

05

Рост методом Чохральского полуизолирующих объемных кристаллов β -Ga₂O₃, легированных железом, с удельным сопротивлением 160 GΩ · см

© Д.А. Бауман¹, Д.Ю. Панов¹, В.А. Спиридонов¹, П.А. Богданов¹, А.Ю. Иванов¹, В.В. Лундин²,
Е.Ю. Лундина³, А.Ф. Цацульников^{2,4}, А.Е. Романов^{1,2}, П.Н. Брунков²

¹ Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия

² Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

³ ООО „Монолюм“, Санкт-Петербург, Россия

⁴ НТЦ микроэлектроники РАН, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: dabauman@itmo.ru

Поступило в Редакцию 2 октября 2024 г.

В окончательной редакции 5 ноября 2024 г.

Принято к публикации 8 ноября 2024 г.

Методом Чохральского выращены объемные кристаллы оксида галлия β -Ga₂O₃, легированные железом. Анализ спектров рентгеновской дифракции подтвердил присутствие только β -фазы и высокое кристаллическое качество. Измеренное удельное сопротивление составило 160 GΩ · см.

Ключевые слова: объемные кристаллы, оксид галлия, полуизолирующие подложки.

DOI: 10.61011/PJTF.2025.05.59907.20137

В настоящее время широкозонные полупроводники активно используются в таких высокотехнологичных и критически важных для экономики областях, как электроэнергетика, машиностроение, космическая техника, сенсорики. По сути, они являются основой современной силовой электроники и оптоэлектроники. В последнее десятилетие предметом особого интереса стало создание полупроводниковых приборов на основе оксида галлия, в первую очередь его наиболее стабильной β -фазы (β -Ga₂O₃). Этот материал обладает рядом преимуществ по сравнению с существующими широкозонными полупроводниками: большая ширина запрещенной зоны (4.8 eV [1]), высокое электрическое поле пробоя ($8 \text{ MV} \cdot \text{cm}^{-1}$ согласно теоретическим оценкам [2] и более $4 \text{ MV} \cdot \text{cm}^{-1}$ по экспериментально полученным данным [1]), достаточно высокая подвижность электронов (более $190 \text{ cm}^2/(\text{V} \cdot \text{s})$ [3]), прозрачность в УФ-диапазоне. Область его перспективного применения достаточно широка: в первую очередь это высоковольтные МОП-транзисторы (металл-оксид-полупроводник), солнечно-слепые фотоприемники УФ-излучения, диоды Шоттки, газовые сенсоры [4].

Одним из существенных преимуществ β -фазы оксида галлия является возможность получения относительно дешевых собственных подложек из объемных кристаллов, выращиваемых из расплава методами Чохральского [5], Степанова [6] или Бриджмена [7].

Сочетание возможности изготовления собственных подложек, с одной стороны, и значений характеристик, обеспечивающих возможность создания высоковольтных полевых транзисторов, с другой стороны, приводит к необходимости изготовления полуизолирующих подложек из оксида галлия с высокими значениями удельного

электрического сопротивления. Хорошо известно, что при изготовлении МОП-транзисторов с латеральной геометрией ключевым элементом является слой с высоким сопротивлением под каналом, который обеспечивает резкое отсечение тока в устройствах. Эта задача решается использованием полуизолирующей подложки для традиционных широкозонных полупроводников — карбида кремния [8] и нитрида галлия [9]. Есть примеры использования полуизолирующих подложек оксида галлия при изготовлении полевых транзисторов на основе β -Ga₂O₃ [10,11]. Поэтому важной является задача отработки технологии изготовления полуизолирующего оксида галлия с контролируруемыми значениями удельного сопротивления.

В настоящей работе методом Чохральского были получены образцы объемных кристаллов β -Ga₂O₃, легированных железом. Образцы продемонстрировали высокое кристаллическое качество материала и значительные величины удельного электрического сопротивления.

Объемные кристаллы были выращены в установке „Ника-3“ (ЭЗАН, Россия), предназначенной для выращивания кристаллов методами Чохральского и Степанова. Исходная шихта для расплава представляла собой порошок оксида галлия чистотой 99.999%. Для легирования в шихту был добавлен порошок оксида железа (Fe₂O₃) чистотой 99.99%. Массовая доля железа в шихте составила 0.011%. Рост проводился при температуре около 1850 °С и давлении 1.4 бар в смеси газов (Ar+O₂), содержание кислорода в ростовой атмосфере составляло около 5 vol.%. Скорость вытягивания кристалла из расплава составляла 0.15 mm/min. Для анализа и измерений из центральной части выращенного объемного кристалла (були) была выколота

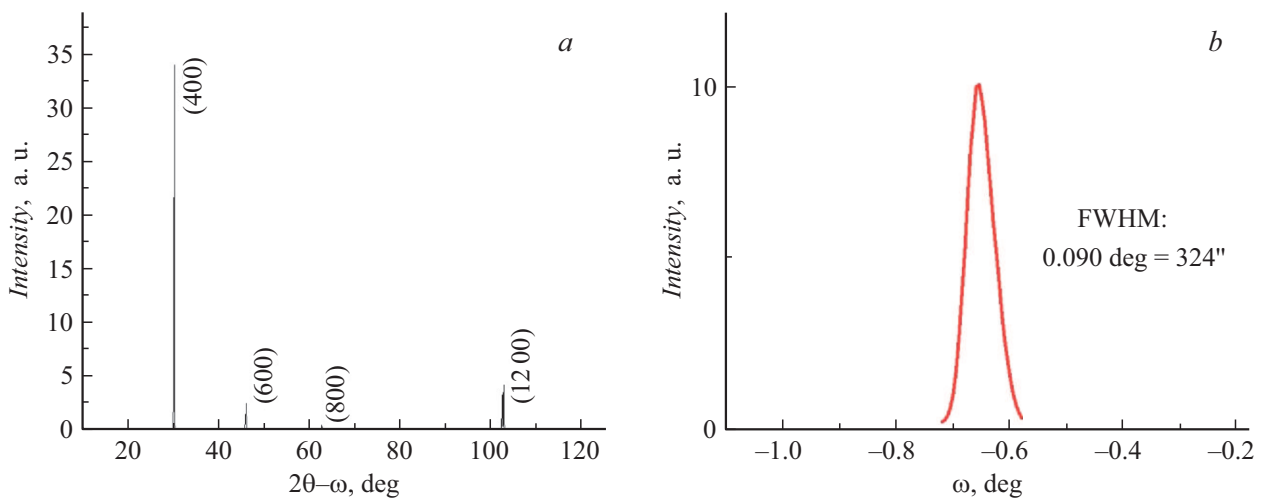


Рис. 1. Спектры рентгеновской дифракции образца $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3\text{:Fe}$. *a* — $2\theta-\omega$ -кривая, соответствующая β -фазе оксида галлия, *b* — кривая качания для отражения от плоскости (400).

вдоль кристаллографической плоскости (100) пластина толщиной 0.5 mm с линейными размерами 10×10 mm. Метод выкалывания подробно описан в работе [12]. Кристаллическое качество полученного материала было исследовано методом рентгеновской дифрактометрии на установке ДРОН-8 (НПО „Буревестник“, Россия) в узкощелевой конфигурации с острофокусной трубкой с медным анодом и сцинтилляционным детектором NaI (Tl) и Ni-фильтром. Спектры пропускания были получены на спектрофотометре AvaSpec-2048. Вольт-амперные характеристики (ВАХ) были получены с помощью вольтамперметра Keithley 6487 (нижний предел измерений по току — 10^{-12} А). Омические контакты Ti/Au формировались методом термического напыления в вакууме. Давление в камере на момент начала напыления составляло $8.7 \cdot 10^{-10}$ бар. После напыления контактных слоев производилось их вжигание в азотной атмосфере при температуре 600°C .

Кривые рентгеновской дифракции, полученные на выколоте для анализа пластине, приведены на рис. 1. Кривая $2\theta-\omega$ подтверждает наличие в кристалле только β -фазы оксида галлия. Полуширина рентгеновской кривой качания при отражении от плоскости (400) составила 0.059 deg, что свидетельствует о достаточно высоком кристаллическом качестве.

Как известно, объемные кристаллы $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, выращенные из расплава без специального легирования, обладают фоновым легированием n -типа за счет вхождения в кристалл кремния из исходной шихты. Наши оценки показали, что фоновая концентрация электронов n в выращенном кристалле при этом составляет $5 \cdot 10^{17} - 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Измерения были выполнены с использованием эффекта Холла четырехзондовым методом ван дер Пау на выборке из пяти нелегированных (непреднамеренно легированных) образцов $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$, в виде тонких (толщиной 0.3–0.4 mm) пластин с усреднением по площади образцов. Поэтому изготовление

полуизолирующего материала сводится к необходимости компенсации доноров и связыванию свободных электронов правильно подобранной акцепторной примесью. Исходя из этого было подобрано количество железа в расплаве: по возможности минимизировать количество примеси, которое при этом гарантированно компенсирует донорную примесь и имеющиеся электроны.

На рис. 2, *a* приведены спектры оптического пропускания $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3\text{:Fe}$, на рис. 2, *b* — коэффициент поглощения. Нетрудно заметить отсутствие снижения коэффициента пропускания в области длинных волн, характерное для нелегированного (непреднамеренно легированного) $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ [5,13] и связанное с поглощением на свободных электронах. Это качественно подтверждает связывание свободных электронов акцепторной примесью Fe в полученном кристалле.

Для оценки удельного электрического сопротивления была получена ВАХ. В первых экспериментах для получения ВАХ контакты наносились рядом на одну сторону образца, а расстояние между ними было порядка сотен микрометров. Однако удельное сопротивление образца оказалось столь велико, что при такой геометрии контактов было затруднительно получить достоверные результаты, поскольку значения силы тока оказались в области предела чувствительности приборов. Уменьшение расстояния между контактами до единиц микрометров неизбежно потребовало бы нанесения защитных покрытий, гарантированно подавляющих утечки по поверхности, поэтому мы перешли к измерениям при протекании тока поперек тонкого образца. Для этого от образца был механически отделен тонкий ($30 \mu\text{m}$) слой, на одну его сторону напылен сплошной контакт, потом через теньевую маску на другую сторону образца были напылены круглые контактные площадки диаметром около 1.2 mm. Путь тока между контактами через объем материала при этом составлял десятки микрометров, а по поверхности — миллиметры. Поэтому поверхност-

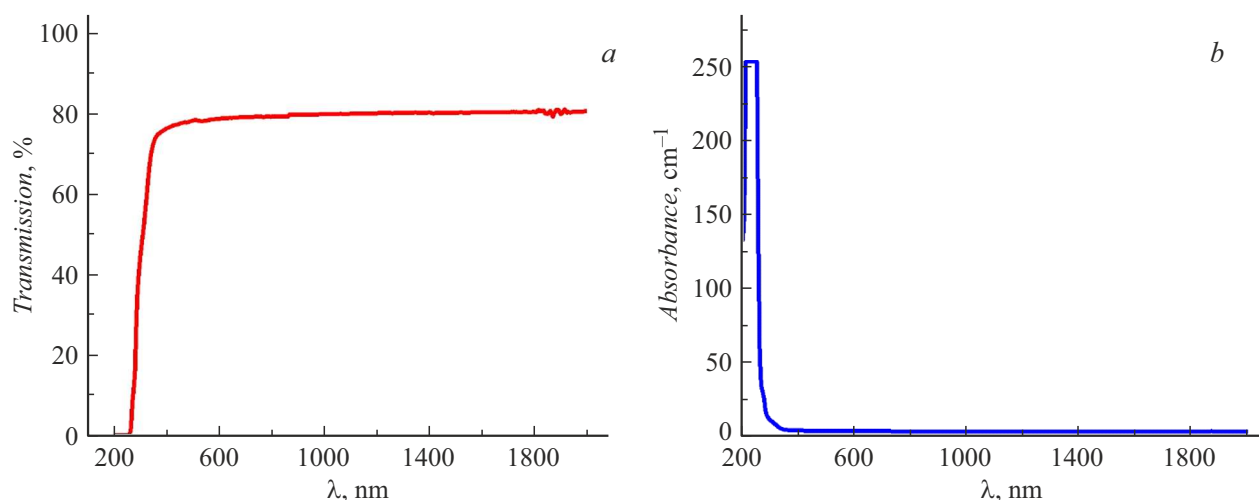


Рис. 2. Оптические характеристики образца $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3\text{:Fe}$. *a* — спектр оптического пропускания, *b* — коэффициент поглощения.

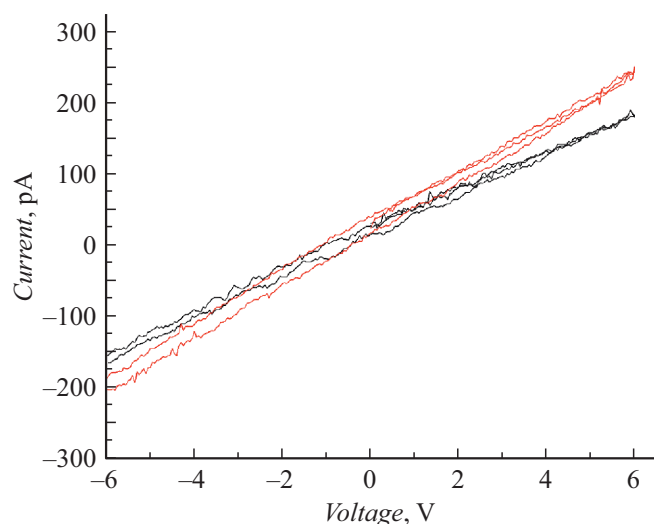


Рис. 3. Вольт-амперные характеристики, полученные на тонком образце. Направление тока — вдоль кристаллографического направления [100].

ный ток оказывался пренебрежимо малым по сравнению с измеряемым поперечным током. Полученная зависимость тока от напряжения приведена на рис. 3.

Расчет с учетом геометрии контактов и данных ВАХ дает значение удельного сопротивления $160 \text{ G}\Omega \cdot \text{cm}$. Это превосходит типичные значения удельного сопротивления серийно производимых полуизолирующих подложек $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ [14] и достаточно для изготовления высоковольтных МОП-транзисторов.

Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Российского научно-го фонда (проект № 24-12-00229).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] J.A. Spencer, A.L. Mock, A.G. Jacobs, M. Schubert, Y. Zhang, M.J. Tadjer, *Appl. Phys. Rev.*, **9**, 011315 (2022). DOI: 10.1063/5.0078037
- [2] Shivani, D. Kaur, A. Ghosh, M. Kumar, *Mater. Today Commun.*, **33**, 104244 (2022). DOI: 10.1016/j.mtcomm.2022.104244
- [3] A. Bhattacharyya, C. Peterson, T. Itoh, S. Roy, J. Cooke, S. Rebollo, P. Ranga, B. Sensale-Rodriguez, S. Krishnamoorthy, *APL Mater.*, **11** (2), 021110 (2023). DOI: 10.1063/5.0137666
- [4] A.A. Petrenko, Ya.N. Kovach, D.A. Bauman, M.A. Odnoblyudov, V.E. Bougrov, A.E. Romanov. *Rev. Adv. Mater. Tech.*, **3** (2), 1 (2021). DOI: 10.17586/2687-0568-2021-3-2-1-26
- [5] Д.А. Закгейм, Д.Ю. Панов, В.А. Спиридонов, А.В. Кремлева, А.М. Смирнов, Д.А. Бауман, А.Е. Романов, М.А. Оdnoblyudov, В.Е. Бугров, *Письма в ЖТФ*, **46** (22), 43 (2020). DOI: 10.21883/PJTF.2020.22.50308.18499 [D.A. Zakgeim, D.I. Panov, V.A. Spiridonov, A.V. Kremleva, A.M. Smirnov, D.A. Bauman, A.E. Romanov, M.A. Odnoblyudov, V.E. Bougrov, *Tech. Phys. Lett.*, **46**, 1144 (2020). DOI: 10.1134/S1063785020110292].
- [6] D.A. Bauman, D.I. Panov, V.A. Spiridonov, A.V. Kremleva, A.E. Romanov, *Func. Mater. Lett.*, **16** (7), 2340026 (2023). DOI: 10.1142/S179360472340026X
- [7] E. Ohba, T. Kobayashi, T. Taishi, K. Hoshikawa, *J. Cryst. Growth*, **556**, 125990 (2021). DOI: 10.1016/j.jcrysro.2020.125990
- [8] C.-W. Su, T.-W. Wang, M.-C. Wu, C.-J. Ko, J.-B. Huang, *Solid-State Electron.*, **179**, 107980 (2021). DOI: 10.1016/j.sse.2021.107980
- [9] D. Tanaka, K. Iso, R. Makisako, Y. Ando, J. Suda, *IEEE Trans. Electron Dev.*, **71** (5), 3096 (2024). DOI: 10.1109/TED.2024.3375837

- [10] A. Bhattacharyya, S. Sharma, F. Alema, P. Ranga, S. Roy, C. Peterson, G. Seryogin, A. Osinsky, U. Singiseti, S. Krishnamoorthy, *Appl. Phys. Express*, **15**, 061001 (2022). DOI: 10.48550/arXiv.2201.10028
- [11] M.J. Tadjer, F. Alema, A. Osinsky, M.A. Mastro, N. Nepal, J.M. Woodward, R.L. Myers-Ward, E.R. Glaser, J.A. Freitas, Jr., A.G. Jacobs, J.C. Gallagher, A.L. Mock, D.J. Pennachio, J. Hajzus, M. Ebrish, T.J. Anderson, K.D. Hobart, J.K. Hite, C.R. Eddy, Jr., *J. Phys. D*, **54**, 034005 (2021). DOI: 10.1088/1361-6463/abbc96
- [12] D.A. Bauman, D.Iu. Panov, D.A. Zakgeim, V.A. Spiridonov, A.V. Kremleva, A.A. Petrenko, P.N. Brunkov, N.D. Prasolov, A.V. Nashchekin, A.M. Smirnov, M.A. Odnoblyudov, V.E. Bougrov, A.E. Romanov, *Phys. Status Solidi A*, **218**, 2100335 (2021). DOI: 10.1002/pssa.202100335
- [13] Z. Galazka, *J. Appl. Phys.*, **131**, 031103 (2022). DOI: 10.1063/5.0076962
- [14] <https://www.novelcrystal.co.jp/eng/wp-content/uploads/2024/08/5025c6a8c3a3723c996927ee1e3e7fa9.pdf>