

Трансформация N-полярных инверсных доменов из буферных слоев AlN в процессе роста слоев AlGaN

© И.В. Осинных^{1,3}, Т.В. Малин¹, А.С. Кожухов¹, Б.Я. Бер², Д.Ю. Казанцев², К.С. Журавлев¹

¹ Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук, 630090 Новосибирск, Россия

² Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия

³ Новосибирский государственный университет, 630090 Новосибирск, Россия

E-mail: igor-osinnykh@isp.nsc.ru

Поступила в Редакцию 2 марта 2022 г.

В окончательной редакции 25 марта 2022 г.

Принята к публикации 25 марта 2022 г.

Методами атомно-силовой микроскопии и динамической вторично-ионной масс-спектрометрии были исследованы структурные свойства и структурное совершенство выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии из аммиака $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$ гетероструктур с высокой концентрацией кремния в слоях $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$. Показано, что в случае, если буферные слои AlN металлической полярности содержат инверсионные домены азотной полярности, при последующем росте слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ инверсионные домены не прорастают до поверхности, а меняют азотную полярность на металлическую. На месте инверсионных доменов AlN растут уширяющиеся колонны $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ металлической полярности, которые срстаются с окружающей их матрицей металлической полярности в однородную пленку. Толщина, на которой происходит полное срстание, увеличивается с увеличением содержания Al в слоях.

Ключевые слова: A₃-нитриды, инверсионные домены, структурные дефекты, аммиачная-МЛЭ.

DOI: 10.21883/FTP.2022.07.52759.14

1. Введение

1.1. Полярность A₃-нитридных материалов и инверсионные домены

Нитриды металлов III группы AlN и GaN и их твердые растворы $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ являются прямозонными полупроводниками, обладающими уникальными свойствами и интенсивно исследующимися с целью создания оптоэлектронных и СВЧ мощных высокотемпературных приборов на их основе. Нитриды металлов III группы могут образовывать кристаллические структуры вюрцита или цинковой обманки. Термодинамически стабильной при нормальных условиях является структура вюрцита. Кристаллическая структура вюрцита допускает две полярности: металлическую (+c) и азотную (-c). Полярность материала определяется направлением катион-анионного вектора, относительно направления роста кристалла. Катион-анионный вектор задает величину и знак спонтанной поляризации и пьезополяризации [1,2]. Инверсионные домены обладают противоположным направлением катион-анионного вектора, являясь дефектами для материала заданной полярности. Границы между материалом заданной полярности и инверсионными доменами представляют собой дефекты упаковки, что снижает структурное совершенство слоев. Слои III-нитридов металлической полярности имеют более гладкую поверхность по сравнению с азотной [3]. Таким образом, контроль по-

лярности III-нитридов является технологически важной задачей.

1.2. Формирование металлической полярности в слоях A₃-нитридов

Из-за недоступности родных подложек III-нитриды выращивают на подложках $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$, Si(111) и SiC(0001). В силу высокого кристаллического совершенства и прозрачности в видимом и УФ диапазонах сапфировые подложки являются наиболее часто используемым материалом для роста III-нитридных структур для оптических применений. Наиболее часто для роста III-нитридов используют технологии осаждения металорганических соединений из газовой фазы (MOCVD) или молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ). Из-за большого рассогласования параметров решеток сапфира и III-нитридов (13%) для улучшения структурных свойств выращиваемых пленок при эпитаксиальном росте III-нитридных структур используются буферные слои [4,5]. Полярность III-нитридов задается начальными этапами роста и зависит от ростовых условий. Начальным этапом роста на сапфире является процесс нитридации, который заключается в экспонировании разогретой сапфировой подложки в потоке активного азота, в ходе которой происходит замещение атомов O на N, в результате чего формируется зародышевый слой AlN [6,7]. Ранее считалось, что нитридизация приводит к формированию Me-полярного материала в

случае MOCVD роста и материала с N-полярьностью в случае МЛЭ. Объяснялось это различием ростовых температур: в технологии МЛЭ температура низкая, поэтому при низких температурах не происходит замещение атомов О на N, а первый монослой растущего материала металлический: Ga или Al [8]. Связь Ga–N сильнее, чем связь Ga–O, поэтому первый монослой принадлежит GaN, а не подложке, и формируется N-полярьность. Связь Al–N слабее, чем связь Al–O, поэтому первый монослой принадлежит подложке и реализуется Me-полярьность. По этой причине для роста Me-полярьных структур необходимо начинать рост с тонкого буферного слоя AlN. Для метода MOCVD было показано, что рост GaN напрямую на нитридизованных подложках приводит к N-полярьности, а рост тонкого низкотемпературного буферного слоя AlN — к Me-полярьности и в случае MOCVD. Согласно расчетам, зародышевый слой AlN имеет Al-полярьность в Al-обогащенных условиях и N-полярьность в N-обогащенных условиях [9]. Высокое обогащение Al и формирование Me-полярьного материала может быть достигнуто при росте AlN при низкой температуре (600°C), а при росте AlN при высокой температуре формируются слои азотной полярьности [5,10]. В работе [11] установлено, что нитридизация сапфира с формированием на его поверхности ~1 монослоя (МС) AlN обеспечивает последующий рост слоев AlN с более гладкой поверхностью и лучшим кристаллическим совершенством по сравнению с нитридизацией сапфира, формирующей более толстый (~2 МС) слой AlN. Возможно, это связано с тем, что увеличение толщины нитридизованного слоя приводит к формированию большего числа отклоненных зародышей AlN и увеличению количества инверсионных доменов.

1.3. Механизмы переворота полярьности в слоях A₃-нитридов непосредственно во время роста

Смена изначальной N-полярьности на Me-полярьность низкотемпературных слоев AlN в условиях избытка Al объяснена в модели двух монослоев Al, описанной в работе [12]. Согласно этой модели, первый монослой Al имеет N-полярьность, второй монослой Al замещает монослой N, тем самым изменяя полярьность. Другая модель переворота полярьности (N-полярьной поверхности в Me-полярьность) в процессе роста слоя AlN была предложена в работе [13]. Авторы показали, что после нитридизации сначала растет слой N-полярьного AlN толщиной восемь монослоев, после чего происходит формирование ромбоэдрического слоя алюминия-оксинитрида (AlNO), который изменяет полярьность, после которого растет Al-полярьный AlN. Полярьность III-нитридов можно менять в процессе роста. Авторы работы [14] сообщили о контролируемой смене полярьности в процессе роста GaN, для этого при понижении температуры роста и перекрытии потока Ga на поверхность растущей пленки наносился слой металлического Mg. Формирующийся в

результате слой Mg₃N₂ приводил к обратимой смене полярьности. В рассмотренных случаях переворот полярьности III-нитридов происходил при формировании инородного материала.

Несмотря на предложенные методы формирования и переворота полярьности слоев, выращиваемые слои A₃-нитридов зачастую содержат инверсионные домены (ИД). В N-полярьном GaN наблюдались Ga-полярьные ИД, при этом N-полярьных ИД в Ga-полярьном GaN обнаружено не было [15–18]. ИД являются дефектами, которые вносят уровни в запрещенную зону [19], на их границе с остальной пленкой образуются заряды, которые рассеивают электроны. Это приводит к ухудшению характеристик структур на основе III-нитридов. В данной работе было исследовано влияние инверсионных доменов, содержащихся в слоях AlN Me-полярьности, на структурные свойства при последующем росте слоев Al_xGa_{1-x}N:Si с высокой концентрацией кремния.

2. Эксперимент

2.1. Рост слоев Al_xGa_{1-x}N:Si различного состава

Слои Al_xGa_{1-x}N:Si были выращены методом молекулярно-лучевой эпитаксии из аммиака (NH₃-МВЕ) на установке МВЕ/СВЕ-32 фирмы Riber. При росте использовался аммиак особой чистоты 99.9999%, дополнительно очищаемый фильтром механической очистки Entegris со степенью очистки 99.999999% для частиц размером > 0.01 мкм. Поток аммиака в камеру задавался регулятором потока, работающим в диапазоне 0–400 sccm. В качестве источников галлия и алюминия использовались специализированные для NH₃-МВЕ эффузионные ячейки. В источниках алюминия с отрицательным градиентом температуры к апертуре использовались PBN тигли с расширяющимся раструбом, препятствующие возникновению „steering“ эффекта в остаточной атмосфере аммиака. В двухзонных источниках галлия с положительным градиентом температуры к апертуре тигля использовались PG тигли типа SUMO, препятствующие вытеканию галлия из тела тигля в остаточной атмосфере аммиака. Слои легировались кремнием (Si) из газового источника моносилана (SiH₄) особой чистоты 99.999%, разбавленного азотом (N₂) особой чистоты 99.999% в соотношении 7/1000, поток составил $f = 0.0175$ см³/мин. В качестве подложек использовались (0001) ориентированные односторонне и двусторонне полированные 2-дюймовые пластины сапфира толщиной 430 мкм. Нагрев подложек осуществлялся посредством поглощения излучения нагревателя, для чего на обратную сторону подложки сапфира наносился слой молибдена толщиной 0.4 мкм. Перед экспериментом подложки проходили очистку путем высокотемпературного отжига в загрузочной камере при температуре 900°C в течение 1 ч. Затем сапфир нитридизовался в потоке аммиака 25 см³/мин при температуре 960°C в течение

10 мин, такие условия нитридации приводят к росту буферных слоев AlN с высокой плотностью ИД [11]. После процесса нитридации сапфировой подложки следовал рост буферного слоя AlN толщиной ~ 200 нм при температуре 985°C и на заключительном этапе выращивались исследуемые слои $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ толщиной ~ 500 нм. Содержание алюминия (x) в слоях задавалось соотношением потоков Al/Ga в процессе роста и контролировалось методом спектроскопии пропускания света, x изменялось от 0 до 0.7. Температура роста составила 835°C для GaN, 930°C для $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с $0 < x < 0.42$ и 965°C для $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с большим содержанием Al. В процессе роста морфология поверхности, параметры кристаллической решетки, полярность, слоев контролировались *in situ* дифракцией быстрых электронов на отражении (ДБЭО). Скорость роста нитридной пленки контролировалась с помощью оптического рефлектометра с длиной волны 532 нм.

2.2. Методы исследования морфологии слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$: Si и фоновых примесей в гетероструктурах $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{AlN}$

Морфология поверхности слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ *ex situ* была исследована методами атомно-силовой микроскопии (АСМ). АСМ-изображения были получены на микроскопе Solver P-47H (NT MDT) в полуконтактном режиме, обеспечивающем вертикальное разрешение микроскопа 0.05 нм. Концентрации атомов фоновых примесей (кислорода, углерода и атомов кремния) измерялись методом динамической вторично-ионной масс-спектрометрии (ВИМС) с использованием вторично-ионного микрозонда CAMECA IMS 7f. Для распыления образцов использовались первичные положительные ионы $^{133}\text{Cs}^+$ с энергией 12 кэВ. Пучок первичных ионов сканировал по образцу растр размером 200×200 мкм. В качестве аналитических ионов регистрировались вторичные отрицательные ионы матрицы $^{27}\text{Al}^-$, $^{69}\text{Ga}^-$ и примеси $^{28}\text{Si}^-$, ускоренные до энергии 2 кэВ. Аналитические ионы отбирались из области диаметром 33 мкм, расположенной в центре кратера ионного травления. Для подавления зарядки образцов при их травлении ионным пучком на поверхность образцов предварительно была нанесена пленка золота толщиной 30 нм. Наряду с этим для динамического подавления зарядки образцов в процессе измерений образцы облучались электронной пушкой нормального падения при энергии электронов 2 кэВ. Для исключения масс-интерференции аналитических ионов $^{27}\text{Al}^1\text{H}^-$, $^{14}\text{N}_2^-$ и ^{28}Si -измерения токов аналитических ионов проводились при массовом разрешении $M/\Delta M = 3500$. Количественный ВИМС анализ проводился с использованием коэффициентов относительной элементной чувствительности (КОЭЧ) [20]. Значения этих коэффициентов зависят не только от типа определяемой примеси, но и от химического состава матрицы. В связи с этим зависимость КОЭЧ иона ^{28}Si - для матриц

состава $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ предварительно определялась по результатам идентичных измерений содержания Si в наборе образцов: GaN, $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{N}$ и AlN, имплантированных атомами ^{28}Si при энергии 250 кэВ и дозе $1 \cdot 10^{15}$ ат/см². Глубины кратеров травления измерялись с помощью стилусного профилометра AMBIOSXP-1.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Идентификация инверсионных доменов в слоях AlN

На рис. 1, *a* приведены АСМ-изображение поверхности буферного слоя AlN и профиль перепада высот на поверхности AlN. Поверхность представляет собой набор террас, на которых присутствуют колонны высотой 30–50 нм и диаметром ~ 0.3 мкм, плотность колонн составляет $N_{\text{ID}} > 2.5 \cdot 10^8$ см⁻², они занимают $\sim 25\%$ площади поверхности. Эти колонны, представляющие собой ИД, наблюдались ранее, в работе [11], в которой сообщалось, что с увеличением плотности колонн N-полярных ИД и занимаемой ими площади уменьшается яркость присущих металлической полярности рефлексов (2×2) поверхностной реконструкции AlN, наблюдаемых на дифракционной картине при 500°C в потоке аммиака. Это связано с тем, что на поверхности N-полярных слоев AlN реконструкция (2×2) при 500°C в потоке аммиака не образуется [21].

Для проверки утверждения о природе колонн слои AlN травилась в 5% растворе KOH при температуре 50°C в течение 1 мин. Как известно, AlN с Me-полярностью более устойчив к щелочи, а N-полярный AlN травится со скоростью, которая достигает 130 нм/мин в использованных условиях [22]. На рис. 1, *b* приведено АСМ-изображение поверхности AlN после травления в щелочи. Видно, что колонны исчезли, а на их месте появились провалы пирамидальной формы глубиной 50–150 нм. Провалы на месте отдельно стоящих колонн в латеральном сечении имеют форму многогранника с характерным размером ~ 200 нм. Провалы на месте расположенных вплотную колонн при травлении сливаются и образуют провалы неправильной формы с латеральными размерами до 1–2 мкм. Провалы, как и колонны, занимают $\sim 25\%$ площади слоя. Эти данные являются дополнительным подтверждением N-полярной природы колонн.

3.2. Морфология слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$: Si

На рис. 2 показаны характерные АСМ-изображения поверхности слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$: Si с различным содержанием Al: $x = 0, 0.15, 0.36$ и 0.7. Поверхность GaN имеет холмистую структуру, с холмами конической формы высотой 3–5 нм, с основаниями неправильной формы и латеральными размерами 0.5–1.0 мкм (рис. 2, *a*). С повышением доли алюминия диаметр холмов возрастает до 2.4 мкм при $x = 0.36$, и холмы начинают смыкаться

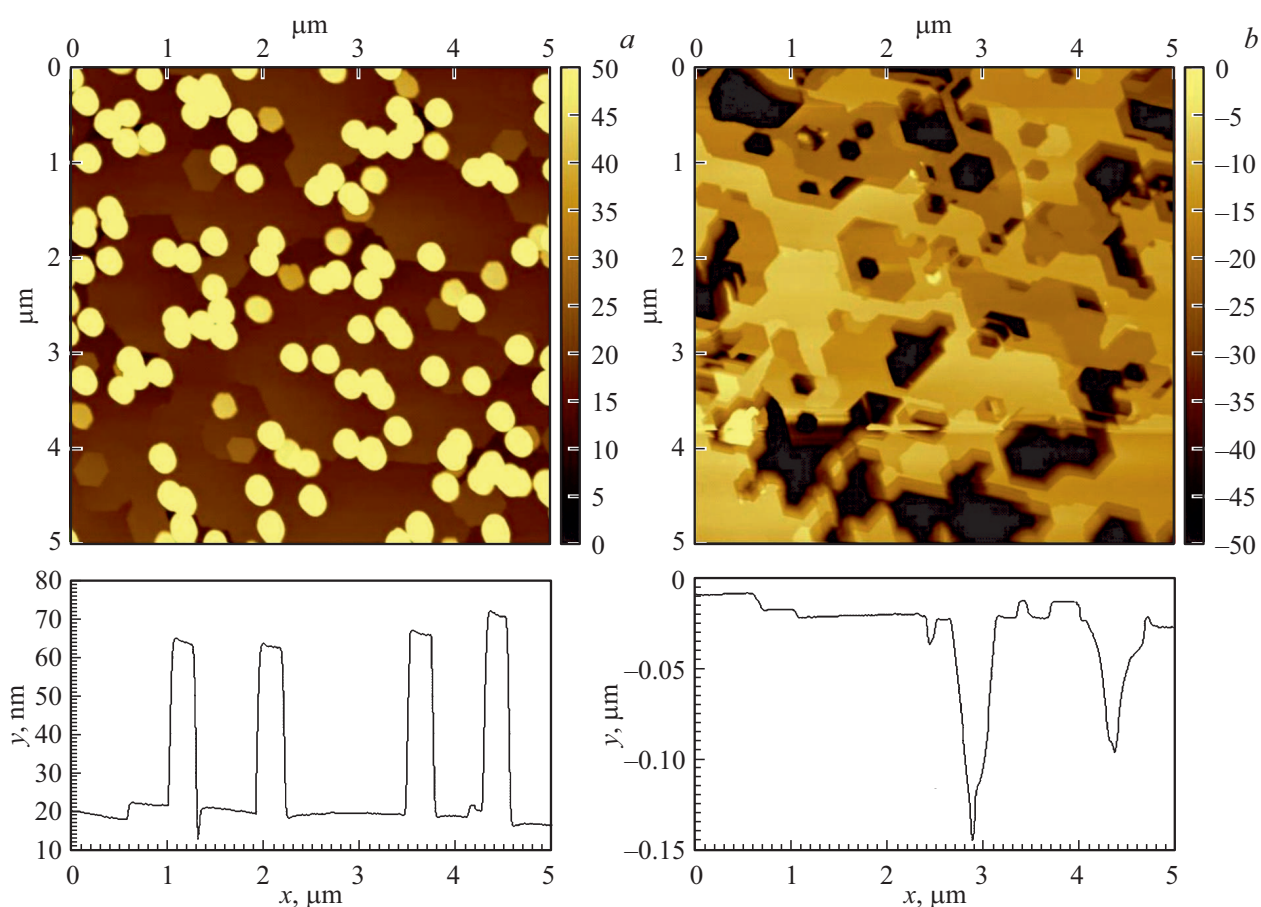


Рис. 1. Характерные АСМ-изображения поверхности буферного слоя AlN до (a) и после травления в КОН (b) и соответствующие им профили перепадов высот.

(рис. 2, b и c). Дальнейший рост содержания алюминия до $x = 0.62$ и выше приводит к изменению морфологии поверхности, на поверхности появляются плато круглого сечения с диаметром до $1.1\text{--}1.5\text{ мкм}$, высотой $10\text{--}15\text{ нм}$ и плотностью $\sim 4 \cdot 10^7\text{ см}^{-2}$ (рис. 2, d). Такое изменение морфологии поверхности $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ с увеличением содержания Al является нетипичным для роста $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ на буферном слое AlN металлической полярности. Обычно поверхность слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ выглаживается с ростом x из-за повышения температуры роста [23]. Травление слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ в растворе КОН не приводит к формированию на месте плато характерных провалов пирамидальной формы, следовательно, слои имеют Me-полярность. Это указывает на то, что в процессе роста $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ N-полярные ИД, прорастающие из буферного слоя AlN, исчезают.

3.3. Профили состава и фоновых примесей в слоях $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$

С целью оценить состав легирующих фоновых примесей в слоях $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ и определить влияние инверсионных доменов, прорастающих из буферного

слоя AlN, на вхождение легирующей и фоновых примесей в выращиваемые слои, образцы исследовались методом ВИМС. На рис. 3 показаны типичные профили распределения основных химических элементов (Ga, Al), легирующей примеси (Si) и фоновой примеси (O) в структуре $\text{Al}_{0.38}\text{Ga}_{0.72}\text{N}:\text{Si}/\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$. Из рисунка видно, что распределение всех примесей по глубине всех слоев однородное. Концентрация атомов кремния во всех слоях $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ находится в диапазоне $(4.0\text{--}8.0) \cdot 10^{19}\text{ см}^{-3}$. В буферном слое AlN концентрация O для всех структур $\sim 10^{19}\text{ см}^{-3}$. В GaN концентрация O составляет $\sim 4.0 \cdot 10^{17}\text{ см}^{-3}$, в слоях $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ концентрация O возрастает с ростом содержания алюминия до $2.0 \cdot 10^{18}\text{ см}^{-3}$.

Основным источником кислорода, видимо, является остаточная атмосфера в ростовой камере. Концентрация кислорода в буферном слое AlN достаточно велика, скорее всего, из-за большой плотности N-полярных ИД, занимающих $\sim 25\%$ объема слоя, в которые кислород встраивается более активно, чем в окружающий их Me-полярный слой. Известно, например, что в N-полярных слоях GaN концентрация кислорода более чем в 10 раз выше, чем в Ga-полярном материале [24–27].

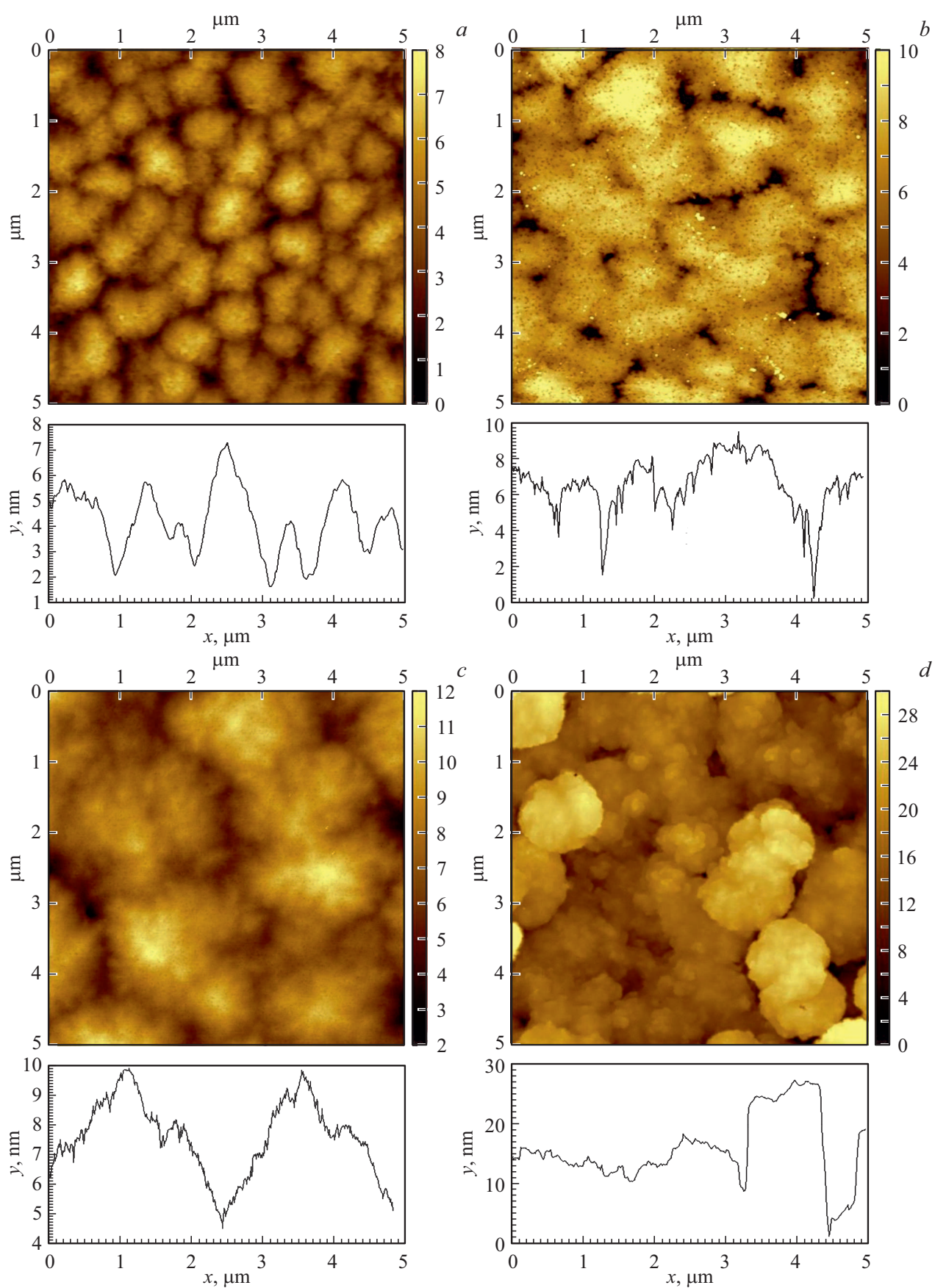


Рис. 2. Характерные АСМ-изображения поверхности слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ и профили перепадов высот: $x = 0$ (a), 0.15 (b), 0.36 (c), 0.7 (d).

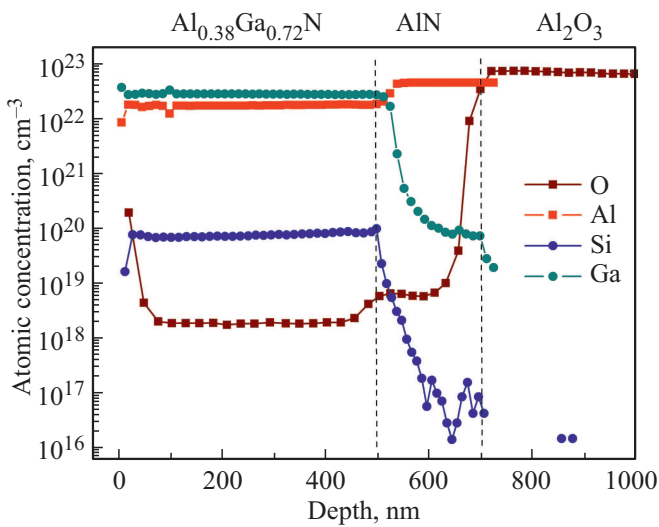


Рис. 3. Типичные профили распределения основных химических элементов (Ga, Al), легирующей примеси (Si) и фоновой примеси (O) в структуре Al_{0.38}Ga_{0.72}N/AlN/Al₂O₃.

Для определения глубины прорастания ИД в слой Al_xGa_{1-x}N:Si были сравнены профили распределения основных химических элементов (Ga, Al) и фоновой примеси (O). Так как перед началом роста Al_xGa_{1-x}N:Si часть площади буферного AlN (S) занята ИД, возвышающимися на 30–40 нм над уровнем матрицы AlN Ме-полярной поверхности, то в процессе роста Al_xGa_{1-x}N:Si происходит заполнение пространства между ИД. Таким образом, первые 30–40 нм слоя Al_xGa_{1-x}N:Si состоят из ИД (x = 1) и Ме-полярного Al_xGa_{1-x}N. За счет этого среднее содержание алюминия в переходном слое отличается от содержания алюминия в окружающих слоях и равно

$$x_{av} = S + (1 - S) \cdot x = x + S(1 - x). \quad (1)$$

Значение x_{av} при $S = 0.25$ изменяется от 0.25 до 0.77 при изменении x в Al_xGa_{1-x}N:Si от 0 до 0.7. Аналогично в профиле кислорода тоже следует ожидать ступень в области переходного слоя, совпадающую по глубине со ступенью в профиле алюминия.

Экспериментальный профиль распределения может быть представлен в виде свертки истинного профиля и функции разрешения (ФР) [28,29]. ФР характеризует максимальное разрешение по глубине, которое может быть достигнуто для заданного режима анализа и на определенном типе исследуемых образцов [30]. В простейшем случае нормализованная ФР представляется простым гауссовым распределением:

$$g(z) = \frac{1}{w_a \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(z-z_0)^2}{2w_a^2}}, \quad (2)$$

где w_a — стандартное отклонение стандартного гауссова распределения, характеризующее функцию разрешения. Истинный профиль $X(z)$ можно представить в виде

ступенчатой функции:

$$X_{Al}(z) = n_1 + n_2 H(z - z_0). \quad (3)$$

Здесь z_0 — координата гетерограницы Al_xGa_{1-x}N:Si/AlN, n_1 и n_2 — концентрации атомов в слоях Al_xGa_{1-x}N:Si и AlN соответственно, а H — функция Хевисайда. Свертка выражений (2) и (3) дает аналитическую форму экспериментального профиля распределения Al:

$$n_{Al}(z) = \frac{n_1 + n_2}{2} + \frac{n_1 - n_2}{2} \operatorname{erf}\left(\frac{z - z_0}{w_a \sqrt{2}}\right). \quad (4)$$

Диффузия приводит к уширению, которое также можно описать гауссовым распределением. Поскольку функции (2) и (3) одинаковы, их произведение также представляет собой распределение Гаусса, но с шириной, следующим образом зависящей от w_a и w_i :

$$w_e^2 = w_i^2 + w_a^2, \quad (5)$$

где w_i — диффузионное уширение. Учет диффузии приводит к модификации выражения (4), в котором вместо w_a фигурирует w_e .

На рис. 4 показаны экспериментальные профили распределения алюминия по толщине слоев Al_xGa_{1-x}N:Si/AlN. Из аппроксимации профилей алюминия выражением (4) определены параметры z_0 и w_e . Величина w_e составляла ~ 5 нм для $x < 0.15$, ~ 10–15 нм для $0.15 < x < 0.62$ и ~ 30 нм для $x > 0.62$, что меньше, чем высота ИД. В профиле структуры GaN:Si/AlN, на гетерогранице GaN/AlN наблюдается дополнительный уровень толщиной 40 нм, который можно интерпретировать как переходной слой с $x = 0.02$, находящийся в GaN. Стоит отметить, что при малом x ВИМС дает заниженные значения концентрации Al, поэтому

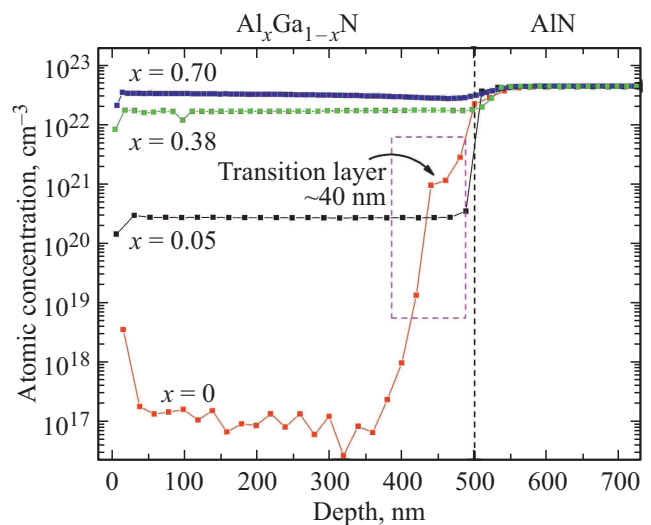


Рис. 4. Профили распределения Al в слоях Al_xGa_{1-x}N и AlN при различных x .

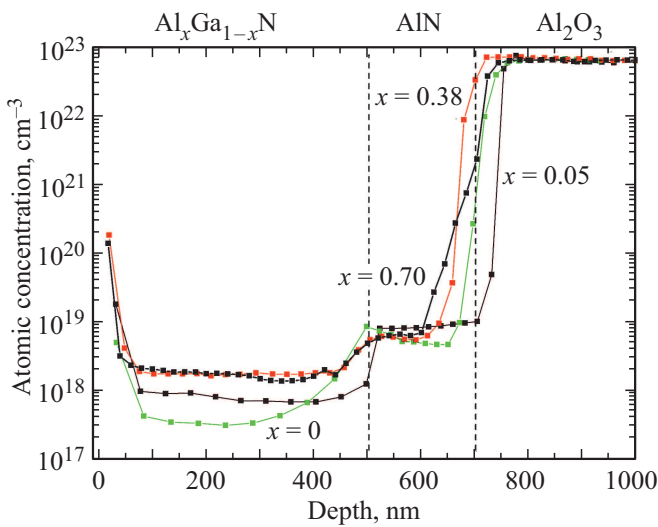


Рис. 5. Профили распределения O в слоях $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ и AlN при различных x .

реальное содержание алюминия в переходном слое значительно выше и составляет ~ 0.15 , так как измеренная концентрация атомов Al практически совпадает с уровнем концентрации атомов для $\text{Al}_{0.15}\text{Ga}_{0.85}\text{N}$. Вероятной причиной может быть неучтенная нелинейность калибровочных зависимостей потока вторичных ионов от концентрации атомов в методе ВИМС, связанная с тем, что Al — химически активный элемент, и поэтому при больших концентрациях он может изменять вероятности образования ионов алюминия и других элементов. Обычно ВИМС используется для анализа примесей, а не основных элементов, этими изменениями, как правило, пренебрегают и считают калибровочные зависимости линейными. Таким образом, в случае GaN содержание алюминия в переходном слое и доля занимаемой ИД площади буферного AlN близки, что согласуется с приведенными выше оценками по формуле (1), толщина переходного слоя обусловлен ИД. Однако в остальных структурах с гетеропереходом $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{AlN}$, несмотря на наличие ИД, данного переходного слоя нет. Отсутствие переходного слоя в слоях $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ можно было бы объяснить его размытием из-за диффузии атомов Al. Однако $w_e < 10$ нм для $x < 0.62$, что означает отсутствие диффузии атомов Al по крайней мере при температуре роста 930°C .

Профиль распределения кислорода по толщине слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$ показан на рис. 5. Для профиля примеси кислорода помимо диффузионного уширения следует учитывать возрастание концентрации возле гетерограницы со стороны AlN, которое можно описать экспоненциальным затуханием. В отличие от профиля алюминия у профиля кислорода на границе GaN/AlN вместо постоянного уровня в области переходного слоя наблюдается монотонный спад с характерной глубиной затухания 30 нм, что также обусловлено диффузией

кислорода. Аппроксимация профилей кислорода выражением (4) показала, что величина z_0 для кислорода близка к глубине гетерограницы $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{AlN}$ с точностью до 20–30 нм. Так как высокая концентрация кислорода в AlN по сравнению с $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ предполагается обусловленной N-полярными ИД, то совпадение гетерограницы и положение скачка концентрации кислорода означает, что вблизи гетерограницы ИД меняют полярность с азотной на металлическую и далее пленка растет однородно, т.е. слои выращиваемого твердого раствора имеют исключительно Me-полярность.

4. Заключение

Было установлено, что в процессе роста слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ на буферных слоях AlN с высокой плотностью N-полярных инверсионных доменов происходит исчезновение инверсионных доменов и выращенные слои $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ характеризуются исключительно Me-полярностью. Смена полярности происходит в начале роста $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$. При росте твердых растворов $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ над инверсионными доменами AlN растут уширяющиеся колонны $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ металлической полярности, которые срстаются с окружающей их матрицей металлической полярности в однородную пленку. Механизм, описывающий остановку инверсионных доменов при старте роста $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$, будет в дальнейшем изучен с применением метода просвечивающей электронной микроскопии.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания № FWGW-2022-0005 „Гетероструктуры на основе материалов A_3B_5 для радиофотоники, СВЧ электроники и фотоэлектроники“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] T. Takeuchi, C. Wetzel, S. Yamaguchi, H. Sakai, H. Amano, I. Akasaki, Y. Kaneko, S. Nakagawa, Y. Yamaoka, N. Yamada. Appl. Phys. Lett., **73**, 1691 (1998).
- [2] M. Leroux, N. Grandjean, M. Laügt, J. Massies, B. Gil, P. Lefebvre, P. Bigenwald. Phys. Rev. B, **58**, R13371 (1998).
- [3] F. Yun, D. Huang, M.A. Reshchikov, T. King, A.A. Baski, C.W. Litton, J. Jasinski, Z. Liliental-Weber, P. Visconti, H. Morkoc. Phys. Status Solidi B, **228**, 543 (2001).
- [4] H. Amano, N. Sawaki, I. Akasaki, Y. Toyoda. Appl. Phys. Lett., **48**, 353 (1986).
- [5] S. Nakamura. Jpn. J. Appl. Phys., **30**, L1705 (1991).
- [6] K. Uchida, A. Watanabe, F. Yano, M. Kouguchi, T. Tanaka, S. Minagawa. J. Appl. Phys., **79**, 3487 (1996).

- [7] N. Grandjean, J. Massies, M. Leroux. *J. Appl. Phys.*, **69**, 2071 (1996).
- [8] M. Stutzmann, O. Ambacher, M. Eickhoff, U. Karrer, A. Lima Pimenta, R. Neuberger, J. Schalwig, R. Dimitrov, P.J. Schuck, R.D. Grober. *Phys. Status Solidi B*, **228**, 505 (2001).
- [9] R. Di Felice, J.E. Northrup. *Appl. Phys. Lett.*, **73**, 936 (1998).
- [10] F. Liu, R. Collazo, S. Mita, Z. Sitar, G. Duscher, S.J. Pennycook. *J. Appl. Phys. Lett.*, **91**, 203115 (2007).
- [11] Т.В. Малин, Д.С. Милахин, В.Г. Мансуров, Ю.Г. Галицын, А.С. Кожухов, В.В. Ратников, А.Н. Смирнов, В.Ю. Давыдов, К.С. Журавлев. *ФТП*, **52**, 643 (2018).
- [12] D.H. Lim, K. Xu, S. Arima, A. Yoshikawa, K. Takahashi. *J. Appl. Phys.*, **91**, 6461 (2002).
- [13] S. Mohn, N. Stolyarchuk, T. Markurt, R. Kirste, M.P. Hoffmann, R. Collazo, A. Courville, R. Di Felice, Z. Sitar, P. Vennéguès, M. Albrecht. *Phys. Rev. Appl.*, **5**, 054004 (2016).
- [14] N. Grandjean, A. Dussaigne, S. Pezzagna, P. Vennegues. *J. Cryst. Growth*, **251**, 460 (2003).
- [15] Н.А. Черкашин, Н.А. Берт, Ю.Г. Мусихин, С.В. Новиков, Т.С. Cheng, С.Т. Foxon. *ФТП*, **34**, 903 (2000).
- [16] J.L. Rouviere, M. Arlery, R. Niebuhr, K.H. Bachem, O. Briot. *MRS Internet J. Nitride Semicond. Res.*, **1**, 33 (1997).
- [17] A.V. Tikhonov, T.V. Malin, K.S. Zhuravlev, L. Dobos, B. Pecz. *J. Cryst. Growth*, **338**, 30 (2012).
- [18] C. Iwamoto. *Mater. Transactions*, **43**, 1542 (2002).
- [19] T.V. Shubina, K.F. Karlsson, V.N. Jmerik, S.V. Ivanov, A. Kavokin, P.O. Holtz, P.S. Kop'ev, B. Monemar. *Phys. Rev. B*, **67**, 195310 (2003).
- [20] R.G. Wilson, F.A. Stevieand, C.W. Magee. *Secondary Ion Mass Spectrometry. A Practical Handbook for Depth Profiling and Bulk Impurity Analysis* (Wiley, N.Y., 1989).
- [21] A.R. Smith, R.M. Feenstra, D.W. Greve, M.-S. Shin, M. Skowronski, J. Neugebauer, J.E. Northrup. *Surf. Sci.*, **423**, (1), 70 (1999).
- [22] W. Guo, R. Kirste, I. Bryan, Z. Bryan, L. Hussey, P. Reddy, J. Tweedie, R. Collazo, Z. Sitar. *Appl. Phys. Lett.*, **106**, 082110 (2015).
- [23] R. Kirste, R. Collazo, G. Callsen, M.R. Wagner, T. Kure, J.S. Reparaz, S. Mita, J. Xie, A. Rice, J. Tweedie, Z. Sitar, A. Hoffmann. *J. Appl. Phys.*, **110**, 093503 (2011).
- [24] M.N. Fireman, H. Li, S. Keller, U.K. Mishra, J.S. Speck. *J. Cryst. Growth*, **481**, 65 (2018).
- [25] T. Tanikawa S. Kuboya, T. Matsuoka. *Phys. Status Solidi B*, **254**, 1600751 (2017).
- [26] A. Ptak, L.J. Holbert, L. Ting, C.H. Swartz, M. Moldovan, N.C. Giles, T.H. Myers, P. van Lierde, C. Tian, R.A. Hockett, S. Mitha, A.E. Wickenden, D.D. Koleske, R.L. Henry. *Appl. Phys. Lett.*, **79**, 2740 (2001).
- [27] D.F. Storm, D.S. Katzer, D.J. Meyer, S.C. Binari. *J. Appl. Phys.*, **112**, 013507 (2012).
- [28] S. Hofmann. *Appl. Surf. Sci.*, **70/71**, 9 (1993).
- [29] S. Hofmann. *Surf. Interface Anal.*, **30**, 228 (2000).
- [30] S. Hofmann. *Surf. Interface Anal.*, **27**, 825 (1999).

Редактор А.Н. Смирнов

Transformation of N-polar inversion domains from AlN buffer layers during the growth of AlGaN layers

I.V. Osinnykh^{1,3}, T.V. Malin¹, A.S.Kozhuhov¹, B.Ya. Ber², D.Yu. Kazancev², K.S. Zhuravlev¹

¹ Rzhanov Institute of Semiconductor Physics Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 630090 Novosibirsk, Russia

² Ioffe Institute, 194021 St. Petersburg, Russia

³ Novosibirsk State University, 630090 Novosibirsk, Russia

Abstract Atomic force microscopy and dynamic secondary ion mass spectrometry were used to study the structural properties and crystal perfection of $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$ heterostructures grown by ammonia molecular beam epitaxy with a high silicon concentration in $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ layers. It is shown that if AlN buffer layers of metallic polarity contain inversion domains of nitrogen polarity, during the subsequent growth of $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Si}$ layers, inversion domains do not grow to the surface, but change nitrogen polarity to metallic. In place of the inversion domains AlN, broadening columns $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ of metallic polarity grow, which coalesce with the metallic polarity matrix surrounding them into an even uniform film. The thickness at which complete intergrowth occurs increases with increasing Al content in the layers.