

УДК 621.315.592

Влияние параметров сапфировых подложек на кристаллическое качество слоев GaN

© Ю.Н. Дроздов[¶], Н.В. Востоков, Д.М. Гапонова, В.М. Данильцев, М.Н. Дроздов, О.И. Хрыкин, А.С. Филимонов*, В.И. Шашкин

Институт физики микроструктур Российской академии наук,
603950 Нижний Новгород, Россия

* Завод синтетических корундов „Монокристалл“,
355044 Ставрополь, Россия

(Получена 1 июня 2004 г. Принята к печати 14 июня 2004 г.)

Исследовано влияние некоторых видов обработки сапфировой подложки на свойства слоев нитрида галлия, полученных методом металлорганической газофазной эпитаксии.

1. Введение

Подложки *c*-среза лейкосапфира $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ широко используются при выращивании вюрцитных фаз GaN, AlN, InN и их твердых растворов — важных материалов современной микроэлектроники. В условиях большого рассогласования периодов решетки слоя и подложки область оптимальных параметров процесса роста оказывается довольно узкой, и требуются большие усилия для обнаружения этой области. Одним из параметров является качество подложки. Трудность состоит в том, что этот параметр мы не можем менять у готовой подложки, и приходится специально изготавливать экспериментальные серии подложек для исследования. Поэтому число подобных работ ограничено. В работе [1], например, показано, что при росте GaN на *a*-срезе сапфира оптимальным является отклонение среза от кристаллографической плоскости 0.25° .

Изготовление подложек представляет собой сложный технологический процесс, физика которого до конца не исследована. Например, в недавней работе [2] обнаружено, что дислокационная структура 2-микронной царапины на сапфире постепенно релаксирует на воздухе в течение месяца. В последние годы технология обработки подложек сделала большой шаг вперед, поскольку для контроля начали использовать атомно-силовую микроскопию. Благодаря этому подложки с шероховатостью поверхности 1 \AA стали обычным коммерческим продуктом.

Цель настоящей работы — сравнение подложек между собой по их параметрам и по влиянию на качество слоев GaN. С использованием возможностей завода синтетических корундов „Монокристалл“ было изготовлено несколько серий подложек с набором углов отклонения среза от кристаллографической плоскости (0001) 0.1° , 0.2° , 0.3° , 0.4° , 0.5° , 3 типов по концентрации малоугловых границ и с использованием 2 типов отжига пластины между операциями реза и полировки (низко- и высокотемпературный отжиг).

Подложки и слои исследовали методами атомно-силовой зондовой микроскопии (Solver P4, NT MDT) и рентгенодифракционного анализа (ДРОН-4). Кроме того, состав слоев по глубине определяли с помощью вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС „Шиповник-3“). Спектры фотолюминесценции измеряли при возбуждении излучением He–Cd-лазера с длиной волны 325 нм.

2. Исследование подложек

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) поверхности подложек выполнена на одной из пластин каждой серии (см. таблицу). Видно, что шероховатость лицевой поверхности, измеренная в поле $0.5 \times 0.5 \text{ мкм}^2$, не превышает 0.2 нм и в большинстве случаев несколько ниже на подложках, отожженных при низких температурах. АСМ-карты для двух образцов приведены на рис. 1 и 2. Отличие состоит в том, что в случае высокотемпературного отжига на поверхности появляются более высокие выступы. На многих картах четко видны разделенные террасами ступени, связанные с вицинальным стрессом поверхности пластины, срезанной с отклонением от атомной плоскости. С увеличением угла отклонения среза ширина террасы (атомной плоскости) закономерно уменьшается.

Рентгенодифракционные кривые качания пластин разных серий слабо различались, что обусловлено большой глубиной проникновения рентгеновских лучей в матрицу кристалла и объемным характером формирования дифракционной картины.

3. Рост эпитаксиальных слоев GaN

Рост эпитаксиальных слоев GaN и AlN осуществляли методом металлорганической газофазной эпитаксии (МОГФЭ) в вертикальном кварцевом реакторе с индукционным нагревом подложки. Источниками Ga, Al и N служили триметилгаллий, триметилалюминий и аммиак. В качестве газа — носителя использовался водород.

[¶] E-mail: drozdyu@ipm.sci-nnov.ru

Сравнительные характеристики подложек сапфира

Серия	Тип подложки				Сравнение GaN-слоев		
	Δ , угл. мин.	M	T	R , нм	$\langle F \rangle$	σ	n
BN006	6	Нет	Низкая	0.10	+0.17	0.72	4
BV006	6	Нет	Высокая	0.13	-0.03	0.69	4
BN012	12	Нет	Низкая	0.07	-0.14		1
BV012	12	Нет	Высокая	0.04	+0.23	0.26	6
BN018	18	Нет	Низкая	0.13			
BV018	18	Нет	Высокая	0.14	+0.23	0.17	5
BN024	24	Нет	Низкая	0.06			
BV024	24	Нет	Высокая	0.13	-0.28	0.47	4
BN030	30	Нет	Низкая	0.07			
BV030	30	Нет	Высокая	0.18	-0.14		1
SN006	6	Слабо выражены	Низкая	0.07	+0.12		1
SV006	6	Слабо выражены	Высокая	0.12	0.0		1
SV018	18	Слабо выражены	Высокая	0.17			
MN006	6	Ярко выражены	Низкая	0.05	-0.36		1
MV006	6	Ярко выражены	Высокая	0.11			
Стандарт	6	Нет		0.10	(База для сравнения)		

Примечание. Δ — отклонение среза подложки от плоскости (0001); M — наличие малоугловых границ; T — температура отжига пластины после резки; R — шероховатость поверхности по данным АСМ; $\langle F \rangle$ — средняя относительная разность ширины кривой качания (0004) слоя GaN и слоя на стандартной подложке, см. формулу (1); σ — дисперсия величины $\langle F \rangle$; n — число опытов.

После предварительных процедур высокотемпературного отжига и „нитридации“ поверхности подложки выращивали буферный слой AlN или GaN толщиной ~ 20 нм. Далее проводили отжиг буферного слоя и наращивание основного слоя GaN при температуре от 1000 до 1100°C.

4. Сравнительный анализ слоев

По данным рентгеновской дифрактометрии пленки представляют собой эпитаксиальный мозаичный монокристалл гексагональной модификации α -GaN (0001). В спектрах $\theta/2\theta$ -сканирования присутствуют только пи-

ки подложки и эпитаксиального слоя. Ширина кривой качания GaN (0004) на настоящем уровне отработки технологии составляет $\text{FWHM} = 0.06^\circ$, что, по литературным данным, соответствует качеству кристалла, которое достаточно для большинства приложений [3].

Анализ данных вторично-ионной масс-спектропии свидетельствуют об однородности состава GaN по всей толщине слоя. Однако следует отметить наличие сильной диффузии алюминия из буферного подслоя AlN в процессах с таким подслоем.

Прямое сравнение подложек по качеству слоев GaN было невозможно, поскольку при отработке режимов параметры менялись от процесса к процессу. Поэтому

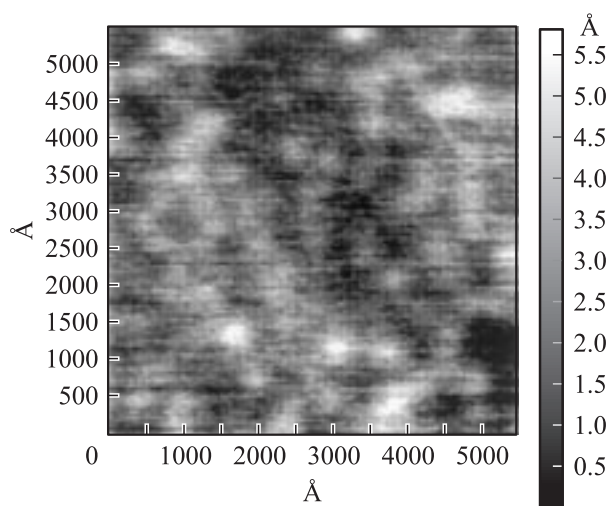


Рис. 1. АСМ-изображение поверхности подложки BN024.

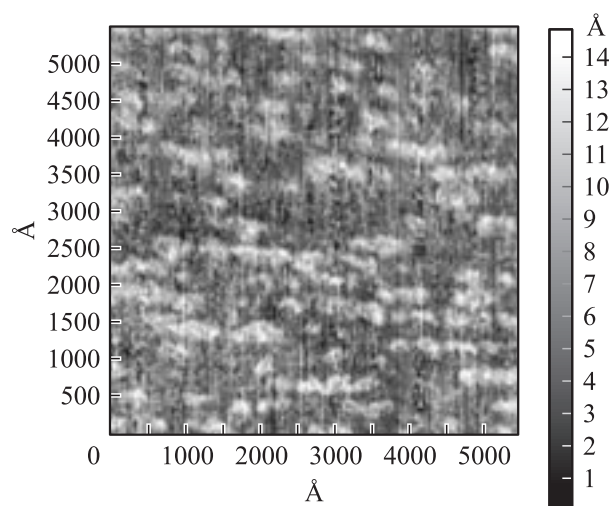


Рис. 2. АСМ-изображение поверхности подложки BV024.

был использован метод эталона. В каждый опыт закладывались две подложки — одна из исследуемой серии, другая из одной и той же партии во всех опытах. Эталонные подложки имели некоторое стандартное качество и позволили сравнить между собой экспериментальные партии подложек. В качестве численного параметра использовали относительную разность ширины рентгенодифракционных кривых качания слоев GaN (0004) на двух подложках

$$F = 2(\text{FWHMs} - \text{FWHM})/(\text{FWHMs} + \text{FWHM}), \quad (1)$$

где FWHMs — ширина кривой качания GaN (0004) на эталонной подложке. Имея набор значений F в серии, вычисляли среднее $\langle F \rangle$ и дисперсию σ .

Результаты, приведенные в таблице, показывают, что статистически значимое снижение $\langle F \rangle$ дали только подложки BV018 с отклонением среза 0.3° . В других случаях наблюдается либо увеличение, либо снижение, которое, однако, не превышало величину дисперсии. Интенсивность линии фотолюминесценции сильно менялась по поверхности слоя, что не позволило различать слои по этому параметру. Таблица показывает также, что статистику удалось набрать не для всех серий. Кроме того, величина FWHM за время проведения экспериментов снизилась с 1° до менее чем 0.1° , что повлияло на величину дисперсии. По-видимому, более корректной будет процедура сравнения подложек в условиях хорошо отработанного процесса с подстройкой параметров под каждый тип подложек индивидуально. Эффект влияния подложки трудно также выделить потому, что режимы роста буферного подслоя оказывают очень сильное влияние на качество слоя GaN. По литературным данным, это связано с тем, что буфер или даже просто несколько многослоев Al задают полярность ростовой поверхности последующего слоя GaN. Направление [0001] в кристалле GaN — полярное, и Ga-поверхность роста (0001) дает более совершенный кристалл, чем N-поверхность (000 $\bar{1}$) [4].

Следует отметить, что ранее проведенный переход на подложки стандартного качества от старых подложек, выпущенных несколько лет тому назад, дал четко регистрируемое улучшение качества слоев, $F > 0.5$.

5. Заключение

В работе исследовано влияние некоторых видов обработки сапфировой подложки на свойства слоев нитрида галлия, полученных методом металлоорганической газофазной эпитаксии.

Шероховатость лицевой поверхности подложек, измеренная АСМ в поле $0.5 \times 0.5 \text{ мкм}^2$, не превышает 0.2 нм и в большинстве случаев несколько ниже для подложек, отожженных при низких температурах. На многих подложках четко видны разделенные террасами ступени, связанные с вицинальным атомным строением поверхности пластины.

Результаты показывают, что статистически значимое снижение ширины рентгенодифракционных кривых качания слоев GaN (0004) дали подложки с отклонением среза 0.3° без малоугловых границ и отожженные после резки при высокой температуре. В других случаях наблюдается либо увеличение, либо снижение, которое, однако, ниже дисперсии.

Список литературы

- [1] T. Someya, K. Hoshino, Y. Arakawa. Appl. Phys. Lett., **79**, 1992 (2001).
- [2] Ю.Г. Носов, Л.И. Деркаченко. ЖТФ, **73** (10), 139 (2003).
- [3] R. Dimitrov, M. Murphy, J. Smart, W. Schaff, J.R. Shealy, L.F. Eastman. J. Appl. Phys., **87**, 3375 (2000).
- [4] D.H. Lim, K. Xu, S. Arima, A. Yoshikawa, K. Takahashi. J. Appl. Phys., **91**, 6461 (2002).

Редактор Л.В. Шаронова

Effect of a sapphire substrate on the quality of GaN layers

Yu.N. Drozdov, N.V. Vostokov, D.M. Gaponova, V.M. Daniltsev, M.N. Drozdov, O.I. Khrykin, A.S. Filimonov, V.I. Shashkin*

Institute for Physics of Microstructures
Russian Academy of Sciences,
603950 Nizhny Novgorod, Russia

* The „Monocrystal“ Works,
355044 Stavropol, Russia

Abstract Several approaches to the treatment of sapphire substrates for the metal organic vapor phase epitaxy have been examined. The effect of the treatment on the parameters of GaN epilayers is shown.