

06

## Эпитаксия слоев AlN с высокой скоростью роста в планетарном МОС-гидридном реакторе

© В.В. Лундин, А.Е. Николаев, А.В. Сахаров, П.Н. Брунков,  
Е.Е. Заварин, А.Ф. Цацульников

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург  
E-mail: lundin.vpegroup@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 12 июля 2010 г.

Проведено исследование роста AlN на полупромышленной МОС-гидридной установке АИХ2000НТ. Продемонстрировано, что зависимость скорости роста от потока аммиака носит пороговый характер, что обусловлено возникновением паразитных реакций в газовой фазе. При оптимизированных режимах эпитаксиального роста продемонстрирована возможность выращивания AlN в планетарном реакторе со скоростью до  $8.6 \mu\text{m/h}$ .

В последние два десятилетия соединения III-N нашли широкое применение для создания множества электронных и оптоэлектронных приборов. Подавляющее большинство из них основано на гетероструктурах, состоящих из толстых слоев GaN и тонких (единицы или десятки нанометров) слоев InGaN и AlGaIn с содержанием индия и алюминия не более 30%. В отдельных случаях в конструкции приборных структур содержатся слои AlN (зародышевые, буферные или барьерные), однако также небольшой толщины. В то же время введение в конструкцию прибора толстых (единицы микрон) слоев AlN в качестве изолирующих буферных слоев или широкозонных окон для ввода и вывода излучения со стороны подложки позволяет улучшать параметры уже существующих приборов и создавать приборы новых типов. Как примеры можно привести транзисторы с высокой подвижностью электронов (HEMT) на проводящих подложках Si и SiC [1,2] и светодиоды глубокого ультрафиолетового диапазона [3].

В принципе, толстые буферные слои AlN, как и просто подложки AlN, могут быть выращены специально ориентированными методами и использованы в качестве (квази)подложек для последующего эпитаксиального роста приборных структур. В числе таких методов роста

AlN можно выделить сублимационное выращивание кристаллов с последующей резкой на подложки и полировкой [4,5] и хлорид-гидридное эпитаксиальное выращивание квазиподложек [6]. К достоинствам такого подхода можно отнести высокие скорости роста и высокое качество материала.

В то же время привлекательным представляется и альтернативный подход — выращивание всей структуры на инородной подложке, включая буферный слой AlN, в рамках одного процесса на эпитаксиальной установке, предназначенной для выращивания приборной гетероструктуры.

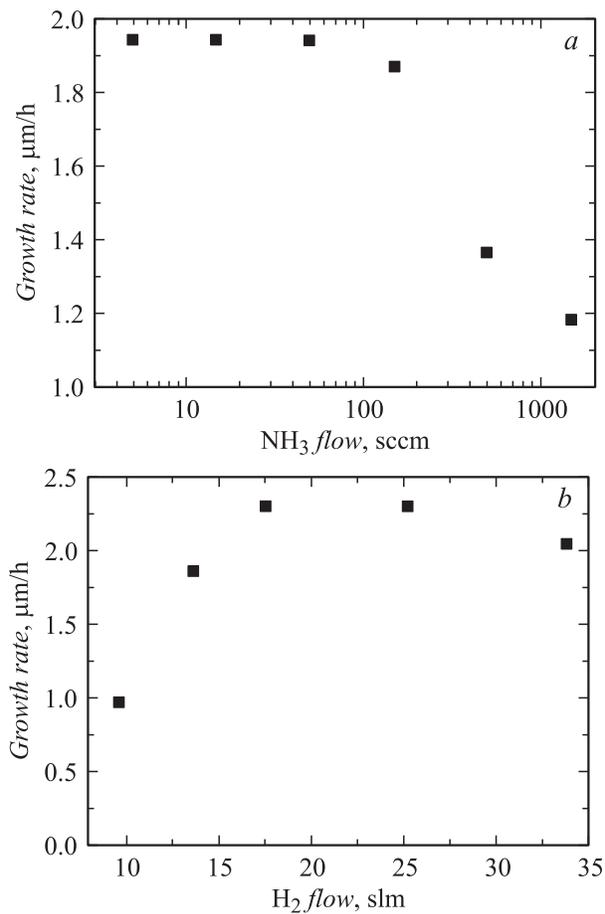
Наиболее распространенной технологией выращивания приборных III-N гетероструктур является МОС-гидридная эпитаксия. Для этой технологии характерны сильные паразитные реакции между триметилалюминием (ТМА) и аммиаком ( $\text{NH}_3$ ), приводящие к формированию наночастиц AlN в газовой фазе и существенно ограничивающие максимально достижимые скорости роста AlN [7,8]. Если использование узкоспециализированных установок позволяет отчасти решить эту проблему и поднять скорость роста AlN до  $2\ \mu\text{m/h}$  [9] и даже  $6\ \mu\text{m/h}$  [10], то при использовании универсальных, особенно многоподложечных реакторов эта проблема считается практически неразрешимой. Целью настоящей работы было исследование возможности выращивания толстых слоев AlN с высокой скоростью на полупромышленной МОС-гидридной установке АХ2000НТ с планетарным реактором емкостью 6 двухдюймовых подложек.

Эпитаксиальные слои AlN выращивались на сапфировых подложках ориентации (0001) при температуре сателлитных дисков  $1050^\circ\text{C}$ . ТМА,  $\text{NH}_3$  и водород использовались в качестве соединений–источников и несущего газа соответственно. Паразитные реакции между ТМА и  $\text{NH}_3$  замедляются при уменьшении их парциальных давлений и времени нахождения газовой смеси в горячей зоне реактора. Это может быть реализовано путем снижения потоков ТМА, аммиака, понижения общего давления в реакторе и увеличения потока несущего газа [7]. Первый из методов для решения поставленной задачи неприменим, так как означает снижение скорости роста AlN. Давление в реакторе поддерживалось на уровне 100 mbar, что является нижним пределом для использованной установки. Так как вариант подавления паразитных реакций за счет снижения температуры не рассматривался, как заведомо ухудшающий качество AlN, то свободными для оптимизации параметрами остались только потоки аммиака и несущего газа.

На рис. 1, *a* представлена зависимость скорости роста AlN от потока аммиака. Скорость роста определялась *in situ* с помощью оптической рефлектометрии. При малых потоках аммиака (5–200 sccm) скорость роста не зависит от его величины и близка к оценке на основе линейной экстраполяции зависимости скорости роста от потока TMA при малых скоростях роста, когда частицы AlN в газовой фазе не формируются. При дальнейшем увеличении потока аммиака происходит скачкообразное снижение скорости роста, означающее появление процесса, приводящего к потерям материала. Согласно данным этого исследования и ряду наших предыдущих результатов, дальнейшая зависимость скорости роста от потока NH<sub>3</sub> снова становится более плавной, однако подробно этот диапазон не исследовался, как не представляющий большого практического интереса.

Согласно [11], снижение отношения V/III положительно сказывается на качестве AlN. Наши предварительные эксперименты в лабораторной установке Epiquip VP 50 RP это подтвердили, и AlN высокого качества был получен при отношении V/III, близком к единице, что нетипично для МОС-гидридной эпитаксии нитридов, но используется в специальных случаях для выращивания AlAs [12]. Исходя из этого, для потока TMA 165 μmol/min оптимальный поток аммиака находится на уровне 5–10 sccm, что значительно меньше порога возникновения выраженных паразитных реакций, полученного в вышеописанной серии экспериментов. Исходя из этого, поток несущего газа, который в первой серии экспериментов для максимального подавления предполагаемых паразитных реакций составлял 34 SLM, что близко к техническому пределу эпитаксиальной установки, предположительно, может быть снижен. Результаты этих экспериментов (рис. 1, *b*) отражают противоборство двух тенденций. При отсутствии паразитных реакций снижение потока несущего газа увеличивает концентрацию TMA, а значит, и скорость роста. В то же время избыточное снижение потока несущего газа приводит к возникновению паразитных реакций и соответственно снижению скорости роста. Как видно, в условиях эксперимента поток несущего газа может быть без потерь снижен в 2 раза. Достигнутая в этих условиях скорость роста AlN составляет 2.3 μm/h, дальнейшее ее увеличение требует увеличения потока TMA.

Эпитаксиальный рост при отношении V/III, близком к единице, означает, что одновременно с увеличением потока TMA необходимо соответственно увеличивать поток V группы. При этом, очевидно, будет



**Рис. 1.** Зависимости скорости роста AlN: *a* — от потока  $\text{NH}_3$  ( $\text{H}_2 = 34$  SLM, TMA =  $165 \mu\text{mol/min}$ ), *b* — от потока несущего газа ( $\text{NH}_3 = 5$  sccm, TMA =  $165 \mu\text{mol/min}$ ), *c* — от потока TMA ( $\text{H}_2 = 34$  SLM,  $V/\text{III} = 1.5$ ), *d* — от потока  $\text{NH}_3$  ( $\text{H}_2 = 34$  SLM, TMA =  $700 \mu\text{mol/min}$ ).

происходить приближение к границе наступления выраженных паразитных реакций. Мы провели прямую проверку возможности увеличения скорости роста при сохранении отношения  $V/\text{III} \sim 1.5$  на установке

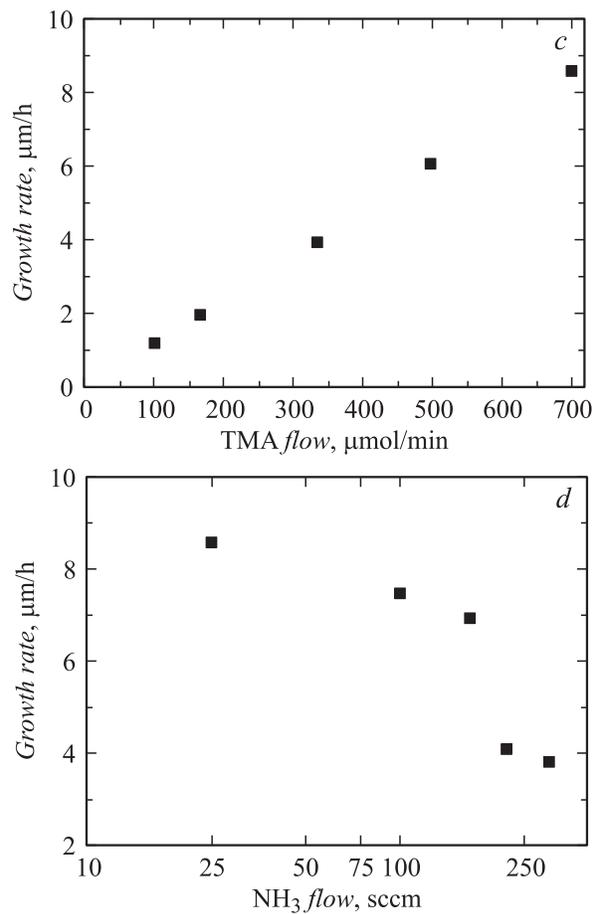
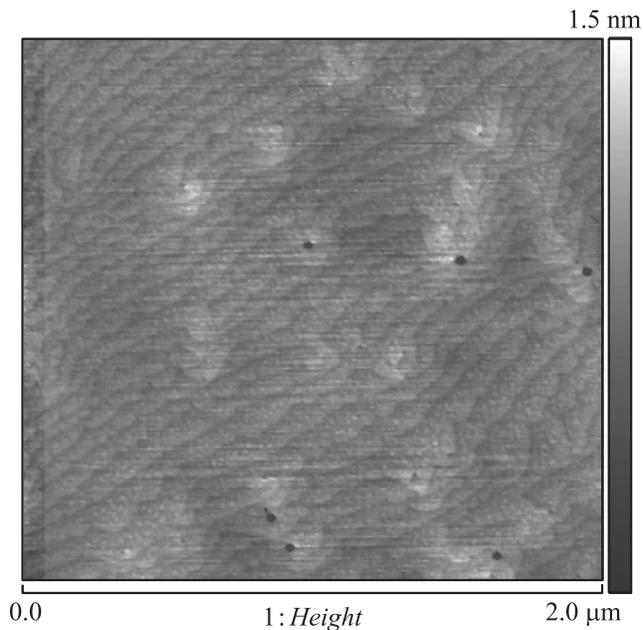


Рис. 1 (продолжение).

AIX2000HT. Их результаты представлены на рис. 1, с. Как видно, скорость роста линейно растет с потоком ТМА вплоть до величины  $8.6 \mu\text{m/h}$  при  $\text{TMA} = 700 \mu\text{mol/min}$ ,  $\text{NH}_3 = 25 \text{ sccm}$ , что означает отсутствие влияния паразитных реакций на процесс роста. Верхний диапазон исследования был ограничен техническими возможностями установки.



**Рис. 2.** Эпитаксиальный слой  $\text{Al}_{0.97}\text{Ga}_{0.03}\text{N}$  толщиной  $1\ \mu\text{m}$ , выращенный со скоростью  $2\ \mu\text{m/h}$  на установке АИХ2000НТ. Изображение поверхности получено методом атомно-силовой микроскопии.

Для оценки возможности дальнейшего увеличения скорости роста без активизации паразитных реакций было проведено исследование влияния потока аммиака на скорость роста для максимального потока ТМА (рис. 1, *d*). Как видно из сравнения рис. 1, *a* и *d*, характер зависимости изменился слабо, сохранив пороговый характер. При увеличении потока  $\text{NH}_3$  от 25 до 150  $\text{sccm}$  скорость роста уменьшается всего на 20%. Следовательно, можно надеяться на возможность дальнейшего увеличения скорости роста при сохранении отношения  $V/\text{III} \sim 1.5$ .

Следует отметить, что при больших скоростях роста в описанных экспериментах наблюдалось заметное ухудшение морфологии поверхности  $\text{AlN}$ . Видимо, для таких скоростей роста необходимо существенное увеличение температуры, как описано в [10]. Поэтому для

дальнейшей оптимизации были выбраны режимы, соответствующие скорости роста  $2\ \mu\text{m/h}$ . В результате этих исследований на установке АИХ2000НТ были выращены атомно-гладкие слои  $\text{Al}_{0.97}\text{Ga}_{0.03}\text{N}$  (рис. 2). Детальное описание этих результатов будет приведено в следующей статье.

Таким образом, нами продемонстрирована возможность выращивания AlN в планетарном реакторе со скоростью более  $8\ \mu\text{m/h}$ . Эти результаты являются рекордными для многоподложечных МОС-гидридных реакторов, что открывает новые области применения этого оборудования.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований президиума РАН № 27 и при диагностической поддержке СЗРЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“.

## Список литературы

- [1] *Алексеев А.Н., Александров С.Б., Бырнав А.Э.* и др. // Письма в ЖТФ. 2008. Т. 34. В. 7. С. 58.
- [2] *Алексеев А.Н., Александров С.Б., Бырнав А.Э.* // Письма в ЖТФ. 2008. Т. 34. В. 16. С. 65.
- [3] *Pernot C., Kim M., Fukahori Sh.* et al. // Appl. Phys. Express. 2010. V. 3(6). P. 061004.
- [4] *Вольфсон А.А., Мохов Е.Н.* // ФТП. 2010. Т. 44. В. 10. С. 1430.
- [5] *Чемякова Т.Ю., Авдеев О.В., Нагалюк С.С., Мохов Е.Н., Макаров Ю.Н.* // 7-я Всерос. конф. „Нитриды галлия, индия и алюминия — структуры и приборы“. Москва, 1–3 февраля 2010. Тез. докл. С. 25.
- [6] *Soukhoveev V., Volkova A., Ivantsov V.* et al. // Physica Status Solidi (C). 2009. V. 6. Issue S2. P. S333–S335.
- [7] *Kondratyev A.V., Talalaev R.A., Lundin W.V., Sakharov A.V., Tsatsul'nikov A.F., Zavarin E.E., Fomin A.V., Sizov D.S.* // J. Crystal Growth. 2004. V. 272. P. 420–425.
- [8] *Zhao D.G., Zhu J.J., Jiang D.S.* et al. // J. Crystal Growth. 2006. V. 289. P. 72–75.
- [9] *Kakanakova-Georgieva A., Ciechonski R.R., Forsberg U.* et al. // Crystal Growth & Design. 2009. V. 9. N 2. P. 880.
- [10] *Fujimoto N., Kitano T., Narita G.* et al. // Phys. Stat. Sol. (C). 2006. V. 3. N 6. P. 1617–1619.
- [11] *Gherasimova M., Gui G., Ren Z.* et al. // J. Appl. Phys. 2004. V. 95. P. 2921.
- [12] *Amano C., Tateno K., Takenouchi H., Ohiso Y.* // J. Crystal Growth. 1998. V. 193. P. 460–469.