

05:06

## **Коллективные эффекты в системе структурных дефектов нитрида галлия в условиях гомоэпитаксии на пористой подложке**

© М.Г. Мынбаева, А.Е. Николаев, А.А. Ситникова,  
Р.В. Золотарева, К.Д. Мынбаев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург  
ООО „Совершенные кристаллы“, Санкт-Петербург  
E-mail: mgm@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 26 декабря 2011 г.

Приводятся результаты экспериментов по гомоэпитаксии нитрида галлия на подложки с наноструктурированным объемом. Впервые сообщается о механизме, позволяющем исключить дислокации подложки из числа источников прорастающих дислокаций в наращиваемых на ней гомоэпитаксиальных слоях.

В данном сообщении представлены экспериментальные результаты в области реализации контроля над процессами дефектообразования в полупроводниковых материалах, получаемых методом эпитаксии при использовании подложки с наноструктурированным объемом. Ранее уже отмечалась эффективность использования пористых подложек для снижения плотности ростовых дислокаций и микротрубок (винтовых супердислокаций с полым ядром) при гомоэпитаксиальном выращивании карбида кремния [1,2]. В представляемой работе сообщается о впервые выявленном механизме, позволяющем исключить дислокации подложки из числа источников прорастающих дислокаций в наращиваемых на ней гомоэпитаксиальных слоях нитрида галлия.

Объектами исследований служили пластины нитрида галлия, полученные методом хлорид-гидридной эпитаксии (ХГЭ) (free-standing GaN [3]), и выращенные тем же методом гомоэпитаксиальные слои GaN. Для получения подложек с наноструктурированным объемом был использован метод анодизации, позволяющий формировать в объеме полупроводникового материала пористую структуру [4]. Исследования свойств исходных пластин GaN, полученных на их основе

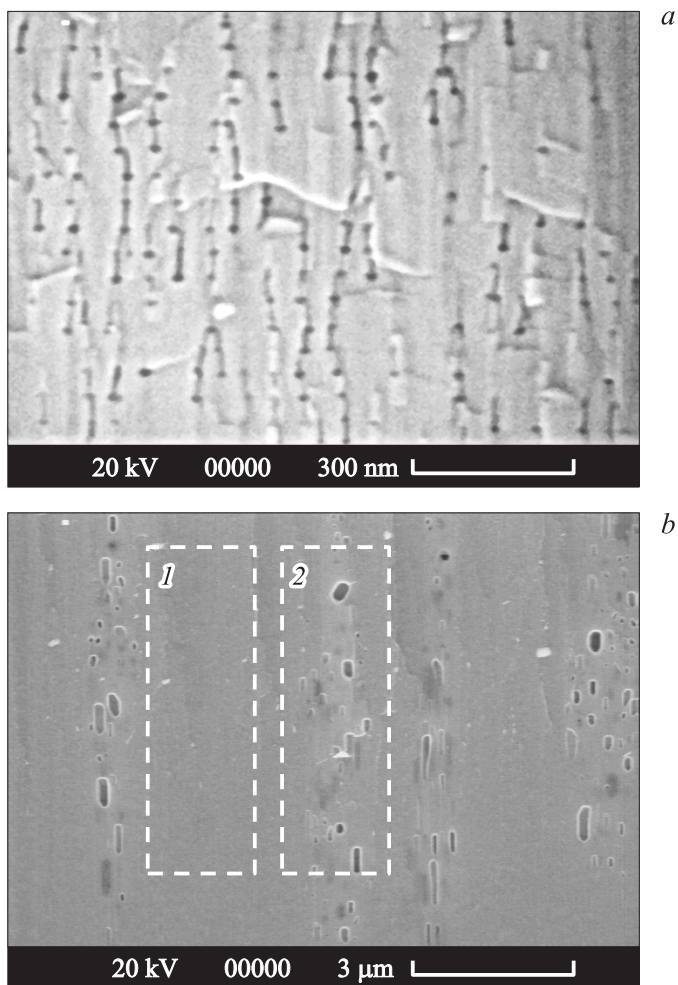
наноструктурированных подложек и выращенных гомоэпитаксиальных слоев проводились методами сканирующей (СЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии, энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС), оже-электронной спектроскопии (ОЭС) и масс-спектроскопии вторичных ионов (ВИМС), а также фотolumинесценции (ФЛ).

На рис. 1, *a* представлено СЭМ-изображение поперечного скола пластины GaN, подвергнутой анодизации. Из рисунка видно, что в результате проведенной обработки в объеме материала сформировалась нанопористая структура, образованная каналами пор со средним размером поперечного сечения порядка 10 nm.

Проведенные сравнительные измерения низкотемпературной (температура  $T = 77$  K) ФЛ и ВИМС не выявили изменений свойств образованного пористого материала относительно исходной пластины free-standing нитрида галлия. В спектрах ФЛ и пористого, и исходного материалов доминировала линия связанного экситона (DBE) с максимумом, соответствовавшим энергии 3.457 eV. Анализ, проведенный методами ОЭС и ВИМС, показал, что и на поверхности, и в объеме пористого материала сохраняется стехиометрия GaN. Параметр решетки  $c$ , определенный методом ПЭМ-дифракционного анализа, для исходных и анодизированных образцов составлял величину  $2.61 \pm 0.02$  Å и  $2.60 \pm 0.02$  Å соответственно.

Выращивание эпитаксиальных слоев (ЭС) GaN методом ХГЭ проводилось при атмосферном давлении в горизонтальном реакторе, помещенном в многозонную печь с резистивным нагревом [5]. Перед началом ростового процесса помещенные в реактор подложки нагревались до температуры 800–900°C в атмосфере аргона в течение 5–10 min. Рост осуществлялся при температурах 900–1000°C. Толщина наращиваемых слоев составляла 1–3 μm.

Данные исследований, проведенных методами СЭМ и ПЭМ, и представленные на рис. 1, *b* и 2 показывают, что в результате высокотемпературного нагрева в условиях эпитаксиального процесса в структуре пористого материала подложки наблюдаются изменения, характерные для пористых полупроводников, подвергнутых отжигу. Эти изменения заключаются в дефрагментации исходных каналов, сопровождающейся образованием замкнутых пор, и могут быть отнесены к известному явлению огрубления структуры пористых твердых тел в условиях внешних воздействий [6].



**Рис. 1.** СЭМ-изображение скола образца наноструктурированной подложки до (a) и после (b) проведения процесса эпитаксии. Цифрами 1, 2 и рамочным выделением обозначены области с микро- и макропористой структурой соответственно.

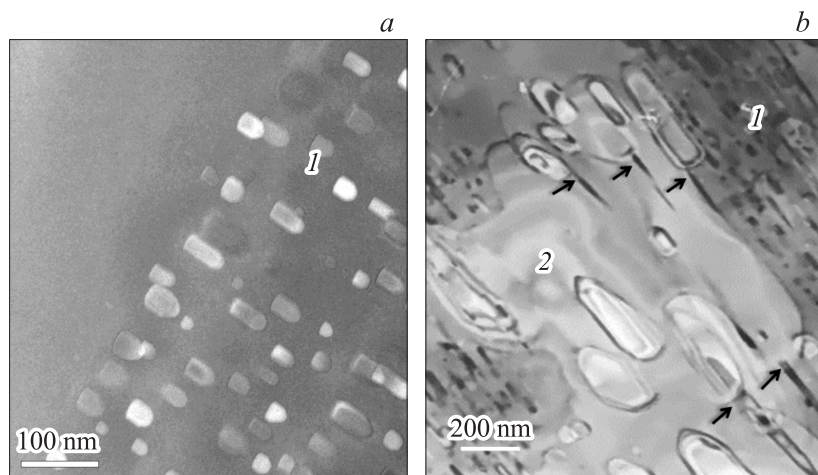
Особенностью огрубления структуры пористого GaN (по сравнению, например, с пористым SiC), оказалась масштабная неоднородность структурных изменений, произошедших в его объеме. Как видно на рис. 1, *b*, в материале имеются локальные области, содержащие крупные сфероидные поры. Такие макропоры составляют „цепочки“, пронизывающие пористый слой, структура которого образована ограниченными микропорами.

Исследование, проведенное методом ЭДС, выявило повышенное (до значений 12 at.%) содержание кислорода в областях, содержащих крупные поры, по сравнению с основным объемом пористой подложки, где содержание кислорода было на уровне 1.7–2.5 at.%. Полученные данные указывали на то, что области пористого объема подложки, содержащие макропоры, могут соответствовать местам расположения дислокаций в исходных пластинах GaN [7,8]. Детальное изучение модифицированной структуры пористых подложек, проведенное методом ПЭМ, показало, что в областях, содержащих сфероидные поры, действительно присутствуют множественные дислокационные сегменты. В то же время в областях подложки с микропористой структурой дислокаций выявлено не было.

На рис. 2 представлены ПЭМ-изображения, полученные вблизи границы раздела пористая подложка/ЭС для указанных областей. На рис. 2, *a* показана область интерфейса в области подложки с микропористой структурой. На рис. 2, *b* показана область подложки с макропорами, непосредственно прилегающая к границе роста. Видно, что сформировавшиеся крупные поры служат центрами закрепления дислокационных сегментов.

ПЭМ-анализ структуры эпитаксиальных слоев нитрида галлия, выращенных на пористых подложках, не выявил присутствия в ЭС дислокаций. С учетом разрешающей способности метода плотность дислокаций в выращенных слоях можно оценить как величину порядка  $10^5 \text{ см}^{-2}$ . В то же время плотность дислокаций в исходных образцах GaN составляла величину порядка  $10^6 \text{ см}^{-2}$ .

Интерпретация полученных данных может быть дана на основе представлений об огрублении структуры пористых тел как диффузионном явлении, обусловленном стремлением дисперсных систем к минимуму свободной поверхностной энергии. Так, известно, что при нагреве в твердом теле, содержащем поры, возникают градиенты химического потенциала вакансий, что является причиной возникновения направленных вакансионных потоков. Интенсивность этих потоков возрастает



**Рис. 2.** ПЭМ-изображения, полученные вблизи границы раздела пористая подложка/эпитаксиальный слой GaN для двух различных областей: *a* — для области подложки с микропористой структурой, *b* — для области подложки, содержащей макропористую структуру. Стрелками обозначены содержащиеся в подложке дислокации, закрепленные на макропорах, цифрами 1 и 2 — области с микро- и макропористой структурой.

вблизи дислокаций, где диффузия всегда идет интенсивнее. В потоке вакансий инициируются процессы переползания дислокаций вследствие поглощения ими неравновесных вакансий. В результате линии дислокаций могут терять устойчивость и приобретать конфигурацию дислокационных сегментов, а поглощенные дислокациями вакансии, в свою очередь, — образовывать ассоциаты, на границах которых происходит закрепление сегментов [9].

Таким образом, можно полагать, что самодиффузионные процессы, возникающие при нагреве подложки GaN с нанопористой структурой, приводят к возникновению коллективного эффекта, создаваемого ансамблем структурных дефектов, обуславливающего подавление распространения дислокаций из подложки в наращиваемый слой. Под коллективным эффектом в данном случае понимается ряд взаимообусловленных процессов, возникающих в ансамбле точечных (вакансии), линейных (дислокации) и объемных (ассоциаты вакансий, нано- и микропоры) структурных дефектов.

В заключение отметим, что полученные экспериментальные результаты, с одной стороны, могут способствовать разработке новых решений фундаментальных и актуальных прикладных задач материаловедения, направленных на создание способов управления структурой и свойствами полупроводниковых материалов, а с другой стороны, имеют конкретную практическую ценность, так как достигнутое в данной работе снижение плотности дислокаций в гомоэпитаксиальных слоях GaN до значения  $10^5 \text{ cm}^{-2}$  соответствует уровню, необходимому для дальнейшего развития технологии лазеров на основе нитридных соединений [10].

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“.

## Список литературы

- [1] *Mynbaeva M., Sadow S.E., Melnychuk G., Nikitina I., Scheglov M., Sitnikova A., Kuznetsov N., Mynbaev K., Dmitriev V.* // *Appl. Phys. Lett.* 2001. V. 78. N 1. P. 117.
- [2] *Argunova T.S., Gutkin M.Yu., Je J.H., Sorokin L.M., Mosina G.N., Savkina N.S., Shuman V.B., Lebedev A.A.* // *Mater. Sci. Forum.* 2004. V. 457–460. P. 363.
- [3] *Technology of Gallium Nitride Crystal Growth* // Springer Series in Materials Science. 2010. V. 133. 334 p.
- [4] *Mynbaeva M., Mynbaev K., Tsvetkov D.* // *Porous Silicon Carbide and Gallium Nitride: Epitaxy, Catalysis, and Biotechnology Applications. Ch. 7* / Ed. by R.M. Feenstra and C.E.C. Wood. London: John Wiley and Sons, 2008. P. 171.
- [5] *Melnik Yu.V., Nikolaev A.E., Stepanov S., Nikitina I.P., Vassilevski K., Ankudinov A., Musikhin Yu., Dmitriev V.A.* // *Mater. Sci. Forum.* 1998. V. 264–268. P. 1121.
- [6] *Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И.* Поры в твердом теле. М.: Энергоатомиздат, 1990. 376 с.
- [7] *Sun X.L., Goss S.H., Brillson L.J., Look D.C., Molnar R.J.* // *J. Appl. Phys.* 2002. V. 91. P. 6729.
- [8] *Hawkrige M.E., Chernsa D.* // *Appl. Phys. Lett.* 2005. V. 87. Art. 221903.
- [9] *Gutkin M.Yu., Sheinerman A.G., Smirnov M.A.* // *Mech. Mater.* 2009. V. 41. P. 905.
- [10] *Bliss D.F., Wang B., Mann M.* // 2011 Conference on Lasers and Electro-Optic (CLEO). Washington, DC, USA, Optical Society of America, 2011, AWA. 4.