

06;12

Объемные слои GaN, выращенные на оксидированном кремнии эпитаксией из газовой фазы в хлоридной системе

© Ю.В. Жилияев, С.Д. Раевский, Д.З. Грабко, Д.С. Леу,
М.Е. Компан, Ш.А. Юсупова, М.П. Щеглов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург
Государственный университет Молдовы, Кишинев
Академия наук Молдовы, Кишинев
E-mail: sh_yusupova@mail.ru

Поступило в Редакцию 10 декабря 2004 г.

Объемные слои GaN толщиной до 1.5 mm и диаметром 50 mm выращены газофазной эпитаксией в хлоридной системе (HVPE) на вращающейся кремниевой подложке в горизонтальном реакторе. Полуширина кривой качания рентгеновской дифракции (ω_θ) для лучших образцов составила 27° , концентрация носителей $\sim 8 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, подвижность $\sim 50 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$, спектр фотолюминесценции характеризуется краевой полосой излучения. Слои отличаются высокой прочностью $H_V = 14 \text{ GPa}$.

Введение. Нитрид галлия перспективен для применения в оптоэлектронике и для создания высокотемпературных, высокочастотных, акустоэлектронных и других приборов. На его основе созданы светодиоды и лазеры высокой эффективности. Излучающие структуры таких приборов в основном были выращены на сапфире и SiC. Из-за несоответствия постоянных кристаллических решеток, коэффициентов термического расширения нитрида галлия и подложки выращенные структуры напряжены и имеют большое количество дефектов. Это отрицательно влияет на эффективность и надежность созданных приборов и является главной проблемой, возникающей при разработке и производстве приборов на основе GaN. Наилучшим решением данной проблемы было бы использование собственной подложки GaN.

Цель настоящей работы состояла в получении однородных по толщине слоев GaN на кремниевых 2-дюймовых подложках.

Эксперимент. Слои нитрида галлия выращивали в горизонтальном реакторе на подложках оксидированного кремния $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ и на $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$. Исследовалось влияние скорости вращения подложки на однородность GaN слоев. В качестве исходных веществ использовали водород, аммиак, галлий, хлористый водород. Рост осуществлялся в два этапа: на первом этапе выращивали буферный слой при 800 К, на втором — слой GaN при более высокой температуре. На всех этапах роста Ga-источник находился при 1120 К. Соотношение потоков H_2/NH_3 было $\sim 2/1$. Расход аммиака составлял 1 л/мин, а хлористого водорода над Ga-источником в пределах 20–50 мл/мин. Реагенты вводились в зону роста из форсунок разной геометрической конфигурации и направляли под разными углами к плоскости роста вращающейся подложки. Вращение подложки осуществлялось потоком водорода.

Полученные кристаллы GaN изучались методами оптической и электронной микроскопии. Структуру кристаллов исследовали методом рентгеновской двухкристальной дифрактометрии (XRD), а электрические свойства — методом Ван-дер-Пау. Для изучения механических свойств использовался метод Виккерса.

Результаты и их обсуждение. При выращивании слоев нитрида галлия в горизонтальном реакторе методом HVPE (Hydride Vapor Phase Epitaxy) потоки реагирующих газов вводят в зону роста обычно параллельно поверхности подложек. Вследствие высоких скоростей роста GaN концентрация галлиевых реагентов, начиная с момента смешивания с аммиаком, резко убывает, что приводит к резкому уменьшению скорости роста вдоль газового потока. Значительная неоднородность слоев по толщине имеет место и в направлении, перпендикулярном газовому потоку. Использование для подачи одного из реагентов (аммиака или хлорида галлия) кварцевых трубок с прямоугольными сечениями только частично выравнивает неоднородность слоя в поперечном сечении и не оказывает существенного влияния в продольном. Уменьшение поперечного сечения реактора (для увеличения средней скорости газового потока) при постоянном расходе реагентов или уменьшение поперечного сечения выхода трубок (сопла) подачи аммиака не приводит к улучшению однородности слоев по толщине вдоль газового потока. На рис. 1 приведены зависимости скорости роста слоев (V) как функция расстояния (X) от края сопла подачи аммиака при постоянных расходах H_2 , NH_3 и HCl и различных поперечных сечениях (S) этих сопел. Графики характеризуются двумя

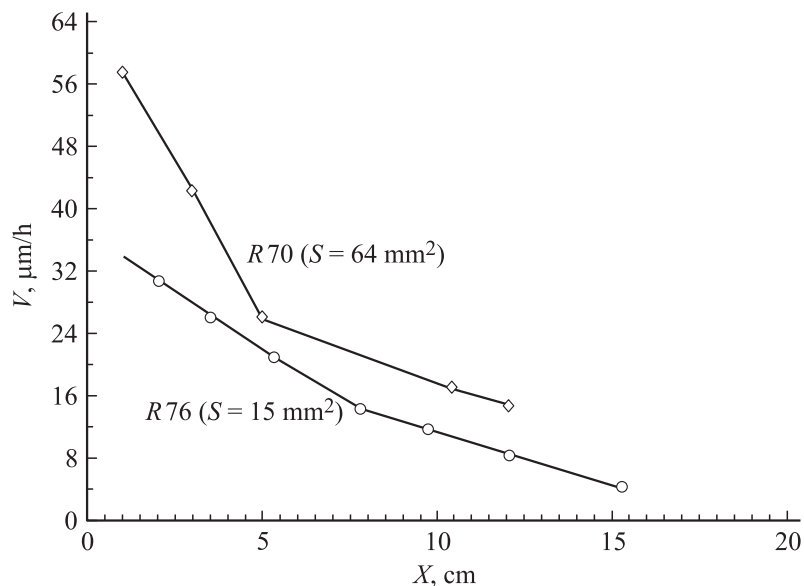


Рис. 1. Зависимость скорости роста GaN от расстояния вдоль газового потока для сопел подачи аммиака из различного сечения.

близкими к линейным участками. Наклон на участке вблизи выхода реагентов несколько больше и возрастает с увеличением площади поперечного сечения этого выхода. Концентрация реагентов вблизи сопла максимальная и соответственно скорость роста наибольшая. Высокая скорость реакции истощает компоненту с минимальной концентрацией и вызывает резкий спад скорости роста. При уменьшении S скорость подачи NH_3 растет, наклоны графика $V(X)$ сближаются и одновременно уменьшается средняя скорость осаждения. Проведенные исследования показывают, что при статическом расположении подложек в горизонтальном реакторе даже при наиболее оптимальных условиях роста толщину слоя удается стабилизировать в пределах 50% на длине 50 mm вдоль газового потока.

Более однородные слои получают при вращении подложки. Ранее такой способ использовали при выращивании слоев GaN в вертикальном реакторе, а вращение подложки осуществляли механически [1].

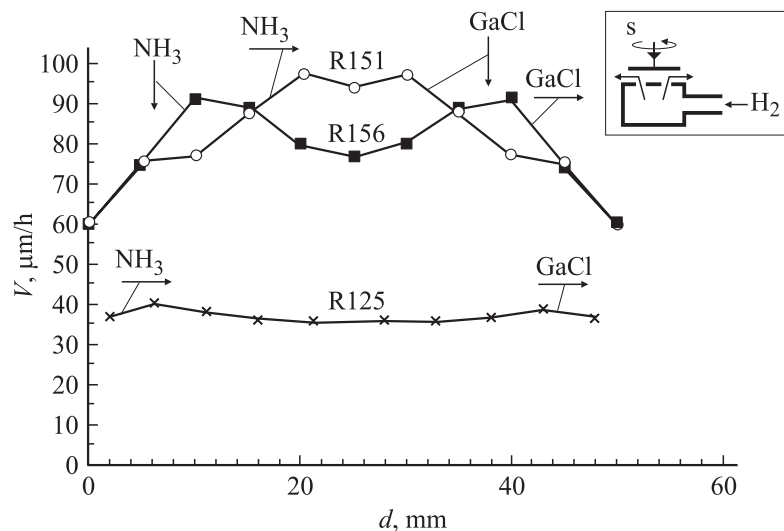


Рис. 2. Распределение скоростей роста слоев GaN по диаметру при росте на вращающихся подложках. На вставке схема вращения подложки (s).

В настоящей работе подложки вращали потоком водорода, что упрощает конструкцию реактора (см. вставку рис. 2). Кроме того, вращение подложки на газовой амортизирующей подушке снижает влияние вибраций установки на процесс зародышеобразования и роста.

На рис. 2 представлены зависимости скорости роста слоев GaN по диаметру вращающихся подложек от геометрии подачи реагентов в зону роста. Для образца R151 (толщина слоя $650 \pm 90 \mu\text{m}$) потока NH_3 направлен параллельно, а поток хлорида галлия — перпендикулярно плоскости подложки. Для образца R156 ($630 \pm 70 \mu\text{m}$) поток аммиака поступал перпендикулярно, а хлорид галлия параллельно подложке. Для опыта R125 ($150 \pm 5 \mu\text{m}$) все потоки поступали параллельно поверхности подложки. Отклонение толщин слоев от среднего значения составляет соответственно 14; 11 и 3.3%. Даже если потоки NH_3 и GaCl направить перпендикулярно поверхности подложки, это отклонение не превосходит 15%. Таким образом, во всех вариантах подачи NH_3 и GaCl

вращение подложки в процессе осаждения приводит к существенному улучшению однородности скорости роста слоев GaN.

Оказалось, что при малых скоростях вращения подложки ее плоскость колеблется по отношению к направлению газового потока, что отрицательно влияет на процесс осаждения. В результате слой на двухдвоймовой подложке вырастает в виде усеченного эллипсоида. При достижении скорости вращения 120 rot/min и более однородность роста GaN становится такой, как показано на рис. 2. Кроме того, при расходе водорода, вращающего подложку, более ~ 1 l/min происходит оттеснение реагентов галлия и NH_3 от края подложки. В результате ее край не зарастает слоем нитрида галлия, что приводит, с одной стороны, к уменьшению диаметра выращенного слоя, а с другой — к уменьшению дефектов, вызванных шероховатостью края подложек.

Кристаллическое совершенство слоев GaN, выращиваемых на оксидированных кремниевых подложках, улучшается с увеличением толщины растущего слоя. Этот эффект вообще-то известен [2], но для слоев, выращенных на сапфировых подложках. На подложках оксидированного кремния были получены слои толщиной порядка 1 mm. ω_θ таких слоев при продолжительности роста около 10 h достигает $\sim 1.5^\circ$, а при продолжительности роста 5 h — $\omega_\theta \sim 4-5^\circ$. Таким образом, процесс улучшения кристаллических свойств GaN продолжается в течение всего процесса роста.

Определена критическая толщина ($\leq 300 \mu\text{m}$) слоя GaN, при которой структура подложка–слой из-за различия коэффициентов термического расширения кремния и нитрида галлия при охлаждении не разрушается. Удаляя с таких структур кремниевую подложку травлением, получаем GaN подложку, на которой затем выращивается слой GaN толщиной ~ 1.5 mm. Шлифовкой-полировкой таких слоев получены зеркально-гладкие объемные слои GaN толщиной до 1 mm, которые могут быть использованы в дальнейшем в качестве подложки. Они полупрозрачные, имеют коричневую окраску, характерную для сильнолегированного GaN.

Электрические параметры слоев определяли из холловских измерений при комнатной температуре. GaN-подложка обладает n -типом проводимости с концентрацией носителей $\sim 8 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ и подвижностью $\sim 1 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$. После 4-часового отжига в аммиаке при температуре роста концентрация носителей не изменялась, а подвижность увеличилась до $20 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$, а подвижность носителей в объемном слое составляла

$50 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$. Такое увеличение подвижности объемного слоя по сравнению с подвижностью в отожженном исходном слое, по-видимому, вызвано предысторией получения (заращивание на гомоподложке, более длительный отжиг в аммиаке в процессе роста).

В спектрах фотолюминесценции выращенных слоев GaN наблюдается краевая полоса с максимумом вблизи 3.48 eV, характерная для кристаллов GaN.

Механические свойства слоев исследовали методом Виккерса при нагрузках на индентор в пределах 0.25–1 N. Микротвердость (H_V) измеряли для буферной и лицевой сторон слоев GaN. Разброс значений H_V по поверхности слоев находится в пределах точности измерения, что свидетельствует о механической однородности слоев. Микротвердость буферной стороны GaN подложки $\sim 12 \text{ GPa}$, а лицевой — $\sim 14 \text{ GPa}$. Такое же значение получено и для полированных объемных слоев. При всех использованных нагрузках формировались четкие отпечатки на поверхности GaN-слоя, чем демонстрируется высокая пластичность исследованных кристаллов.

Выводы. Таким образом, эпитаксией из газовой фазы в хлоридной системе получены однородные по толщине объемные слои GaN (1.5 mm) на вращающихся кремниевых 2-дюймовых подложках.

Список литературы

- [1] Molnar R.J., Gotz W., Romano L.T., Johnson N.M. // J. Cryst. Growth. 1997. V. 178. P. 147–156.
- [2] Tavernier P.R., Eitzkorn E.V., Wang Y., Clarke D.R. // Appl. Phys. Lett. V. 77. N 12. P. 1804–1806.