

06

## Влияние давления при эпитаксии на свойства слоев GaN

© А.В. Сахаров<sup>1</sup>, В.В. Лундин<sup>1</sup>, Е.Е. Заварин<sup>1</sup>, С.О. Усов<sup>2</sup>, П.Н. Брунков<sup>1</sup>, А.Ф. Цацульников<sup>2</sup><sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия<sup>2</sup> Научно-технический центр микроэлектроники и субмикронных гетероструктур РАН, Санкт-Петербург, Россия  
E-mail: val.beam@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 18 августа 2020 г.

В окончательной редакции 3 сентября 2020 г.

Принято к публикации 3 сентября 2020 г.

Проведено исследование выращивания слоев GaN методом газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений на сапфировых подложках при различных давлениях в реакторе, в том числе выше атмосферного. Показано, что эпитаксиальный рост при более высоком давлении не изменяет кристаллическое совершенство слоев, подвижность электронов и фоновое вхождение примесей, но приводит к формированию поверхности с меньшим латеральным масштабом неоднородностей. Давление при эпитаксии также влияет на соотношение интенсивностей краевых и примесных линий в спектре фотолюминесценции и токи утечки в обратносмещенном барьере Шоттки.

**Ключевые слова:** МОС-гидридная эпитаксия, нитриды III группы, морфология, люминесценция.

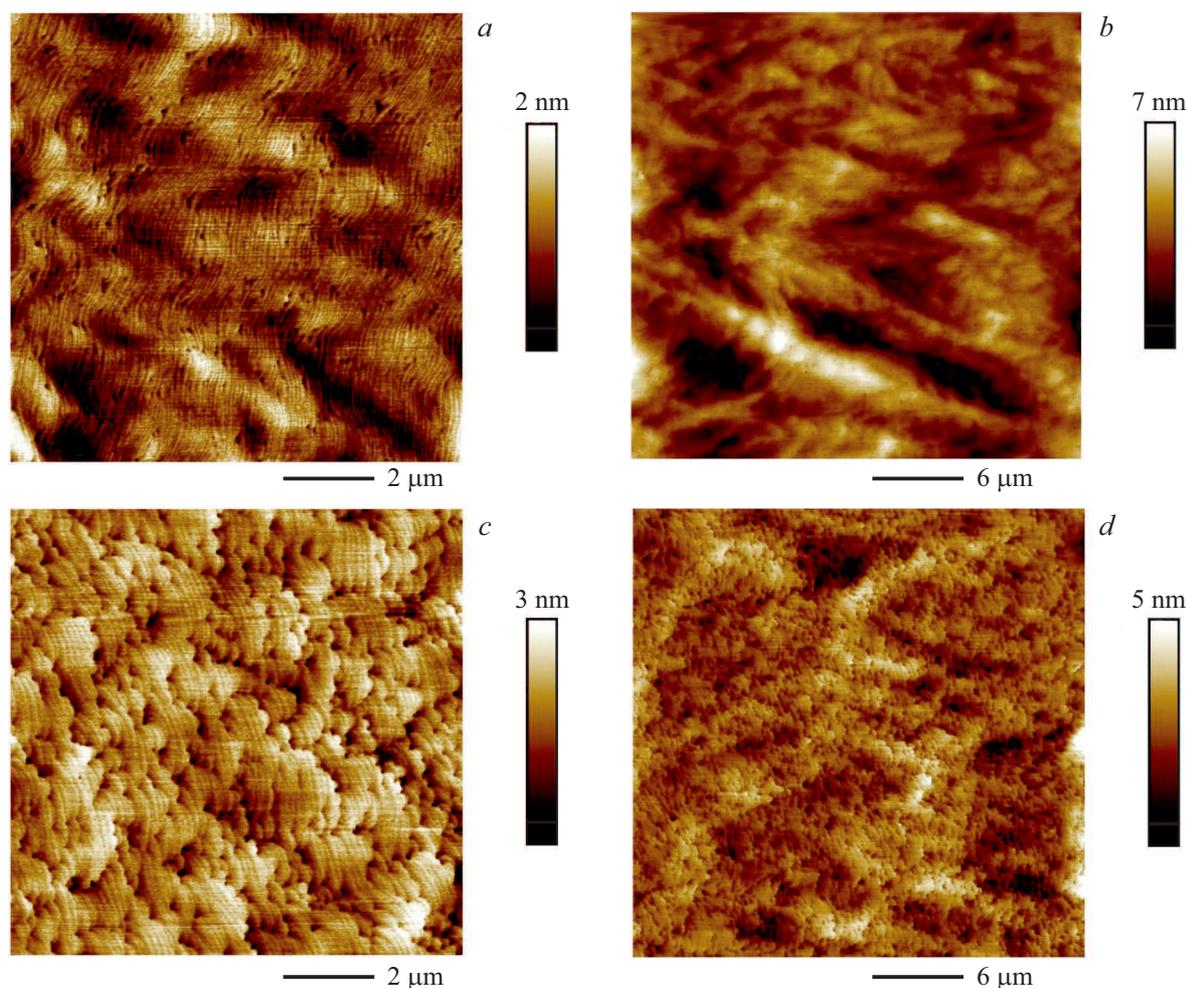
DOI: 10.21883/PJTF.2020.24.50418.18517

Рост слоев GaN высокого качества является одной из основных задач при создании приборных структур на основе III-N соединений (как светоизлучающих, так и электронных). Известно, что давление в реакторе оказывает существенное влияние на рост III-N соединений методом газофазной эпитаксии (ГФЭ), так как оно влияет на транспорт компонентов, взаимодействие с растущей поверхностью и реакции в газовой фазе. Комплекс химических процессов при ГФЭ GaN является очень сложным [1], и моделирование ростовых режимов не всегда дает адекватные результаты. Основные публикации, посвященные влиянию давления на свойства GaN, описывают улучшение свойств слоя при увеличении давления на начальной стадии роста (до планаризации) [2,3] за счет изменения плотности и размеров зародышевых островков. Увеличение давления может приводить к росту качества материала: так, например, об улучшении кристаллического качества сообщалось для лазерных структур [4] и гетероструктур InGaN/GaN [5]. В то же время практически отсутствуют публикации, отдельно описывающие влияние давления при росте собственно слоя GaN после планаризации.

Эпитаксиальные структуры выращивались методом ГФЭ на сапфировых подложках ориентации (0001) с использованием стандартных соединений на установке Dragon-125 с горизонтальным реактором с индуктивным нагревом вместимостью три подложки диаметром 2 дюйма или одна подложка диаметром 100 мм. На начальной фазе роста использовался низкотемпературный зародышевый слой GaN с отжигом в водород-аммиачной атмосфере [6], обеспечивающим пониженную плотность дислокаций. В описываемой серии экспериментов первые стадии роста (осаждение зародышевого слоя и рост слоя GaN толщиной 1  $\mu\text{m}$ , обеспечивающие полную планаризацию поверхности) были идентичны-

ми для всех образцов, после чего выращивался слой GaN толщиной 3.5  $\mu\text{m}$  при давлениях 100–1600 mbar. Выращивались как нелегированные, так и легированные кремнием слои. Потоки всех газов и реагентов выбирались исходя из обеспечения постоянной скорости роста GaN при различных давлениях на уровне 4  $\mu\text{m}/\text{h}$ . Выращенные образцы исследовались методами высокоразрешающей рентгеновской дифракции, атомно-силовой микроскопии (АСМ), вторично-ионной масс-спектрографии (ВИМС), фотолюминесценции (ФЛ) и измерения эффекта Холла.

Измерения эффекта Холла для легированных структур показали, что существенной зависимости подвижности и концентрации электронов от давления в реакторе при росте *n*-GaN нет. Подвижность при комнатной температуре составляла 520–540  $\text{cm}^2/(\text{V} \cdot \text{s})$  при концентрации  $2.8 \cdot 10^{17} \text{cm}^{-3}$ . Вхождение кремния не зависело от давления во всем диапазоне исследованных параметров. Рентгенодифракционные исследования также показали, что кристаллическое совершенство эпитаксиальных слоев GaN не зависело от давления в реакторе на этапе планарного роста. Полуширины кривых качания составляли  $\sim 245 \text{arcsec}$  для симметричного рефлекса (0002) и  $\sim 380 \text{arcsec}$  для несимметричного рефлекса (10 $\bar{1}$ 2). Таким образом, можно утверждать, что давление в реакторе на этапе планарного роста GaN не влияет на плотность дислокаций, которая задается начальной фазой роста. Также можно отметить, что по данным ВИМС практически не наблюдалось зависимости фоновой концентрации углерода и кислорода от давления при росте GaN (за исключением небольшого увеличения при давлении 100 mbar), что согласуется с нашими результатами для преднамеренного легирования углеродом [7], но противоречит результатам других исследовательских групп [8].



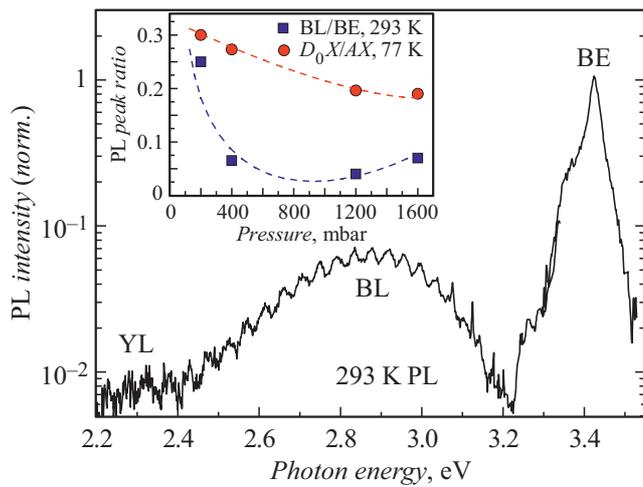
**Рис. 1.** Полученные методом атомно-силовой микроскопии изображения слоев GaN, выращенных при давлении 100 (*a, b*) и 1600 mbar (*c, d*). Поле сканирования  $10 \times 10$  (*a, c*) и  $30 \times 30 \mu\text{m}$  (*b, d*).

Значения шероховатости поверхности слоев GaN по данным АСМ для сканов малой и средней площади и их соотношение

Параметр	Давление, mbar				
	100	400	800	1200	1600
$R_{q10}(10 \times 10 \mu\text{m}), \text{nm}$	0.39	0.49	0.33	0.36	0.47
$R_{q30}(30 \times 30 \mu\text{m}), \text{nm}$	0.99	0.90	0.58	0.67	0.77
$R_{q30}/R_{q10}$	2.5	1.8	1.7	1.8	1.5

Было обнаружено, что давление при эпитаксии оказывает влияние на морфологию и оптические свойства слоев GaN. В таблицу сведены данные о морфологии поверхности эпитаксиальных структур, полученные методом АСМ для структур, выращенных при различных давлениях. На рис. 1 представлены изображения, полученные методом АСМ для слоев, выращенных при минимальном и максимальном исследуемом давлении (100 и 1600 mbar). На изображениях малой площади ( $10 \times 10 \mu\text{m}$ ) хорошо видно, что слои гладкие с выра-

женными атомными ступенями, однако при давлении выше атмосферного меняется характер атомных ступеней: они становятся „полукруглыми“. Разница морфологий, очевидно, связана с различием коэффициентов диффузии адатомов по поверхности. Повышение давления при ГФЭ практически всегда понижает диффузионную длину. Однако при росте GaN происходит ускоряющийся с ростом давления в реакторе параллельный процесс травления водородом, приводящий к выделению галлия на поверхность, что может существенно осложнять характер влияния давления на диффузию адатомов. Другой характерной особенностью является увеличение шероховатости поверхности при увеличении размера поля сканирования, что типично для структур на основе III-N и свидетельствует о фрактальном характере поверхности [9,10]. При сравнении изображений разного масштаба хорошо видно, что при увеличении давления в реакторе меняется латеральный масштаб неоднородностей. Чем ниже давление в реакторе, тем больше характерный масштаб неоднородностей в плоскости подложки, что хорошо иллюстрируется отноше-



**Рис. 2.** Спектр фотолуминесценции нелегированного слоя GaN, выращенного при давлении 400 mbar. На вставке приведено отношение интенсивностей полос в спектрах ФЛ в зависимости от давления в реакторе.

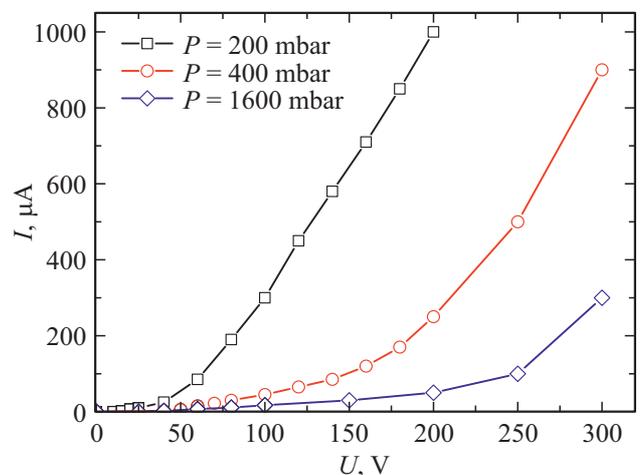
нием шероховатостей поверхности для двух размеров поля сканирования (см. таблицу).

Исследования оптических свойств проводились для нелегированных слоев GaN при возбуждении люминесценции непрерывным He–Cd-лазером ( $\lambda = 325$  nm,  $P = 25$  W/cm<sup>2</sup>) при комнатной температуре (293 K) и температуре жидкого азота (77 K). В низкотемпературных спектрах краевой ФЛ для всех образцов линии свободного (AX) и связанного экситона хорошо разделяются, что свидетельствует о высоком совершенстве материала. Энергетическая разница между пиками составляет  $\sim 7$  meV, что указывает на то, что, скорее всего, имеет место люминесценция экситона, связанного на нейтральном доноре ( $D_0X$ ). Кроме того, в спектре присутствуют две широкие полосы, связанные с „дефектной“ люминесценцией: синяя (BL) и желтая (YL) с максимумами около 2.9 и 2.3 eV. При комнатной температуре краевая люминесценция (BE) представляет собой единый пик с особенностью, связанной с самопоглощением излучения в GaN (рис. 2). Известно, что отношение интенсивностей различных полос ФЛ может использоваться для относительной оценки качества материала [11]. На рис. 2 приведены спектр ФЛ нелегированного слоя GaN, выращенного при давлении 400 mbar, и зависимости отношения максимума интенсивности ФЛ синей полосы и краевой люминесценции при комнатной температуре и полос связанного и свободного экситона при температуре 77 K от давления при росте GaN (на вставке). Хорошо видно, что относительная интенсивность полосы связанного экситона монотонно падает с давлением, что может свидетельствовать о снижении концентрации дефектов, создающих неглубокий донорный уровень. Синяя „дефектная“ полоса ФЛ связана с донорно-акцепторной рекомбинацией и имеет более сложную природу, не позволяющую од-

нозначно отождествить ее с какими-либо конкретными дефектами. Однако хорошо видно, что при повышении давления до 400 mbar относительная интенсивность BL резко снижается и остается практически неизменной с возможным небольшим увеличением для образца, выращенного при 1600 mbar. Полученные результаты позволяют сделать предположение о преимуществе эпитаксии GaN при давлении, близком или даже превосходящем атмосферное.

Улучшение качества GaN при росте в условиях повышенного давления было также продемонстрировано при исследовании вольт-амперных характеристик (ВАХ) контактов металл–полупроводник, сформированных на нелегированных слоях GaN. При измерениях использовался контакт к поверхности Ni/Au (диаметр 500  $\mu$ m), образующий барьер Шоттки, второй контакт на основе индия к проводящему интерфейсу сапфир–GaN был получен путем механического вскрытия слоя. ВАХ при обратном смещении, измеренные для образцов, выращенных при различных давлениях, приведены на рис. 3. Хорошо видно, что существует очень сильная зависимость токов утечки от давления при росте. Ранее были опубликованы аналогичные результаты по увеличению напряжения статического пробоя (ESD) для диодов при росте давления слоев GaN от 100 до 500 Torr [12]. Сопоставляя данные ВАХ с результатами ФЛ, можно утверждать, что структуры в данной серии различаются концентрацией собственных дефектов. Видимо, это приводит к различию в величине утечек.

Таким образом, показано, что в диапазоне 100–1600 mbar давление в реакторе при росте планарного GaN не влияет на кристаллическое совершенство, фоновое вхождение углерода и кислорода, подвижность электронов и среднюю шероховатость поверхности, при этом снижается латеральный масштаб неоднородностей морфологии поверхности. При планарном росте в условиях повышенного давления повышается интенсивность



**Рис. 3.** Вольт-амперные характеристики контактов Ni/Au к нелегированным слоям GaN, выращенным при давлении 200, 400 и 1600 mbar.

линии свободного экситона относительно интенсивности связанного на нейтральном доноре и краевой ФЛ относительно люминесценции глубоких центров. Установлено также, что рост при повышенном давлении уменьшает токи утечки в контакте металл–полупроводник. Полученные результаты могут объясняться изменением подвижности адатомов по поверхности растущего слоя, приводящим к падению концентрации точечных дефектов.

### Финансирование работы

Измерения методами рентгеновской дифракции и атомно-силовой микроскопии проводились с использованием оборудования ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“ (ФТИ им. А.Ф. Иоффе), поддерживаемого Министерством науки и высшего образования РФ (уникальный идентификатор проекта RFMEFI62119X0021).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] Kusakabe K., Hirako A., Tanaka S., Ohkawa K. // *Phys. Status Solidi C*. 2004. V. 10. P. 2569–2572.
- [2] Fini P., Wu X., Tarsa E.J., Golan Y., Srikant V., Keller S., Denbaars S.P., Speck J.S. // *Jpn. J. Appl. Phys.* 1998. V. 37. P. 4460–4466.
- [3] Chen J., Zhang S.M., Zhang B.S., Zhu J.J., Feng G., Shen X.M., Wang Y.T., Yang H., Zheng W.C. // *J. Cryst. Growth*. 2003. V. 254. P. 348–352.
- [4] Yanashima K., Hashimoto S., Hino T., Funato K., Kobayashi T., Naganuma K., Tojyo T., Asano T., Asatsuma T., Miyajima T., Ikeda M. // *J. Electron. Mater.* 1999. V. 28. P. 287–289.
- [5] Uchida K., Gotoh J., Goto S., Yang T., Niwa A., Kasai J.-I., Mishima T. // *Jpn. J. Appl. Phys.* 2000. V. 39. P. 1635–1641.
- [6] Лундин В.В., Николаев А.Е., Сахаров А.В., Усов С.О., Заварин Е.Е., Брунков П.Н., Яговкина М.А., Черкашин Н.А., Цацульников А.Ф. // *ФТП*. 2014. Т. 48. В. 1. С. 55–60.
- [7] Lundin W.V., Sakharov A.V., Zavarin E.E., Kazantsev D.Yu., Ber B.Ya., Yagovkina M.A., Brunkov P.N., Tsatsulnikov A.F. // *J. Cryst. Growth*. 2016. V. 449. P. 108–113.
- [8] Parish G., Keller S., Denbaars S.P., Mishra U.K. // *J. Electron. Mater.* 2000. V. 29. P. 15–21.
- [9] Torkhov N.A., Babak L.I., Kokolov A.A. // *Symmetry*. 2019. V. 11. P. 1495.
- [10] Shmidt N.M., Emtsev V.V., Kolmakov A.G., Kryzhanovskiy A.D., Lundin W.V., Poloskin D.S., Ratnikov V.V., Titkov A.N., Usikov A.S., Zavarin E.E. // *Nanotechnology*. 2001. V. 12. P. 471–474.
- [11] Shalish I., Kronik L., Segal G., Rosenwaks Y., Shapira Y., Tisch U., Salzman J. // *Phys. Rev. B*. 1999. V. 59. P. 9748–9751.
- [12] Jang C.H., Sheu J.K., Chang S.J., Lee M.L., Yang C.C., Tu S.J., Huang F.W., Hsu C.K. // *IEEE Photon. Technol. Lett.* 2011. V. 23. P. 968–970.