. Phys. 1994. V. 76. P. 1363.
- [3] Nakamura S, Senoh M, Isawa N, Nahagama S // Jpn. J. Appl. Phys. Lett. 1995. V. 34. L797.
- [4] Nakamura S, Senoh M, Nagahama S, Iwasa N, Yamada T, Matsushita T, Kiyoku H, Sugimoto Y, Kozaki T, Uemoto H, Sano M, Chocho K // Proceedings of the Second International Conference on Nitride Semiconductors. ICNS'97. October 27–31, 1997. Tokushima, Japan. P. 444.
- [5] Schauler M, Kirchner C, Mayer M, Pelzmann A, Eberhard F, Kamp Markus, Unger P, Ebeling K.J // MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. 1997. V. 2. P. 44.

- [6] *Detchprohm T., Hiramatsu K., Amano H., Akasaki I.* // Appl. Phys. Lett. 1992. V. 61 (22). P. 2688.
- [7] *Lebedev A.O., Melnik Yu.V., Tsaregorodtsev A.M.* // Inst. Phys. Conf. Ser. 137. 1994. Chap. 4. P. 405.
- [8] *Melnik Yu., Nikitina I.P., Zubrilov A.S., Sitnikova A.A., Musikhin Yu.G., Dmitriev V.A.* // Inst. Phys. Conf. Ser. 142. 1996. Chap. 5. P. 863.
- [9] *Nikolaev A.E., Melnik Yu.V., Kuznetsov N.I., Strelchuk A.M., Kovarsky A.P., Vassilevski K.V., Dmitriev V.I.* GaN *pn*-structures grown by hydride vapor phase epitaxy. Presented at the MRS 97 Fall Meeting.
- [10] *Melnik Yu., Nikolaev A., Stepanov S., Zubrilov A., Nikitina I., Dmitriev V.* // Book of Abstracts of the E-MRS Spring Meeting. 1997. L 22.
- [11] *Melnik Yu.V., Nikitina I.P., Nikolaev A.E., Dmitriev V.A.* // Diamond and Related Materials. 1997. V. 6. P. 1532–1535.
- [12] *Melnik Yu., Nikolaev A., Stepanov S., Nikitina I., Vassilevski K., Ankudinov A., Musikhin Yu., Dmitriev V.* // Silicon Carbide, III-Nitride and Related Materials / Ed. by G. Pensl, H. Morkoc, B. Monemar, E. Janzen (Materials Science Forum Vols. 264–268.) Trans Tech Publications, Switzerland. 1998. P. 1121–1124.