

# Термостабильность эпитаксиальных слоев GaN с разной степенью упорядоченности мозаичной структуры

© Г.В. Бенеманская, А.И. Бесюлькин, М.С. Дунаевский, А.К. Крыжановский, Н.М. Шмидт

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Поступила в Редакцию 21 октября 2002 г.)

Методом атомно-силовой микроскопии проведены исследования термостабильности эпитаксиальных слоев GaN, выращенных методом эпитаксии из металлоорганических соединений на сапфировой подложке (0001). Образцы различного качества подвергались температурному отжигу в пределах 700–950°C в условиях высокого вакуума. Показано, что степень упорядоченности мозаичной структуры эпитаксиальных слоев сильно влияет на термостабильность. Деградация поверхности для эпитаксиальных слоев с хорошо упорядоченной мозаичной структурой наблюдается при температуре  $\sim 950^\circ\text{C}$ . Изменение морфологии поверхности слоев с плохо упорядоченной мозаичной структурой начинается при более низких температурах  $\sim 780^\circ\text{C}$ .

Работа выполнена при поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований № 01-02-16802 и гранта в рамках программы № 1-107 Министерства промышленности, науки и технологий Российской Федерации.

Во многих обзорах [1,2] по свойствам нитридов упоминается о том, что характерной особенностью нитрида галлия является его высокая термостабильность. Результаты немногочисленных исследований термостабильности эпитаксиальных слоев GaN показали, что после отжигов в атмосфере азота заметные изменения морфологии поверхности эпитаксиальных слоев GaN гексагональной модификации, выращенных методом эпитаксии из металлоорганических соединений MOCVD, наблюдаются при температурах выше 1200°C [3]. Для эпитаксиальных слоев, полученных другими методами, эти изменения начинаются при более низких температурах (800–900°C). Данные по термостабильности эпитаксиальных слоев GaN при высокотемпературных прогревах в условиях вакуума практически отсутствуют. Между тем такие сведения важны как с практической, так и с научной точки зрения, поскольку исследования электронных свойств поверхности, таких как работа выхода, поверхностный изгиб зон, спектр поверхностных состояний, проводятся, как правило, после отжига непосредственно в условиях вакуума при различных температурах до  $\sim 800$  [4],  $\sim 900$  [5]  $\sim 1000^\circ\text{C}$  [6,7]. С точки зрения прикладных задач (например, для изготовления фотоэмиссионных приборов) информация об изменениях поверхности GaN при отжиге в вакууме также необходима.

В настоящей работе приводятся результаты исследования методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) термостабильности эпитаксиальных слоев GaN гексагональной модификации, выращенных MOCVD и подвергнутых температурным отжигам в условиях высокого вакуума. При этом одной из задач таких исследований является выяснение соответствующего влияния степени упорядоченности мозаичной структуры эпитаксиального слоя на результаты термообработки. Мозаичная структура эпитаксиальных слоев GaN гексагональной модификации — одно из фундаментальных свойств,

которое характерно также для всех слоев нитридов, используемых в светоизлучающих, фотоприемных, высоковольтных приборах на их основе.

## 1. Экспериментальная методика

Исследовались эпитаксиальные слои GaN *n*-типа проводимости, выращенные методом эпитаксии из металлоорганических соединений MOCVD на сапфировых подложках (0001) при давлении 200 mbar. Слои характеризовались концентрацией носителей  $(1-3) \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ , толщиной  $\sim 3 \mu\text{m}$ , подвижностью носителей заряда  $300-600 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  при комнатной температуре. Морфология образцов GaN (0001) до и после температурных отжигов в сверхвысоком вакууме изучалась с помощью АСМ. Для количественного определения степени упорядоченности мозаичной структуры эпитаксиальных слоев результаты структурного исследования, полученные с помощью АСМ, обрабатывались методами мультифрактального анализа [8,9].

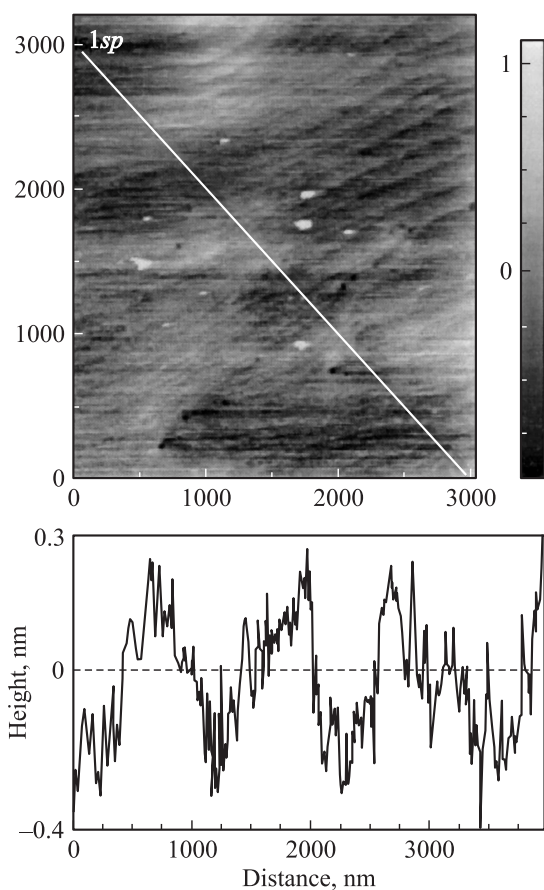
Основные результаты по термообработкам приведены для двух эпитаксиальных слоев GaN(0001). Образец I является наиболее совершенным с точки зрения морфологии поверхности, рентгеноструктурных и электрических характеристик; он имеет степень упорядоченности мозаичной структуры  $-0.32$  и подвижностью носителей заряда  $600 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ . Образец II характеризуется подвижностью носителей заряда  $300 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$  и степенью упорядоченности мозаичной структуры  $-0.335$ . Следует отметить, что образец II по своим параметрам несколько хуже образца I, однако он не самого плохого качества. Для слоев плохого качества характерными являются низкие значения подвижности ( $\sim 100 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ) и индекса степени упорядоченности мозаичной структуры ( $-0.36$ ).

Предел термостабильности указанных образцов контролировался по изменению морфологии поверхности слоев при ее исследовании с помощью АСМ. Использовался также поверхностно-чувствительный метод пороговой фотоэмиссионной спектроскопии [10], позволяющий *in situ* контролировать качество поверхности по изменению интенсивности фотоэмиссионного тока образца GaN(0001) при адсорбции атомов Cs. В данном случае адсорбция использовалась в качестве метода зондирования качества подложки. Более подробно результаты фотоэмиссионных исследований будут опубликованы отдельно.

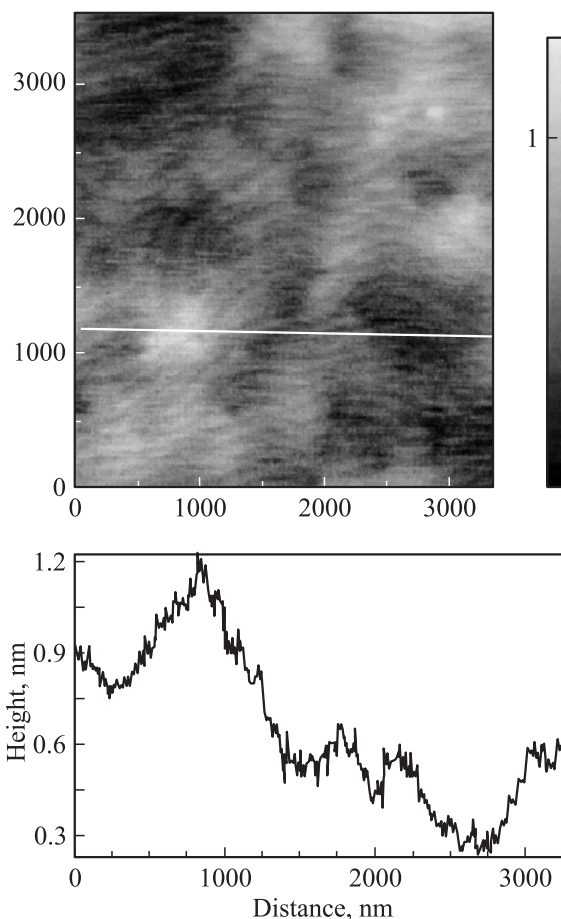
Серия отжигов продолжительностью 15 min проводилась в высоком вакууме ( $P \sim 10^{-10}$  Torr) при температурах 700, 780, 850, 900, 950°C. Температура отжига измерялась с помощью термопары WRe5–WRe20 и оптического пирометра PYRO. Ошибка в определении температуры не превышала 20°C.

## 2. Экспериментальные результаты

АСМ-изображения морфологии поверхности эпитаксиальных слоев GaN с разной степенью упорядоченности мозаичной структуры в исходном состоя-



**Рис. 1.** АСМ-изображение поверхности (вверху) и профиль шероховатости (внизу) эпитаксиального слоя GaN(0001). Образец I.  $\Delta = -0.32$ .

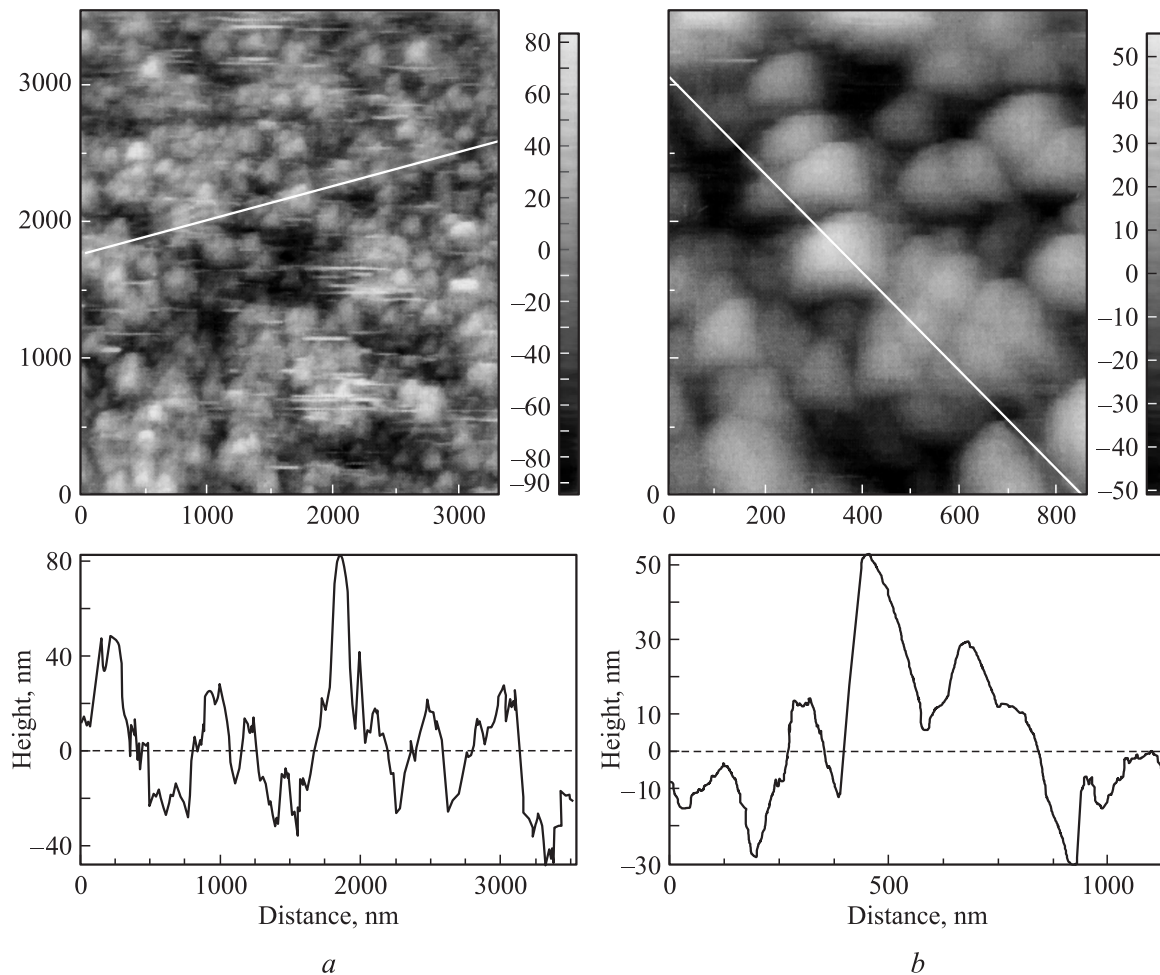


**Рис. 2.** АСМ-изображение поверхности (вверху) и профиль шероховатости (внизу) эпитаксиального слоя GaN(0001). Образец II.  $\Delta = -0.335$ .

нии до отжига в вакууме представлены на рис. 1 и 2. Степень упорядоченности мозаичной структуры исследованных образцов определялась путем обработки АСМ-изображений методами мультифрактального анализа [9,11]. Кратко алгоритм сводится к следующим операциям.

1) АСМ-изображения аппроксимируются с помощью современных средств ввода и обработки изображений в графические файлы BMP-формата в режиме bitmap.

2) Полученное изображение аппроксимируется цифровым множеством путем разбиения анализируемого изображения на элементарные ячейки, содержащие темные и светлые точки (пиксели), которым присваиваются соответственно значения 1 и 0. Затем проводится разбиение квадратной сеткой на более крупные ячейки. Используя математический аппарат, развитый для цифровых множеств, можно построить производящую функцию меры, с помощью которой описывается распределение множества в каждой ячейке, причем мера выбирается так, что меры разных ячеек самоподобны. Такой подход позволяет более точно, чем в случае одной выбранной для всего множества меры, численно описы-



**Рис. 3.** АСМ-изображение поверхности и профиль шероховатости эпитаксиального слоя GaN(0001). Образец I после термического отжига в вакууме при  $950^{\circ}\text{C}$ . Размер поля:  $a$  —  $3.5 \times 3.5 \mu\text{m}$ ,  $b$  —  $1 \times 1 \mu\text{m}$ .

вать особенности сложных объектов. Следует подчеркнуть, что набор корреляционных функций, получаемый в процессе аппроксимации, позволяет устанавливать связи между отдельными частями сложной структуры и их место в целом множестве через такие мультифрактальные параметры, как степень нарушения общей и локальной симметрии, а также степень упорядоченности структуры в целом.

Данные мультифрактального анализа показывают, что для более совершенного образца I (рис. 1) с шероховатостью поверхности меньше чем  $1 \text{ nm}$  степень упорядоченности мозаичной структуры составляет  $\Delta = -0.32$ , а для образца II (рис. 2) с шероховатостью поверхности  $\sim 1 \text{ nm}$   $\Delta = -0.335$ . Меньшее абсолютной значение  $\Delta$  для образца I свидетельствует о большей степени упорядоченности мозаичной структуры, чем для образца II. Кроме того, из АСМ изображений (рис. 1 и 2) видно, что для образца I характер роста близок к двумерному, ростовые ступени при этом хорошо просматриваются. Для образца II характер роста ближе к трехмерному, поскольку наблюдаются крупные неоднородности с ла-

теральными размерами  $\sim 1000 \text{ nm}$ , которые нарушают рост по ступеням.

После термического отжига в вакууме АСМ-исследования показали, что заметные изменения морфологии поверхности этих слоев начинаются при различных температурах: для более совершенного образца I — при  $950^{\circ}\text{C}$ , для менее совершенного образца II — при  $780^{\circ}\text{C}$ . При этом для обоих образцов наблюдается аналогичная тенденция в характере модификации морфологии поверхности. На рис. 3,  $a, b$  приведена морфология поверхности более совершенного образца I после термического отжига при  $950^{\circ}\text{C}$ . Было обнаружено сильное изменение степени упорядоченности мозаичной структуры, отчетливо стали проявляться границы крупных и мелких доменов, которые до отжига были слабо выражены (ср. рис. 1 и 3,  $a, b$ ). Установлено, что величина средней шероховатости поверхности возрастает на порядок: от  $0.5\text{--}1 \text{ nm}$  в исходном состоянии до  $40\text{--}100 \text{ nm}$  после отжига. Кроме того, наблюдается исчезновение ростовых ступеней. Отжиг приводит также к выделению Ga на поверхности, причем его конденсация наблюдается на сколах слоев. Таким образом, границы доменов мо-

заичной структуры, являющиеся областями скопления неравновесных дефектов, оказываются наиболее нестабильными при термической обработке.

Приведенные результаты показывают сильное влияние степени упорядоченности мозаичной структуры на термостабильность эпитаксиальных слоев GaN(0001). Для эпитаксиального слоя с менее упорядоченной мозаичной структурой (образец II) температура начала деградации поверхности при термообработке в вакууме оказывается на 170°С ниже, чем для образца I с более упорядоченной мозаичной структурой.

## Список литературы

- [1] M. Razeghi, A. Rogalski. *J. Appl. Phys.* **79**, 7433 (1996).
- [2] I. Akasaki, H. Amano. *Jpn. J. Appl. Phys.* **36**, 9A, 5393 (1997).
- [3] M.A. Mastro, O.M. Kryliouk, M.D. Reed, T.J. Anderson, A. Davydov, A. Shapiro. *Phys. Stat. Sol. (a)* **188**, 467 (2001).
- [4] A.R. Smith, R.M. Feenstra. *Appl. Phys. Lett.* **72**, 2111 (1999).
- [5] L.S. Dhesi, C.B. Stagarescu, K.E. Smith, T.D. Moustakas. *Phys. Rev. B* **56**, 10 271 (1997).
- [6] V.M. Bermudez. *Surf. Sci.* **417**, 30 (1998).
- [7] R. Chierchia, T. Böttcher, S. Figge, M. Diesselberg, H. Heinke, D. Hommel. *Phys. Stat. Sol. (b)* **228**, 403 (2001).
- [8] A.G. Kolmakov, V.V. Emtsev, W.V. Lundin, V.V. Ratnikov, N.M. Shmidt, A.N. Titkov, A.S. Usikov. *Physica B* **308–310**, 1141 (2001).
- [9] N.M. Shmidt, V.V. Emtsev, A.G. Kolmakov, A.D. Kryzhanovsky, W.V. Lundin, D.S. Poloskin, V.V. Ratnikov, A.N. Titkov, A.S. Usikov, E.E. Zavarin. *Nanotechnology* **12**, 471 (2001).
- [10] Г.В. Бенеманская, Д.В. Дайнека, Г.Э. Франк-Каменская. *ЖЭТФ* **119**, 342 (2001).
- [11] Г.В. Встовский, А.Г. Колмаков, И.Ж. Бунин. Введение в мультифрактальную параметризацию структур материалов. Научно-издательский центр „Регулярная и хаотическая динамика“, Ижевск (2001). 115 с.