

06

## **Полуизолирующие эпитаксиальные слои GaN : C, полученные методом газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений с использованием пропана как источника углерода**

© В.В. Лундин, Е.Е. Заварин, П.Н. Брунков,  
М.А. Яговкина, А.В. Сахаров, М.А. Синицын,  
Б.Я. Бер, Д.Ю. Казанцев, А.Ф. Цацульников

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

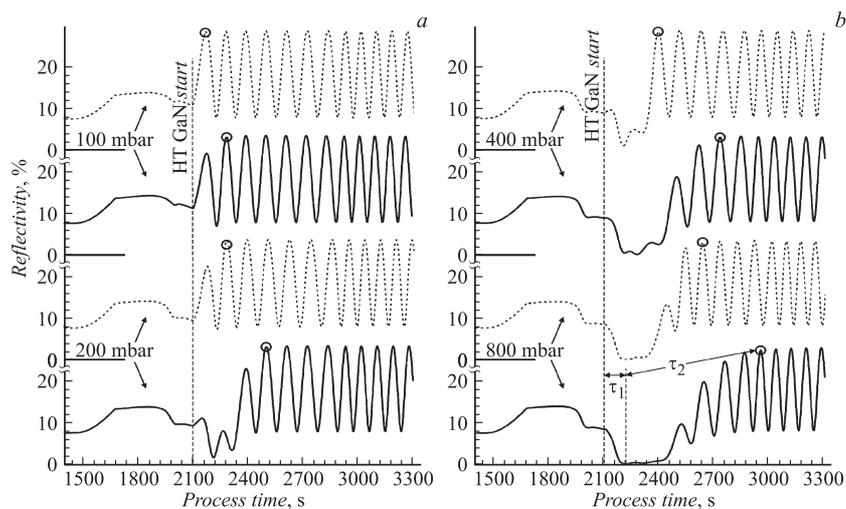
Поступило в Редакцию 1 декабря 2015 г.

Изучено влияние присутствия пропана в реакторе на различных стадиях процесса эпитаксиального выращивания GaN из металлоорганических соединений на сапфировых подложках как на характер процесса эпитаксиального роста, так и на свойства слоев. Получены эпитаксиальные слои GaN с концентрацией углерода  $5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , с высоким кристаллическим совершенством, атомарно-гладкой поверхностью и напряжением электрического пробоя более 500 V при толщине легированного слоя 4  $\mu\text{m}$ .

При формировании гетероструктур для транзисторов с высокой подвижностью электронов (HEMT) на основе соединений III-N одной из ключевых задач является получение высокоомных буферных слоев. В технологии газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений (МОС-гидридная эпитаксия) эта задача в настоящее время решается преднамеренным понижением кристаллического совершенства эпитаксиальных слоев, легированием железом или повышением уровня фоновой концентрации углерода. Первый подход часто используется при росте на сапфировых подложках, основан на формировании глубоких акцепторных уровней вдоль краевых дислокаций в слоях GaN [1] и на практике реализуется путем полуэмпирической оптимизации начальных условий роста [2,3]. Недостатком этого метода

является снижение подвижности электронов и увеличение тока утечки затвора при повышении плотности дислокаций. Легирование буферных слоев GaN железом из-за эффекта памяти [4] приводит к высокому содержанию атомов железа в области канала. Поэтому общепринятым методом повышения электрического сопротивления (Al)GaN буферных слоев при МОС-гидридной эпитаксии остается фоновое легирование углеродом. Этот подход представляется естественным и его изучению и использованию было посвящено множество работ, например [5–7]. Однако для повышения концентрации углерода при фоновом легировании необходимо понижение температуры, давления и концентрации аммиака, что приводит к ухудшению кристаллического совершенства слоев и требует поиска компромиссных режимов. Поэтому актуальным представляется легирование GaN углеродом при МОС-гидридной эпитаксии за счет дополнительного введения в реактор углеродсодержащих соединений (преднамеренное легирование) при сохранении оптимальных для материалов III-N условий формирования. Насколько нам известно, такой процесс описан в работе [8], в которой показана возможность легирования GaN углеродом из различных углеводородов, причем рост структур AlN/GaN производился на подложках SiC в нестандартном реакторе с горячими стенками, подобном реакторам для эпитаксии SiC. Электрические свойства полученного материала не изучались.

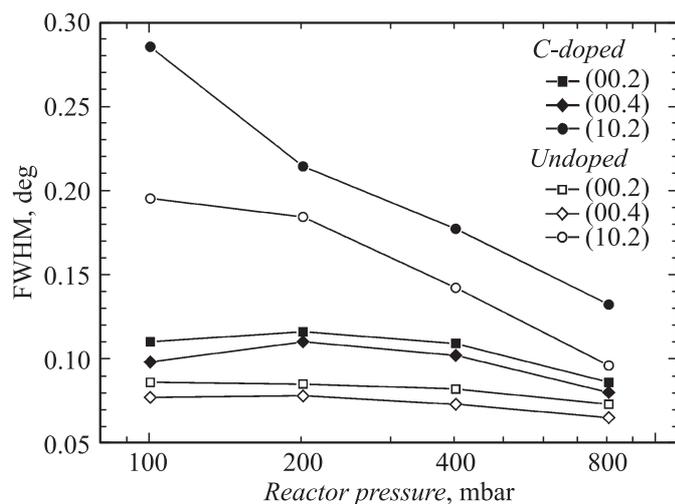
Данная работа посвящена исследованию влияния пропана как источника легирующей примеси на электрические и структурные свойства GaN и на характер процесса формирования эпитаксиального слоя на сапфировых подложках. Эксперименты производились на установке Dragon-125 с горизонтальным реактором емкостью 3 подложки диаметром 2 дюйма или одна подложка диаметром 100 mm. Аммиак, триметилгаллий (ТМГ), пропан и водород использовались в качестве прекурсоров и несущего газа. Формирование эпитаксиального слоя GaN производилось по классической методике с использованием низкотемпературного зародышевого слоя GaN, отжигаемого в водород-аммиачной смеси. Последующий рост слоя GaN производился со скоростью  $\sim 5.5 \mu\text{m/h}$  при температуре  $1100^\circ\text{C}$  и соотношении  $\text{NH}_3 : \text{H}_2 = 0.54$ , т.е. в нормальных для GaN условиях. Поток пропана для всех экспериментов данного исследования был одинаков. В экспериментах изменялись давление в реакторе и момент введения пропана. В первой серии экспериментов пропан подавался в реактор



**Рис. 1.** Изменение во времени коэффициента оптического отражения эпитаксиальных слоев GaN в процессе их формирования при различных давлениях с введением в реактор пропана от начала высокотемпературного роста (сплошные кривые) и без введения пропана в реактор (пунктирные кривые). Кружками обозначен примерный момент начала планарного роста.

одновременно с ТМГ после окончания отжига зародышевого слоя. Давление в реакторе составляло 100, 200, 400 и 800 mbar. Для каждого эксперимента проводился контрольный эксперимент с такими же технологическими режимами, но без введения пропана.

На рис. 1 показано изменение коэффициента оптического отражения эпитаксиальных слоев в процессе их формирования, отражающее развитие морфологии поверхности. Рост слоя при высокой температуре носил сначала трехмерный характер, и по мере увеличения размеров кристаллитов коэффициент отражения уменьшался (интервал  $\tau_1$  на рис. 1). В дальнейшем, по мере срастания (коалесценции) кристаллитов и восстановления планарности поверхности коэффициент отражения возрастал (интервал  $\tau_2$  на рис. 1). Периодические осцилляции связаны с интерференцией света в слое GaN. Чем ниже давление в реакторе, тем медленнее происходит переход к планарному росту, что хорошо согласуется с работой [3]. В целом процесс протекал сходным образом



**Рис. 2.** Полуширины кривых качания рентгеновской дифракции от эпитаксиальных слоев GaN, сформированных при введении в реактор пропана от начала высокотемпературного роста и без введения пропана в реактор. Точность измерения  $0.001^\circ$ .

для легированных и нелегированных структур, однако введение пропана в реактор существенно (примерно в 2 раза) замедляло переход к планарному росту.

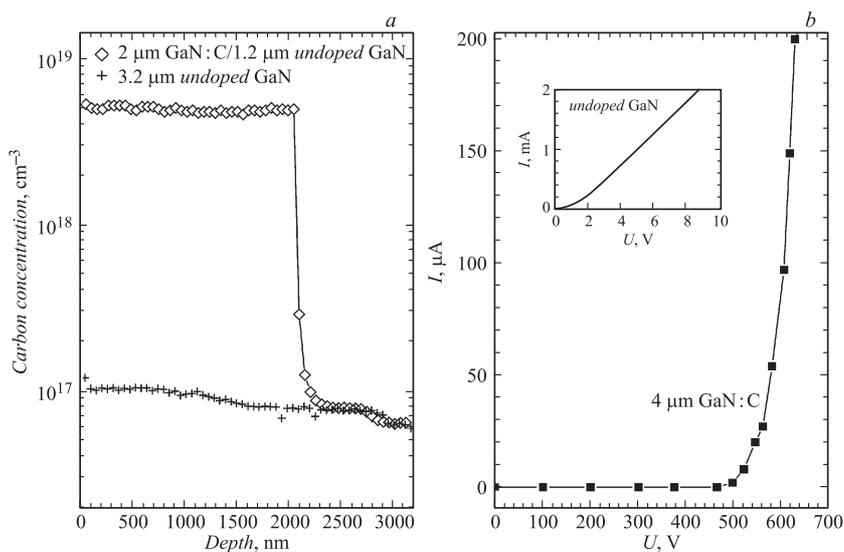
Рентгеноструктурные свойства вышеописанных образцов, измеренные на дифрактометре Bruker Discover-D8, представлены на рис. 2. Видно, что снижение давления в реакторе слабо влияет на полуширину кривых качания вокруг симметричных рефлексов (00.2) и (00.4), однако вызывает сильное увеличение полуширин для асимметричного рефлекса (10.2). Эти зависимости для нелегированных образцов также находятся в хорошем соответствии с литературными данными [3]. На том же рисунке видно существенное увеличение полуширин кривых качания в результате легирования.

Вопреки ожиданиям, введение пропана в реактор не повлияло заметным образом на электрические свойства эпитаксиальных слоев. Образцы, выращенные при давлении 200–800 mbar, были проводящими, причем слои сопротивление возрастало со снижением давления,

а при давлении 100 mbar — изолирующими, с напряжениями пробы  $> 1$  kV. Такая зависимость проводимости от давления обычна для нелегированных слоев GaN на сапфировых подложках [3], она связана с увеличением плотности краевых дислокаций при снижении давления, что подтверждается приведенными на рис. 2 данными. В свою очередь, краевые дислокации понижают электропроводность слоев GaN [1].

Согласно данным вторично-ионной масс-спектропии (CAMECA IMS7f), концентрация углерода в легированных из пропана слоях GaN в используемых нами режимах не зависит от давления (подробная статья готовится в настоящее время) и составляет  $\sim 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , что должно быть достаточно для формирования высокоомного материала. Однако при легировании по всей толщине нам не удалось реализовать возможность создания изолирующих слоев GaN за счет легирования углеродом. Можно предложить следующее объяснение этого результата. Ведение пропана в реактор на начальной фазе роста препятствует быстрой и бездефектной коалесценции кристаллитов. Физическую причину этого явления еще предстоит выяснить. Проводимость нелегированных эпитаксиальных слоев GaN на сапфировых подложках связана в основном с протяженными дефектами, формирующимися в областях срастания кристаллитов. Видимо, в наших экспериментах нарушение процесса коалесценции оказало большее влияние на проводимость слоев, чем вхождение углерода.

Основываясь на вышеописанных предположениях, во второй серии экспериментов сначала при давлении 800 mbar производился эпитаксиальный рост нелегированного слоя GaN толщиной  $1.2 \mu\text{m}$  (до полной планаризации поверхности), и только после этого давление в реакторе изменялось в диапазоне 100–800 mbar, в него вводился пропан и выращивался легированный углеродом слой (GaN:C) толщиной  $2\text{--}4 \mu\text{m}$ . В аналогичных режимах формировались и контрольные, нелегированные образцы. На рис. 3, а показано типичное распределение концентрации углерода по толщине для структуры со слоем GaN:C толщиной  $2 \mu\text{m}$ . Для сравнения показано распределение концентрации углерода в нелегированной структуре, сформированной в тех же режимах. Согласно данным рентгеновской дифрактометрии, кристаллическое совершенство структур второй серии очень слабо зависело от легирования. Полуширины кривых качания практически совпадали с таковыми для нелегированного образца из первой серии, при формировании которого давление в реакторе составляло 800 mbar. Это вполне



**Рис. 3.** Типичные распределения концентрации углерода по глубине (а) и вольт-амперные характеристики (b) для легированных углеродом слоев GaN, выращенных на нелегированных слоях GaN, и нелегированных слоев GaN. Контакты Ti/Al/Ni/Au диаметром 700 μm, вжигание 800°C, 10 min.

очевидный результат, структурные свойства эпитаксиальных слоев GaN на сапфировых подложках определяются начальными условиями роста. Исследование структур второй серии на атомно-силовом микроскопе показало, что легирование углеродом при концентрации  $\sim 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  практически не изменяет морфологию поверхности, слои были атомно-гладкими, с четко наблюдаемыми моноатомными ступенями.

В отличие от образцов первой серии, во второй серии образцов легирование углеродом приводило к формированию изолирующего материала при давлении в реакторе во время роста слоя GaN:C 100, 200 и 400 mbar (рис. 3, b). Такие эпитаксиальные структуры имели напряжение пробоя  $\sim 200 \text{ V}$  при толщине слоя GaN:C 2 μm,  $\sim 500 \text{ V}$  при толщине GaN:C 4 μm. Проводимость в нижнем (нелегированном) слое GaN сохранялась, что установлено как прямым измерением вольт-амперных характеристик при механическом разрушении целостности

слоев под контактами, так и бесконтактными измерениями слоевой проводимости, т. е. электрической пробой происходил поперек слоя GaN:C. При большом давлении в реакторе во время роста слоя GaN:C формировались проводящие слои, причины этого явления еще предстоит выяснить.

Таким образом, нами установлено сильное влияние пропана на начальный этап эпитаксиального роста GaN на сапфировых подложках при использовании низкотемпературного зародышевого слоя GaN, приводящее к деградации структурного совершенства эпитаксиального слоя. Введение пропана в реактор после полной планаризации поверхности эпитаксиального слоя GaN позволило получить структурно-совершенные атомно-гладкие слои GaN:C с концентрацией углерода  $\sim 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ . Полученные структуры имеют изолирующие свойства, при толщине легированного углеродом слоя  $4 \mu\text{m}$  напряжение пробоя составляет  $\sim 500 \text{ V}$ .

Работа выполнена при частичной поддержке проекта РФФИ № 14-02-00488 с использованием оборудования ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“, поддержанного Министерством образования и науки РФ (соглашение о предоставлении субсидии № 14.621.21.0007 id RFMEFI62114X0007).

## Список литературы

- [1] Weimann N.G., Eastman L.F., Doppalapudi Dh., Ng H.M., Moustakas T.D. // J. Appl. Phys. 1998. V. 83 (7). P. 3656.
- [2] Hubbard S.M., Zhao G., Pavlidis D., Sutton W., Cho E. // J. Cryst. Growth. 2005. V. 284 (3–4). P. 297.
- [3] Xu F.J., Xu J., Shen B. et al. // Thin Solid Films. 2008. V. 517. P. 588–591.
- [4] Rudzinski M., Desmaris V., van Hal P.A. et al. // Phys. Stat. Sol. 2006. V. 3 (6). P. 2231–2236.
- [5] Wang W.Z., Selvaraj S.L., Win K.T. et al. // J. Electr. Mat. 2015. V. 44 (10). P. 3272.
- [6] Koleske D.D., Wickenden A.E., Henry R.L., Twigg M.E. // J. Cryst. Growth. 2002. V. 242 (1–2). P. 55.
- [7] Gamarra P., Lacam C., Tordjman M. et al. // J. Cryst. Growth. 2015. V. 414. P. 232.
- [8] Li X., Danielsson O., Pedersen H. et al. // J. Vac. Sci. & Techn. B. 2015. V. 33. P. 021 208.