

06;12

## Высокотемпературный отжиг объемных GaN слоев

© В.Н. Бессолов, Ю.В. Жиляев, М.Е. Компан, Е.В. Коненкова,  
С.А. Кукушкин, М.В. Меш, С.Д. Раевский,  
А.Л. Фрадков, В.А. Федирко

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург  
Институт проблем машиноведения РАН, С.-Петербург  
Московский государственный технологический университет „Станкин“

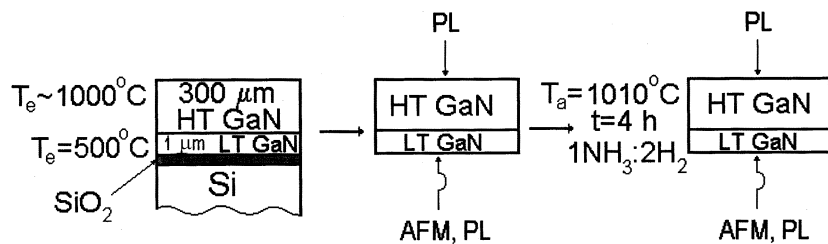
Поступило в Редакцию 16 июля 2002 г.

Методами атомно-силовой микроскопии и фотолюминесценции изучались влияние высокотемпературного ( $1010^{\circ}\text{C}$ ) отжига в потоке аммиака на свойства выращенных хлоридно-гидридной газофазной эпитаксией GaN слоев, отделенных от  $\text{SiO}_2$  подложки. Эпитаксиальный рост объемных толщиной  $360\ \mu\text{m}$  слоев осуществлялся в две стадии: вначале выращивался слой при низкой ( $530^{\circ}\text{C}$ ) температуре эпитаксии, а затем при высокой ( $970^{\circ}\text{C}$ ). Установлено, что отжиг низкотемпературного GaN слоя приводит к увеличению нанорельефа поверхности и к активизации донорно-акцепторной рекомбинации, а отжиг высокотемпературного — к уменьшению интенсивности фотолюминесценции.

Гетероэпитаксиальный рост нитрид-галлиевых слоев методом газофазной эпитаксии изучается уже более 30 лет [1], однако только недавно [2] было показано, что использование вначале низкотемпературного (LT), а затем высокотемпературного (HT) роста при гетероэпитаксии из металлоорганических соединений позволило существенно улучшить качество слоев. Создание тонкого слоя, зарождающегося при низкой температуре, и последующий рост основного слоя при высокой температуре позволили улучшить качество слоя GaN на сапфировой подложке при использовании метода хлоридно-гидридной газофазной эпитаксии [3].

Изучение свойств LT-GaN и HT-GaN слоев позволит оценить степень влияния температуры эпитаксии на характер зарождения и роста слоев и получить знания о механизме их формирования.

Настоящая работа посвящена исследованию влияния высокотемпературного отжига на свойства слоев, как полученных при низкой темпе-



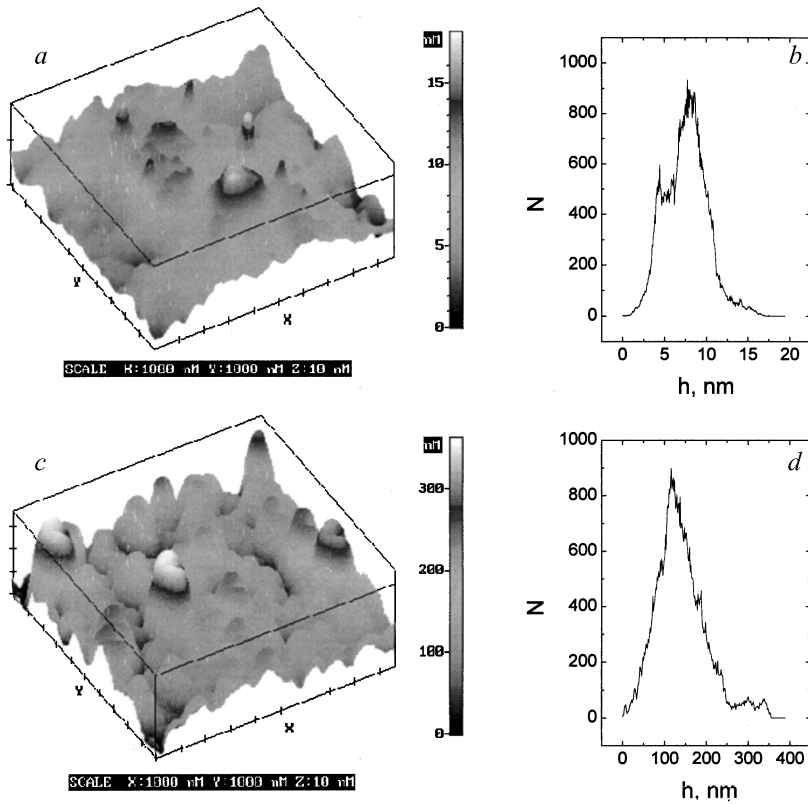
**Рис. 1.** Схематическое изображение процесса роста, AFM и PL измерений HT- и LT-GaN слоев.

ратуре в условиях трехмерного зарождения слоя при гетероэпитаксии, так и выращенных при высокой температуре в условиях гомоэпитаксии.

Гетероэпитаксия GaN осуществлялась на предварительно окисленных подложках Si (111) диаметром 50 mm, которые вращались в потоке водорода с частотой 1 Hz. Соотношение потоков H<sub>2</sub>/NH<sub>3</sub> = 2 : 1. Рост осуществлялся в два этапа. На первом — при температуре 530°C в течение 100 h выращивался низкотемпературный буферный слой (LT-GaN), а на втором — при температуре 970°C в течение 3 h выращивался слой GaN толщиной 360 μm. После гетероэпитаксии исходную подложку удаляли в стандартных травителях для Si, формируя толстый объемный слой GaN.

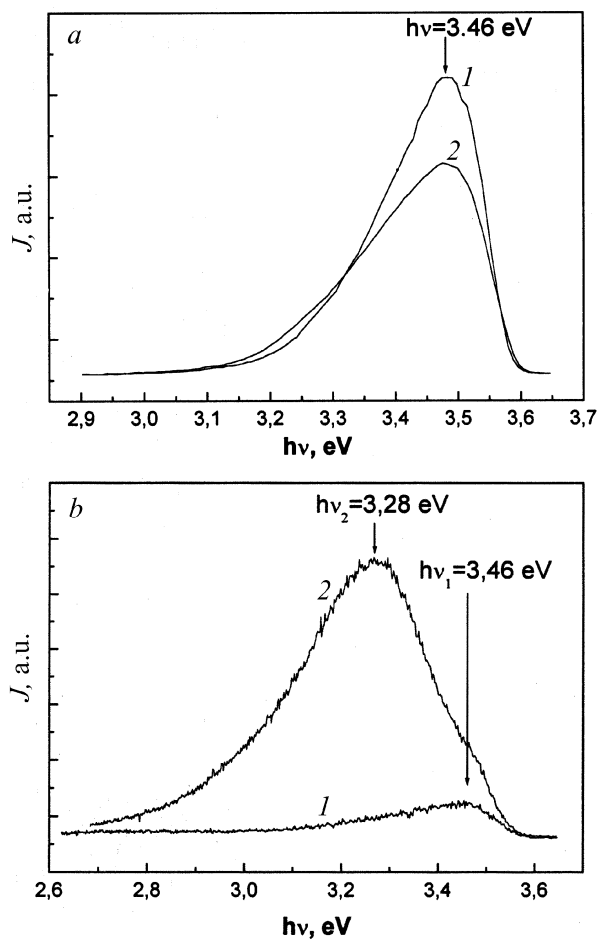
Объемные слои GaN отжигали в течение 4 h при температуре 1010°C в потоке NH<sub>3</sub> : 2H<sub>2</sub>. Поверхность со стороны удаленной подложки для LT-GaN слоя анализировали с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ) и фотолюминесценции (рис. 1), а поверхность со стороны роста HT-GaN слоя — только фотолюминесценции. АСМ измерения выполнялись на приборе компании NT-MDT с использованием стандартных кантилеверов из нитрида кремния. Фотолюминесценция возбуждалась импульсным азотным лазером (длина волны излучения λ = 337 nm) с длительностью импульса 6 ns. Измерения проводились при температуре жидкого азота.

Сравнение и анализ АСМ изображений показывает, что после удаления Si подложки высота *h* нанорельефа поверхности LT-GaN слоя не превышает 10 nm. Высокотемпературный отжиг этого слоя приводит к увеличению величины *h* более чем на порядок (рис. 2). Фотолюминесцентные исследования поверхности со стороны удаленной



**Рис. 2.** Профиль поверхности и распределение зародышей в GaN по размерам до (a, b) и после (c, d) высокотемпературного отжига.

подложки показали, что энергия фотонов, соответствующая максимуму спектра фотолюминесценции, для слоев LT-GaN была  $h\nu = 3.46$  eV (80 K), что, по-видимому, вызвано наличием межзонной рекомбинации. После высокотемпературного отжига интенсивность фотолюминесценции возрастала, а энергия максимума спектра смещалась в длинноволновую сторону до энергии  $h\nu = 3.28$  (80 K) eV. Полоса  $h\nu = 3.28$  eV связывается нами с донорно-акцепторной рекомбинацией (рис. 3, a). Фотолюминесцентные исследования поверхности со стороны растущего



**Рис. 3.** Фотолюминесцентные спектры HT-GaN (a) и LT-GaN (b) слоев до (1) и после (2) высокотемпературного отжига.

слоя показали, что до и после высокотемпературного отжига энергия фотонов, соответствующая максимуму спектра фотолюминесценции, была одинаковой  $h\nu = 3.46 \text{ eV}$  (80 K), однако интенсивность люминесценции после отжига уменьшалась (рис. 3, b). Следует отметить, что

до отжига интенсивность фотолюминесценции HT-GaN слоев была в несколько раз выше, чем интенсивность слоев LT-GaN.

Для объяснения полученных результатов рассмотрим особенности зародышеобразования и роста слоя GaN. Как известно, при гетероэпитаксии GaN на инородной подложке (сапфир, Si) зарождение пленки происходит в результате химических реакций между хлоридным соединением галлия и аммиаком через образование трехмерных островков со средними размерами  $\sim 10$  nm [4]. Анализ АСМ изображений показывает, что после удаления Si подложки высота нанорельефа поверхности LT-GaN слоя составляет 4–8 nm и соответствует размерам островков зародышей GaN (рис. 2, *a*). Очевидно, что при низкой температуре зарождение GaN будет неупорядоченным. Отжиг этого слоя при  $T = 1010^\circ\text{C}$  в аммиаке приводит к смещению состава аморфных зародышей в сторону стехиометрии, т.е. к залечиванию избыточных GaN дефектов. При высокой температуре между зародышами происходит массообмен, в результате которого исчезают более мелкие зародыши и происходит увеличение более крупных и нанорельеф поверхности увеличивается на порядок до величины 100–200 nm (рис. 2, *b*).

Спектры люминесценции LT-GaN слоев после удаления Si подложки имели сравнительно невысокую интенсивность люминесценции, а энергия максимума спектра  $h\nu = 3.46$  eV (80 K) соответствовала межзонной рекомбинации неосновных носителей заряда. Отжиг же приводит к сдвигу  $h\nu$  на величину 0.18 eV в длинноволновую сторону до энергии максимума спектра  $h\nu = 3.28$  eV (80 K). Это значение практически соответствует ранее наблюдаемому авторами [5] максимуму  $h\nu = 3.29$  eV (10 K), связанному с рекомбинацией неравновесных электронов с дырками, локализованными на акцепторных уровнях. Следует отметить, что уровень  $E_c - 0.18$  eV был также обнаружен авторами [6] и связан с дефектами атомов азота. По-видимому, на начальной стадии роста происходит образование островкового LT-GaN слоя, люминесцентные свойства которого определяются механизмом межзонной рекомбинации, отжиг же этого слоя приводит к активизации механизма донорно-акцепторной рекомбинации (рис. 3, *b*). При высоких температурах эпитаксии дальнейший рост слоя контролируется химической реакцией образования молекул GaN, что позволяет получать достаточно совершенные слои с плотностью дислокации  $\sim 10^8$  cm<sup>-2</sup>. Отжиг этого HT-GaN слоя при температуре, близкой к температуре эпитаксии в атмосфере аммиака, не приводит к изменению энергии максимума

интенсивности люминесценции, однако интенсивность ее несколько понижается, по-видимому, из-за структурных дефектов, происхождение которых связано с релаксацией напряжений в структуре подложка/слой в процессе длительного отжига и последующего охлаждения (рис. 3, а).

Такое различное поведение LT- и HT-GaN слоев при высокотемпературном отжиге связано с разной природой их образования: LT-GaN слой возник по механизму трехмерного зарождения островков GaN при гетероэпитаксии на окисленном Si, а HT-GaN — в результате гомоэпитаксиального роста слоя на достаточно удаленном ( $300\ \mu\text{m}$ ) расстоянии от гетерограницы. Островковый слой в результате отжига претерпевает существенные изменения.

Таким образом, влияние отжига, большее для низкотемпературных, чем для высокотемпературных слоев GaN, приводит к увеличению нанорельефа поверхности и к активизации донорно-акцепторной рекомбинации низкотемпературного слоя.

Авторы считают своим приятным долгом поблагодарить С.-Петербургский научный центр РАН, федеральную программу Минпромнауки (проект 40.012.1.1.1153), программу президиума РАН (проект 17) за финансовую поддержку работы. Один из авторов (Е.В. Коненкова) пользовался также поддержкой Российского фонда фундаментальных исследований (проект МАС-00-02-16989).

## Список литературы

- [1] *Maruska H.P., Tietjen J.J.* // Appl. Phys. Lett. 1969. V. 15. P. 327.
- [2] *Nakamura S., Mukai T., Senoh M., Iwasa N.* // Jpn. J. Appl. Phys. 1992. V. 31. L. 139.
- [3] *Tavernier P.R., Etzkom E.V., Wang Y., Clarke D.R.* // Appl. Phys. Lett. 2000. V. 77. P. 1804.
- [4] *Бессолов В.Н., Жиляев Ю.В., Коненкова Е.В., Кукушкин С.А., Лукьянов А.В., Раевский С.Д., Федирко В.А.* // Письма в ЖТФ. 2001. V. 27 (23). С. 60.
- [5] *Кацавец Н.И., Laws G.M., Harrison I., Larkins E.C., Benson T.M., Cheng T.S., Foxon C.T.* // ФТП. 1998. Т. 32. С. 1175.
- [6] *Fang Z.-Q., Look D.C., Visconti P., Wang D.-F., Lu C.-Z., Yun F., Morkoc H., Park S.S., Lee K.Y.* // Appl. Phys. Lett. 2001. V. 78. P. 2178.