

## AlGaN ГЕТЕРОСТРУКТУРЫ ДЛЯ ОПТОЭЛЕКТРОНИКИ ГЛУБОКОГО УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ДИАПАЗОНА, ПОЛУЧЕННЫЕ МЕТОДОМ МОЛЕКУЛЯРНО-ПУЧКОВОЙ ЭПИТАКСИИ С ПЛАЗМЕННОЙ АКТИВАЦИЕЙ

*В.Н. Жмерик<sup>1,\*</sup>, А.М. Мизеров<sup>1</sup>, Т.В. Шубина<sup>1</sup>, А.А. Ситникова<sup>1</sup>, М.А. Яговкина<sup>1</sup>, П.С. Копьев<sup>1</sup>,  
Е.В. Луценко<sup>2</sup>, Н.П. Тарасюк<sup>2</sup>, А.В. Данильчик<sup>2</sup>, Н.В. Ржеуцкий<sup>2</sup>, Г.П. Яблонский<sup>2</sup> и С.В. Иванов<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Политехническая ул., 26, 194021, Санкт-Петербург,

тел. +7(812)2927124, e-mail: [jmerik@pls.ioffe.ru](mailto:jmerik@pls.ioffe.ru)

<sup>2</sup>Институт общей физики им.Б.Я.Степанова, пр.Независимости, 68, 220072, Минск, Белоруссия

Развитие полупроводниковой оптоэлектроники на основе соединений AlGaN с максимальной шириной запрещенной зоны 6.1 эВ во многом определяет дальнейший прогресс в применении ультрафиолетового (УФ) излучения с рабочими длинами волн от 210 до 400 нм для биомедицинских исследований и лечения различных заболеваний, в компактных высокоэффективных приборах обеззараживания воды и воздуха и других сред, в приборах обработки УФ-чувствительных материалов, а также в системах обнаружения биологических угроз, в средствах скрытой и помехоустойчивой оптической связи и др. В настоящее время наибольшие успехи в этой области связаны с успешным продвижением на рынок светоизлучающих диодов (СД) с рабочими длинами волн 226-280 нм и выходной мощностью одного чипа 0.1-5 мВт, соответственно, (в лампах выходная мощность может достигать нескольких десятков мВт) [1-3]. Согласно недавним прогнозам данный сегмент рынка до 2015г. увеличится более чем на порядок [4]. Однако, до сих пор все выпускаемые УФ-СД характеризуются относительно невысокой квантовой эффективностью ~1%, которая резко снижается (как и выходная мощность) с уменьшением длины волны. Кроме того, эти приборы имеют ограниченный срок службы, не превышающий двух тысяч часов. Еще большие сложности существуют для УФ лазерных диодов, для которых только в 2008 г. была достигнута длина волны излучения 336 нм, а для меньших длин волн лазерное излучение (вплоть до минимальной 214 нм) наблюдалось лишь при оптической накачке с пороговой плотностью мощности более 1МВт/см<sup>2</sup> при комнатной температуре [5-7].

Проблемы в этой области связаны, в первую очередь, с резким снижением структурного качества AlGaN гетероструктур при увеличении содержания Al выше 20%. При этом плотность прорастающих дислокаций (ПД) может достигать  $>10^{11}$  см<sup>-2</sup>, что при отсутствии сильно выраженных эффектов локализации (наблюдаемых в структурах, содержащих InGaIn), приводит к резкому снижению эффективности излучательной рекомбинации. Кроме того, имеются сложности в получении высоких проводимостей n и p-типа в AlGaIn слоях с высоким содержанием Al.

Наиболее активно развиваемыми технологиями роста AlGaIn гетероструктур являются газофазные эпитаксиальные технологии, а также различные разновидности молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ): на основе высокотемпературного крекинга аммиака или плазменной активации азота (МПЭ ПА). К достоинствам МПЭ-технологий относится отсутствие паразитных газофазных реакций между потоками ростовых материалов, ведущих к формированию дефектов в слоях, возможность достижения для Al<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>N:Mg (до x~0.4) уровней p-легирования  $\sim 10^{17}$  см<sup>-3</sup> без постростовой активации примеси [8]. В настоящее время с использованием NH<sub>3</sub>-МПЭ получены СД с минимальной длиной волны 250 нм и выходной мощностью ~0.1 мВт [9], а с использованием МПЭ ПА недавно продемонстрированы высокоэффективные кванторазмерные гетероструктуры, излучающие в диапазоне длин волн 220-250 нм [10].

В настоящей работе описываются основные результаты работ по следующим направлениям: (i) исследование кинетики роста AlGaIn в полном диапазоне изменения содержания Al методом МПЭ ПА [11], (ii) исследование процессов образования и развития ПД в AlGaIn слоях и гетероструктурах, (iii) развитие новых, т.н. «дискретных», методов формирования кванторазмерных AlGaIn гетероструктур [12], и (iv) исследование процессов p- и n-легирования этого соединения Mg и Si [8]. Рост МПЭ ПА проводился на установке Compact 21T (RIBER SA), оборудованной плазменным источником HD-25 (Oxford Appl.Res.). Для *in-situ* диагностики эпитаксиального роста использовались оптическая рефлектометрия и методика дифракции отраженных быстрых электронов. Структурные свойства образцов характеризовались с использованием растрового, просвечивающего (в т.ч. и с высоким разрешением) электронных микроскопов (РЭМ и ПЭМ соответственно), а также с помощью рентгеновской дифрактометрии. Оптические свойства AlGaIn исследовались с помощью низкотемпературных (5К) измерений

спектров фотолюминесценции (ФЛ) с временным разрешением до 0.2 нс при возбуждении с помощью Ti-сапфирового лазера (270 нм), а также из температурных зависимостей (10-300К) спектров ФЛ, возбуждаемых излучением 4-й или 5-й гармоники Nd-YAG лазера с длинами волн 266 и 213 нм соответственно. 4-я гармоника также использовалась для возбуждения лазерного излучения в сколах структур с шириной полоска 0.8-1.0 мм. Для измерения электролюминесценции (ЭЛ) с помощью стандартных для  $\text{Al}^3\text{N}$  соединений постростовых технологий были изготовлены структуры с характерным размером контактных площадок от 350 до 1000  $\mu\text{m}$ .

Исследования кинетики роста слоев AlGaN на стандартных сапфировых подложках с- $\text{Al}_2\text{O}_3$  показали возможность получения различной морфологии поверхности слоев. При азотообогатенных условиях поверхность слоев была шероховатой с типичным размером наноколонн 50-100 нм, а при металлообогатенных условиях с отношением общего потока элементов III группы к потоку активированного азота  $F_{\text{III}}/F_{\text{N}} \sim 1.5-2$  поверхность становилась атомарно-гладкой даже при относительно невысоких температурах роста  $\sim 700^\circ\text{C}$  [11]. Дополнительным достоинством металл-обогатенных условий является возможность относительно легкого управления содержанием Al в слоях, поскольку в этом режиме справедливо  $x = F_{\text{Al}}/v_{\text{AlGaN}}$ , где  $F_{\text{Al}}$ -калиброванный поток Al,  $v_{\text{AlGaN}}$  -измеряемая скорость роста слоя, которая определяется потоком активного азота, т.е.  $v_{\text{AlGaN}} = F_{\text{N}}$ . Так как электронная микроскопия показала резкие и планарные гетерограницы в многослойных AlGaN гетероструктурах, выращенных в этом режиме, то это определило его использование в большинстве ростовых процессов в настоящей работе. В этом же режиме были выращены слои  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x=0-1$ ) для определения параметра провисания (bowing) зависимости ширины запрещенной зоны от содержания Al, который оказался равным 1.1эВ [11].

При разработке начальных стадий роста AlGaN гетероструктур основной задачей являлся выбор способов ограничения распространения ПД в активную зону структур, концентрация которых вблизи гетерограницы с подложкой с- $\text{Al}_2\text{O}_3$  превышала  $10^{11}\text{cm}^{-2}$ . Наиболее эффективным оказался подход, при котором на плазменно-нитридной подложке выращивался слой AlN толщиной 250 нм, а затем растилась сверхрешетка (СР) AlN/AlGaN с периодом 10 нм и средним содержанием Al 90%. Это, во-первых, обеспечивало эффективную релаксацию напряжений и, во-вторых, как показывает рис. 1а, ограничивало распространение ПД в направлении роста (0001). Кроме того, нами впервые был обнаружен дополнительный эффект фильтрации (ограничения распространения) ПД в результате самопроизвольного формирования блочных структур с признаками самоупорядочивания в слое  $\text{Al}_{0.77}\text{Ga}_{0.23}\text{N}$  на расстоянии  $\sim 200$  нм от СР, как показано на рис. 1б. Можно предположить, что данный эффект является новым типом релаксации сжимающих напряжений в AlGaN гетероструктурах. Исследования ПД с помощью ПЭМ показали, что в результате действия вышеописанных механизмов наиболее сильно фильтруются винтовые ПД, плотность которых на расстоянии  $\sim 1.7$   $\mu\text{m}$  от подложки в активной области AlGaN-гетероструктур с минимальным  $x=0.4$  снижалась до  $1.5 \cdot 10^9\text{cm}^{-2}$ , что составляло примерно 5% от общей плотности ПД. Относительные плотности смешанных и краевых ПД составляли 55 и 40%, соответственно, т.е. абсолютные значения их плотности составляли  $\sim 10^{10}\text{cm}^{-2}$ .

Существенное внимание в работе уделялось разработке метода формирования структур с КЯ методом субмонослойной дискретной эпитаксии (СДЭ), в котором снижение содержания Al в КЯ достигается за счет формирования короткопериодной СР с суб-монослойными вставками GaN в материал AlGaN барьера (не более шести в КЯ толщиной 3 нм). Модуляция состава отчетливо наблюдалась с помощью ПЭМ (см. рис. 1а). Кроме того, наличие локализованных состояний

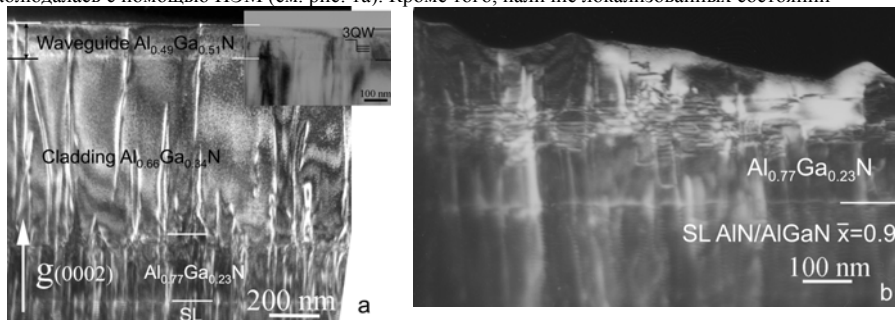


Рис. 1. Изображения поперечного сечения структуры с КЯ, полученные с помощью ПЭМ при условиях наблюдения  $g=(0002)$ . а- общий вид структуры с волноводным слоем и КЯ на вставке; б- область спонтанно сформировавшейся блочной структуры с признаками упорядочивания.

подтверждалось сравнительным анализом спектров ФЛ AlGaN гетероструктур с КЯ и объемных слоев  $Al_xGa_{1-x}N$  толщиной  $\sim 1$  мкм со значениями  $x$ , соответствующими содержанию Al в КЯ и барьерном слое. В первом случае (КЯ) низкотемпературные спектры ФЛ имели несколько полос излучения, которые в случае измерений ФЛ с временным разрешением  $\sim 5$  пс демонстрировали относительно слабый и «короткоживущий» высокоэнергетический пик, соответствовавший ФЛ из барьерного слоя, и гораздо более интенсивную низкоэнергетическую полосу с большим временем жизни (до 2 нс), которая была приписана излучению из КЯ. Эти выводы подтверждались температурными зависимостями ФЛ структур с КЯ, одна из которых показана на рис. 2а. При повышении температуры коротковолновый пик исчезал, что указывает на его связь с рекомбинацией носителей в барьерном слое, концентрация которых в барьере уменьшается с ростом температуры из-за ускорения их транспорта к КЯ. Спектры ФЛ объемных слоев AlGaN демонстрировали одиночные полосы излучения во временных и температурных зависимостях [12].

На рис. 2б демонстрируются спектры ЭЛ диодной структуры с тремя КЯ  $Al_{0.40}Ga_{0.60}M(3\text{нм})/Al_{0.55}Ga_{0.45}N(7\text{нм})$ , электронным блокирующим слоем в виде  $CP\ 20\times AlN/GaN$  (толщиной 20 нм и среднее содержание Al 60%) и р-эмиттерным слоем GaN:Mg. Хотя эти структуры демонстрировали при увеличении прямого тока до 80 мА непрерывное возрастание выходной оптической мощности на пять порядков, они характеризовались относительно высоким сопротивлением: при прямом токе 10 и 80 мА напряжение на структуре составляло 7.5 и 30 В, соответственно. Поскольку концентрация дырок в верхнем р-слое составляла  $\sim 10^{18}\text{см}^{-3}$ , то высокие сопротивления структуры, по-видимому, связаны с недостаточно высоким уровнем легирования слоев n- $Al_{0.55}Ga_{0.45}N:Si$ .

Наибольшее внимание в работе уделялось достижению оптически возбуждаемого лазерного УФ-излучения в AlGaN гетероструктурах. С этой целью были выращены структуры с различными параметрами КЯ, барьерных и волноводных слоев. Первые результаты по лазерной генерации с длиной волны 300.4 нм были получены в структуре с тремя КЯ  $Al_{0.40}Ga_{0.60}N(3\text{нм})/Al_{0.49}Ga_{0.51}N(7\text{нм})$  без волноводного слоя. Из сравнительных исследований временных спектров ФЛ этой структуры был сделан вывод об относительно небольшой дефектности КЯ при небольшой разнице содержания Al в КЯ и барьерных слоях ( $\Delta x=0.09$ ), которая, тем не менее, обеспечивала достаточное ограничение носителей в КЯ. Однако, расчеты параметров лазерной структуры путем решения волнового уравнения в приближении плоских волн показали, что в данной гетероструктуре из-за отсутствия волноводного слоя минимальный порог генерации реализовывался для поперечной моды высокого порядка с фактором оптического ограничения значительно меньше одного процента. Таким образом, наблюдавшийся при комнатной температуре высокий порог генерации 12 МВт/см<sup>2</sup> в данной структуре определялся в первую очередь не качеством активной области, а неудачным дизайном лазерной гетероструктуры. Этот вывод был подтвержден существенным снижением пороговой плотности мощности до 0.8 МВт/см<sup>2</sup> для возбуждения лазерного излучения с длиной волны 303 нм в структуре с волноводным слоем (см. рис.3а), которая согласно расчетам имела оптимальные условия возбуждения для фундаментальной моды с фактором оптического ограничения около 9% и минимально необходимым коэффициентом материального оптического усиления лишь 150 см<sup>-1</sup> и 400 см<sup>-1</sup> в случаях расчета без учета внутренних потерь и при их величине 20 см<sup>-1</sup>, соответственно. Отметим, что данный уровень пороговой мощности соответствует лучшим результатам, полученным для структур, выращенных методом газовой фазной эпитаксии [6,13].

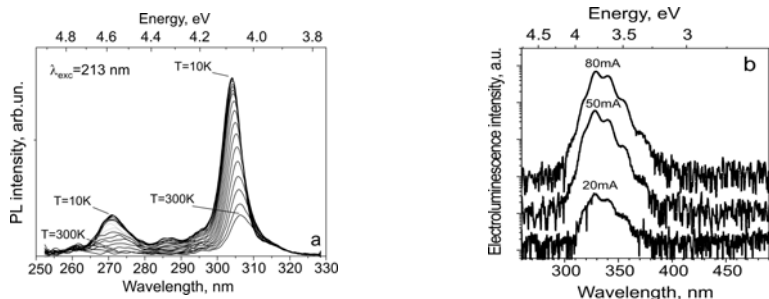


Рис. 2. а- Температурные зависимости ФЛ структуры с тремя КЯ  $Al_{0.40}Ga_{0.60}N/Al_{0.55}Ga_{0.60}N$ ; б- Спектры электролюминесценции при различных прямых токах диодной структуры с тремя КЯ  $Al_{0.40}Ga_{0.60}N/Al_{0.55}Ga_{0.60}N$  и р-эмиттерным слоем GaN:Mg.

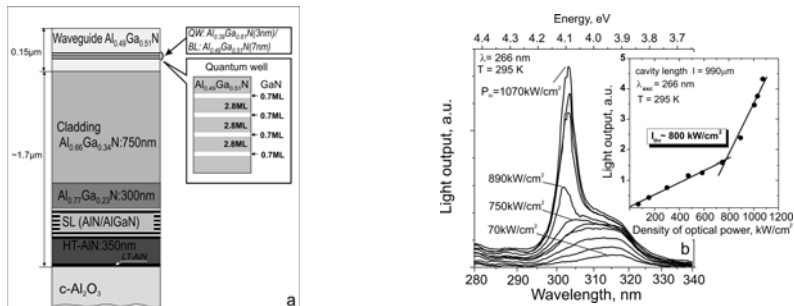


Рис. 3. *a*- Схематичное изображение оптимизированной структуры с тремя КЯ  $\text{Al}_{0.39}\text{Ga}_{0.61}\text{N}/\text{Al}_{0.49}\text{Ga}_{0.51}\text{N}$  (структура одной из КЯ приводится на вставке), которая использовалась для оптического возбуждения лазерного излучения; *b*- спектры выходного излучения при оптическом возбуждении структуры, изображенной слева.

Таким образом, в настоящей работе продемонстрированы возможности получения гетероструктур с КЯ на основе AlGaIn с помощью МПЭ ПА и нового способа формирования КЯ методом СДЭ. Демонстрируются структуры с ЭЛ в УФ-диапазоне 300-320 нм при возбуждении с максимальным током 80 мА, а также структуры с оптически возбуждаемым лазерным излучением с длиной волны 300 нм, в которых пороговая плотность мощности накачки при 290К в результате оптимизации дизайном структура была снижена с 12 до 0.8 МВт/см<sup>2</sup>. Также нами сообщается о методах ограничения плотности ПД в активной области  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x > 0.4$ ) гетероструктур толщиной 1.5 мкм на подложке  $\text{c-Al}_2\text{O}_3$  до уровня  $\sim 10^9$  для винтовых и  $\sim 10^{10}$  см<sup>-2</sup> для смешанных и краевых ПД. Работа поддержана РФФИ (09-02-01397) и программой ОФН РАН «Новые материалы и структуры».

- [1] M.S. Shur, R. Gaska in: Proc. of SPIE, **689419**, 689419, (2008).
- [2] V. Adivarahan et al., Appl. Phys. Expr., **2** (2009) 092102.
- [3] H. Hirayama et al. phys. stat. sol. (c), **5**, No. 9, 2969–2971 (2008).
- [4] <http://www.yole.fr> “UV-LED Market”, 2009.
- [5] H. Yoshida, Y. Yamashita, M. Kuwabara, H. Kan, Appl. Phys. Lett., **93**, 241106, (2008).
- [6] T. Takano, Y. Narita, A. Horiuchi, H. Kawanishi, Appl. Phys. Lett., **84**, 3567, (2004).
- [7] M. Shatalov, M. Gaevski, V. Adivarahan, A. Khan, Jpn. J. Appl. Phys., **45**, L1286(2006).
- [8] Komissarova T. et al., phys. stat. sol. (c), **6**, S466 (2009).
- [9] S. Nikishin et al., Proc. of SPIE, **6121**, 61210T, (2006).
- [10] A. Bhattacharyya et al., Appl. Phys. Lett., **94**, 181907, (2009).
- [11] А.М. Мизеров и др., см. настоящий сборник.
- [12] V.N. Jmerik et al., J. Crystal Growth, **311**, 2080, (2009).
- [13] M. Kneissl et al., J. Appl. Phys., **101**, 123103, (2007).

#### AlGaIn-BASED HETEROSTRUCTURES FOR DEEP ULTRAVIOLET OPTOELECTRONICS GROWN BY PLASMA-ASSISTED MOLECULAR BEAM EPITAXY

*V.N. Jmerik<sup>1\*</sup>, A.M. Mizero<sup>1</sup>, T.V. Shubina<sup>1</sup>, A.A. Sitnikova<sup>1</sup>, M.A. Yagovkina<sup>1</sup>, P.S. Kop'ev<sup>1</sup>, E.V. Lutsenko<sup>2</sup>, N.P. Tarasyuk<sup>2</sup>, A.V. Danilchuk<sup>2</sup>, N.V. Rzhetski<sup>2</sup>, G.P. Yablonski<sup>2</sup>, S.V. Ivanov<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Ioffe Physico-Technical Institute of RAS, Polytekhnicheskaya 26, St. Petersburg 194021, Russia

<sup>2</sup> Stepanov Institute of Physics of NAS Belarus, Independence Ave. 68, 220072, Minsk, Belarus

We have demonstrated possibilities to grow high optical quality AlGaIn multiple-quantum-well structures by plasma-assisted molecular-beam epitaxy directly on a standard c-sapphire substrate, using a new technique of submonolayer digital alloying. Studies of time-resolved photoluminescence (PL) spectra and cw PL temperature dependences (10-300K) of different MQW structures, as well as numerical calculations of the optical gain and confinement in the laser structure allowed us to elaborate the optimum design of AlGaIn-based MQW structures for deep UV lasing at 303nm with the relatively low threshold optical excitation density of 0.8 MW/cm<sup>2</sup>. The MQW structure involved AlGaIn/AlN short-period superlattices to decrease the threading dislocation densities from  $10^{11}$  down to  $10^9$ - $10^{10}$  cm<sup>-2</sup>. Electroluminescence spectra with maximum in the wavelength range of 300-320 nm revealed continuous rising of output light intensity with increase in the forward current up to the maximum value of 80 mA.

## РОСТ ВЫСОКОКАЧЕСТВЕННЫХ СЛОЕВ AlN МЕТОДОМ АММИАЧНОЙ МОЛЕКУЛЯРНО-ЛУЧЕВОЙ ЭПИТАКСИИ

*Т.В. Малин<sup>1</sup>\*, А.В. Тихонов<sup>1</sup>, А.П.Василенко<sup>1</sup>, К.С. Журавлёв<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук, пр. ак. Лаврентьева, 13, 630090, Новосибирск,  
тел. +7(383)3304474, e-mail: [mal-tv@mail.com](mailto:mal-tv@mail.com);

Нитрид алюминия является перспективным материалом ультрафиолетовой оптоэлектроники и сильноточной высокотемпературной электроники благодаря большой ширине запрещенной зоны (6,2 эВ), прямозонности и высокой теплопроводности.

На сегодняшний день наиболее доступным и широко используемым подложечным материалом для эпитаксиального роста слоев AlN является сапфир. Большое различие между параметрами кристаллических решеток и коэффициентами температурного расширения AlN и сапфира ведёт к очень большой плотности дислокаций и ухудшению электрофизических свойств выращиваемых слоев AlN. Для получения слоев AlN приборного качества важным является зарождение слоев AlN заданной полярности (алюминиевой или азотной), а также проведение роста в оптимальных условиях, позволяющих получить слои с низкой плотностью дислокаций и гладкой морфологией поверхности. К основным параметрам роста, задающим границы диапазона двухмерного роста, относятся: температура подложки, скорость роста, поток аммиака. Цель данной работы заключалась в определении оптимальных условий роста слоев AlN на сапфировых подложках.

В работе эпитаксиальные слои AlN выращивались методом МЛЭ на установке CBE Riber 32P. В качестве источника активного азота использовался поток очищенного аммиака, источниками металлов служили стандартные эффузионные ячейки. В эксперименте использовались сапфировые подложки ориентации (0001).

В работе представлены результаты эксперимента, в ходе которого исследовалось влияние условий зарождения и условий роста (потоков алюминия и аммиака, температуры подложки) на качество буферных слоев AlN. Кристаллическое совершенство полученных структур оценивалось с помощью двухкристалльной рентгеновской дифрактометрии по полуширине пиков в симметричном отражении (0002) с открытым детектором. Для выявления преобладающего типа искажений (ориентационные или дилатационные) выполнялось дополнительное измерение с ограниченной апертурой детектора. Было установлено, что в слоях AlN преобладают ориентационные искажения. В ходе эксперимента был выращен ряд образцов равной толщины при одинаковых потоках алюминия и фиксированной температуре подложки при разных потоках аммиака. В результате чего был определён оптимальный поток аммиака при фиксированном потоке Al и неизменной температуре подложки для получения структур с лучшим качеством Al-полярных слоев AlN, что позволило получить слои с шириной пика рентгеновской дифракции в симметричном отражении (0002), равной 432", что соответствует слоям приборного качества. [1].

Работа поддержана грантами РФФИ 09-02-00974 и 09-02-00775.

[1] Ki-Sung Kim, Kyoung-Bo Kim, Seon-Hyo Kim. Nitridation mechanism of sapphire and its influence on the growth and properties of GaN overlayers. Journal of Crystal Growth. 2001, V. 233, pp. 167–176

## GROWTH OF HIGH QUALITY AlN LAYERS BY AMMONIA MOLECULAR-BEAM EPITAXY

*T.V. Malin<sup>1</sup>\*, A.V. Tihonov<sup>1</sup>, A.P. Vasilenko<sup>1</sup>, K.S. Zhuravlev<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Institute of Semiconductor Physics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,  
Lavrentieva avenue 13, 630090, Novosibirsk,  
ph.: +7(383)3304474, e-mail: [mal-tv@mail.com](mailto:mal-tv@mail.com)

In this work the studies of optimal growth conditions for AlN layers on sapphire by ammonia-MBE have been carried out. AlN layers with Al- and N- polarity were grown under different ammonia flux. The dependence of quality of AlN layers with different polarity on ammonia flux was determined. The full width at half maximum of the (0002) X-rays reflection peak was 432" for the best AlN layers with Al-polarity.

## РОСТ СЛОЕВ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ( $x=0-1$ ) С РАЗЛИЧНОЙ ПОЛЯРНОСТЬЮ МЕТОДОМ МОЛЕКУЛЯРНО-ПУЧКОВОЙ ЭПИТАКСИИ С ПЛАЗМЕННОЙ АКТИВАЦИЕЙ АЗОТА

*А.М. Мизеров\*, В.Н. Жмерик, П.С. Копьев С.В. Иванов*

ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Политехническая ул., 26, 194021, Санкт-Петербург,  
тел. +7(812)2927124, e-mail: mizerov@beam.ioffe.ru

Одной из наиболее существенных особенностей молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией азота (МПЭ ПА) соединений  $\text{A}^3\text{N}$  является относительно простое управление кристаллографической полярностью выращиваемых слоев с кристаллической ориентацией (0001), что достигается соответствующим выбором подложки и параметров начальных стадий роста [1]. В большинстве промышленных приборных гетероструктур применяются слои с металлической (Ga-) полярностью, которые обычно имеют более гладкую морфологию поверхности и меньшие концентрации носителей заряда (электронов) по сравнению со слоями противоположной N-полярности [2,3]. Однако получение последних интересно для развития технологий роста гетероструктур  $\text{A}^3\text{N}$  с пониженным встроенным пьезоэлектрическим полем, реализации новых конструкций гетероструктур с повышенной подвижностью двумерного электронного газа и др. [4]. В данной работе анализируются условия МПЭ ПА, определяющие тип полярности слоев тройного соединения  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x=0-1$ ), и проводится сравнительное исследование кинетики роста этих слоев.

Большинство слоев AlGaN выращивались на подложках  $\text{s-Al}_2\text{O}_3(0001)$ , которые предварительно отжигались при температуре  $T_5=800^\circ\text{C}$ , а затем нитридизовались в потоке плазменно-активированного азота ( $F_{N^*}$ ) при  $T_5=700^\circ\text{C}$ . Дополнительно были выращены слои  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x<0.5$ ), в которых в качестве буферных слоев использовались либо N-полярные слои GaN, полученные в том же ротовом процессе МПЭ ПА на нитридизованных подложках  $\text{s-Al}_2\text{O}_3$ , либо Ga-полярные темплеты GaN толщиной 3 мкм, предварительно выращенные методом ГФЭМОС. Слои AlGaN толщиной около 1 микрона выращивались при различных скоростях роста от 0.2 до 0.5 монослой(МС)/с,  $T_5=650-820^\circ\text{C}$  и отношениях потоков атомов металлов III группы к потоку активированного азота  $F_{III}/F_{N^*}=0.8-2.2$ . Рост контролировался методами лазерной рефлектометрии и дифракции отраженных быстрых электронов. Полярность слоев AlGaN определялась методом химического травления слоев в растворе 2М NaOH. Морфология слоев AlGaN и содержание в них Al характеризовались с помощью растровой электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии.

В случае роста слоев  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  непосредственно на  $\text{s-Al}_2\text{O}_3$  при относительно низких концентрациях Al ( $x=0-0.2$ ) наблюдался рост N-полярных слоев, в то время как при высоких значениях  $x>0.4$  и  $F_{III}/F_{N^*}>1$  слои имели Ga-полярность. Полярности AlGaN слоев при росте на N- и Ga-полярных буферных слоях GaN повторяли полярности последних. Эти результаты соответствуют общим представлениям об определяющей роли состава верхнего мономолекулярного слоя на полярность растущего на нем слоя  $\text{A}^3\text{N}$  и связи между переходом от азотной к металлической полярности и образованием на поверхности нескольких (как минимум двух) монослоев Al [1]. По-видимому, этим процессом и объясняется наблюдавшаяся нами инверсия полярности при повышении значений  $F_{III}/F_{N^*}$ , необходимых для достижения высоких  $x>0.4$ .

На рисунке 1а представлены температурные зависимости скорости роста слоев  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  на различных подложках при значениях  $F_{Al}=0.25$  МС/с,  $F_{Ga}=0.27$  МС/с и  $F_{N^*}=0.5$  МС/с. Из этих зависимостей следует, что для заданного  $x=0.5$  максимальные значения скорости роста наблюдаются до  $T_5=780^\circ\text{C}$  в случае роста N-полярного слоя (кривая 1), в то время как при росте Ga-полярных слоев на Ga-полярном темплете (кривая 2) и  $\text{s-Al}_2\text{O}_3$  (кривая 3) снижение скорости роста слоев происходит уже при  $T_5=720$  и  $680^\circ\text{C}$ , соответственно. Анализ слоев AlGaN продемонстрировал практически полное встраивание Al и наличие существенной десорбции Ga, что объясняется большей энергией связи Al-N по сравнению с Ga-N. Кроме того, полученные зависимости свидетельствуют о более легкой десорбции Ga адатомов с Ga-полярной поверхности AlGaN по сравнению с N-полярной поверхностью, что может быть объяснено различной структурой поверхностных слоев и, следовательно, различной энергией связи адатомов в них. Кроме того, наблюдавшиеся меньшие скорости роста Ga полярных слоев AlGaN на подложках  $\text{s-Al}_2\text{O}_3$  по сравнению со скоростями роста слоев с той же полярностью на GaN темплете (кривые 3 и 2, соответственно), по-видимому, связаны с большими сжимающими напряжениями в первом случае из-за более сильного рассогласования постоянных решеток, что облегчает разрыв связей Ga-N уже при относительно низких  $T_5\sim 680^\circ\text{C}$ .

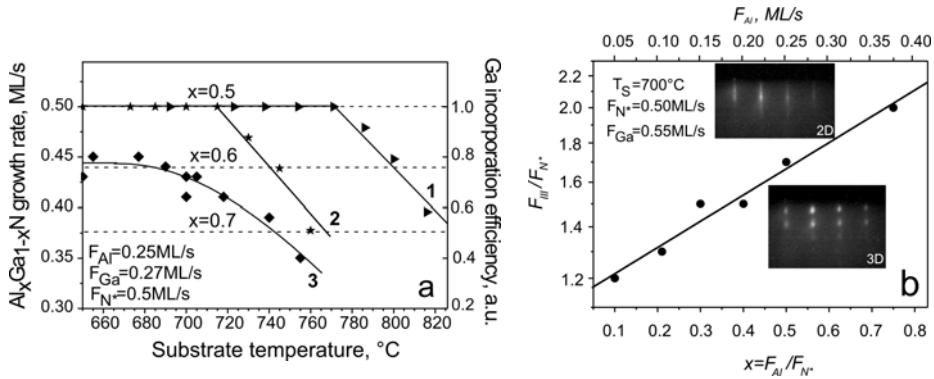


Рис.1. *a* – Температурные зависимости скоростей роста различных слоев  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ , выращенных при  $F_{\text{III}}/F_{\text{N}^*} \sim 1$  и  $F_{\text{Al}}/F_{\text{N}^*} \sim 0.5$ . 1 - N-полярный слой на GaN-МПЭ ПА буферном слое; 2- Ga-полярный слой на GaN ГФЭМОС темплайте; 3 - Ga-полярный слой на c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> подложке. *b* - Диаграмма роста слоев  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x=0.1-0.8$ ) на c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при постоянных  $F_{\text{N}^*}$ ,  $F_{\text{Ga}}=0.5$  МС/с и  $T_S=700^\circ\text{C}$ . Прямая на диаграмме определяет минимальные значения  $F_{\text{III}}/F_{\text{N}^*}$ , при которых возможен двумерный рост слоев.

Рисунок 1b демонстрирует диаграмму роста слоев  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x=0.1-0.8$ ) на c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при постоянном значении  $T_S=700^\circ\text{C}$  с различной морфологией поверхности - от атомарно-гладкой до шероховатой. Из этой диаграммы следует, что для достижения двумерного механизма роста AlGa<sub>x</sub>N слоев с атомарно-гладкой морфологией и небольшим содержанием Al ( $x < 0.2$ ) необходимы относительно небольшие значения  $F_{\text{III}}/F_{\text{N}^*} \sim 1.2-1.3$ , а при  $x > 0.4$  для этого необходимы значения  $F_{\text{III}}/F_{\text{N}^*} \sim 1.6-2.0$ . Отметим, что даже в последнем случае не происходит образование металлических микрокапель на поверхности слоя, что обычно наблюдается при росте GaN при подобных значениях  $F_{\text{III}}/F_{\text{N}^*}$ . Это свидетельствует о сложной картине адсорбционно/десорбционных процессов, приводящих к образованию на поверхности тройного соединения квазижидкого слоя с повышенной подвижностью адатомов. Отметим также показанную на рис.1b зависимость  $x \sim F_{\text{Al}}/F_{\text{N}^*}$  (при постоянных значениях  $F_{\text{N}^*}$ ,  $F_{\text{Ga}}$  и  $T_S$ ), которая позволяет достаточно точно и легко контролировать содержание Al в слоях растущей AlGa<sub>x</sub>N гетероструктуры.

Таким образом, показаны возможности контролируемого роста методом МПЭ ПА эпитаксиальных слоев AlGa<sub>x</sub>N с различной полярностью, включая практически важные атомарно-гладкие Ga-полярные слои с высоким ( $x > 0.4$ ) и легко регулируемым содержанием Al.

- [1] A.Yoshikawa and K.Xu, Thin Solid Films **412** 38, (2002).
- [2] D.Heying et al., Appl. Phys. Lett., **88**, 1855, (2001).
- [3] X.Q.Shen, Appl. Phys. Lett., **77**, 4013, (2000).
- [4] S.Keller, J. Appl. Phys., **103**, 033708, (2008).

### GROWTH OF $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ LAYERS ( $0 < x < 1$ ) WITH DIFFERENT POLARITIES BY PLASMA-ASSISTED MOLECULAR BEAM EPITAXY

A.M. Mizerov\*, V.N. Jmerik, P.S. Kop'ev and S.V. Ivanov

Ioffe Physico-Technical Institute of RAS, Polytekhnicheskaya, 26, 194021, Saint-Petersburg, phone. +7(812)2927124, e-mail: mizerov@beam.ioffe.ru;

The paper reports on growth conditions to obtain the  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  ( $x=0-1$ ) layers with both Ga and N-polarities by using plasma assisted molecular beam epitaxy on standard c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrates, different templates and buffer layers. It has been found that  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  layers with Ga-polarity can be grown directly on nitrated c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrate at the high Al mole fraction ( $x > 0.4$ ). Study of growth kinetics revealed a higher temperature stability of N-face AlGa<sub>x</sub>N layers in comparison with the Ga-face ones. It has been found that to achieve two-dimensional growth of  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  films within  $x=0.1-0.8$  without formation of the metallic droplets, a group III to activated nitrogen flux ratio  $F_{\text{III}}/F_{\text{N}^*}$  has to be increased from 1.3 to 2 respectively. Furthermore, Al-content in the AlGa<sub>x</sub>N layers can be control by using a simple ratio of the calibrated aluminum flux to the measured total growth rate  $x = F_{\text{Al}}/V_{\text{AlGa}_x\text{N}}$ , the latter being governed by the active nitrogen flux under the used metal-rich growth conditions.

## ВЛИЯНИЕ ОРИЕНТАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ ПОДЛОЖКИ САПФИРА НА СТРУКТУРНОЕ СОВЕРШЕНСТВО ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ GaN, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ХЛОРИДНО-ГИДРИДНОЙ ЭПИТАКСИИ

*А.А. Донсков<sup>1</sup>, Л.И. Дьяконов<sup>1</sup>, А.В. Говорков<sup>1</sup>, Ю.П. Козлова<sup>1</sup>, С.С. Малахов<sup>1</sup>, А.В. Марков<sup>1</sup>, М.В. Мельсенный<sup>1\*</sup>, В.Ф. Павлов<sup>1</sup>, А.Я. Поляков<sup>1</sup>, В.И. Ратушный<sup>2</sup>, Н.Б. Смирнов<sup>1</sup>, Т.Г. Югова<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>ОАО «Гиредмет», Б. Толмачёвский пер., д.5, стр.1, 119017, г. Москва,

тел.: +7(495)9530853, e-mail: icpm@girnet.ru,

<sup>2</sup>ВИ(Ф) ГОИ ВПО ЮРГИ (НПИ), ул. Ленина, д. 73/94, 347360, г.Волгодонск Ростовской обл.,

тел.+7(86392)25438, e-mail:npil@mail.ru

Экспериментально полученные ориентационные соотношения между сапфировыми подложками и наращиваемыми на них слоями нитрида галлия для случаев использования технологий молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) и газовой эпитаксия из металло-органических соединений (МОСVD) суммированы в обзорной работе [1].

Систематических данных об ориентационных соотношениях сапфира и нитрида галлия применительно к выращиванию толстых эпитаксиальных слоев методом хлорид-гидридной эпитаксии (ХГЭ) в литературе не обнаружено. Ввиду отсутствия в литературе надежных данных об ориентационных соотношениях сапфира и нитрида галлия для случая выращивания толстых слоев методом ХГЭ получение таких данных было одной из основных задач настоящей работы.

При выращивании GaN со структурой вюрцита в качестве подложек использовали сапфировые подложки с различной кристаллографической ориентацией поверхности: неполярные подложки (11-20) и (10-10) (так называемые **a**- и **m**-ориентации), частично полярные подложки (10-12) (**r**-ориентация), а также традиционно используемые полярные подложки (0001) (**c**-ориентация), которые служили образцами сравнения.

Установлено, что на подложках **c**- и **a**-ориентации поверхность выращенных слоев была ориентирована по плоскости (0001), на **m** подложке слой ориентирован по плоскости (10-13), а на **r** – (11-20).

Морфология поверхности слоев GaN существенно зависит от ориентации поверхности подложки, а также от толщины слоя. Слои, выращенные на подложках **c**- и **a**-ориентации характеризуются гладкой поверхностью с ямами роста, при этом средняя плотность ям роста, их размер и также глубина не зависят от толщины слоя. Поверхность слоев GaN, выращенных на подложках **m**-ориентации, ограничена террасами, идущими под углом 120°, на фоне которых наблюдаются ямы роста. С ростом толщины слоя рельеф поверхности ухудшается, а также изменяется форма ям: в тонких слоях это равнобедренные остроугольные треугольники, а в толстых – ромбы. Кроме этого на поверхности слоёв наблюдается полосчатый рельеф. Наиболее сильно развитый рельеф поверхности наблюдается в слоях, выращенных на подложках **r**-ориентации в виде ромбов, при этом ям роста не наблюдается. Рельеф поверхности также ухудшается с ростом толщины слоя. Иногда наблюдается полосчатый рельеф.

Можно предположить, что различие морфологии поверхности слоев связано с формой зародышей, образующихся на поверхности подложек различной ориентации. Очевидно, что на подложках **c**- и **a**-ориентации форма островков отличается незначительно: на поверхности подложки **c**-ориентации – это четко выраженные гексагоны, а на поверхности подложки **a**-ориентации – деформированные гексагоны. При выращивании на подложке **m**-ориентации образуются островки, представляющие собой треугольные призмы, а на подложках **r**-ориентации зародыши имеют прямоугольную форму.

На поверхности слоев GaN, выращенных на подложках **m**- и **r**-ориентации, наблюдается полосчатый рельеф, возникающий при пересечении поверхности слоя дефектами упаковки различного типа.

На сколе структур, выращенных на подложках **c**- и **a**-ориентации, наблюдаются четко выраженные колонны, ориентированные перпендикулярно гетерогранице, в слоях на подложках **m**-ориентации также наблюдаются колонны, идущие под углом ~ 65° к поверхности, а в слоях, выращенных на подложках **r**-ориентации, на сколах колонн не наблюдается. Наиболее сильно развитый рельеф поверхности наблюдается в слоях GaN, выращенных на подложках **r**-ориентации.

Структурные характеристики полученных слоёв GaN определялись с помощью рентгенодифракционных методов и оптической металлографии с использованием селективного травления в расплаве щелочей эвтектического состава..



Рентгенодифракционные методы исследования показали, что с ростом толщины слоя улучшается структурное совершенство слоев. Наиболее сильно изменяется полуширина пика дифракционного отражения для слоя, выращенного на подложке **m**-ориентации.

При травлении в смеси щелочей КОН и NaOH эвтектического состава слоев GaN, выращенных на подложках **c**- и **a**-ориентации, на поверхности плёнок обычно выявлялись достаточно четко ограниченные гексагональные ямки травления, связанные с винтовыми или смешанными дислокациями, выходящими на поверхность под косым углом, а также мелкие ямки травления с большей плотностью, связанные с чисто краевыми дислокациями, выходящими на поверхность под прямым углом. При травлении слоев, выращенных на подложках **m**-ориентации, выявлялись ямки травления в форме вытянутых ромбов. На подложках **r**-ориентации наблюдаются ямки травления в форме остроугольных равнобедренных треугольников. В эпитаксиальных слоях, выращенных на подложках **c**-ориентации, как правило, наблюдается равномерное распределение дислокаций по поверхности структуры, в то время как в слоях, выращенных на подложках **a**-ориентации, чаще всего наблюдается скопление дислокаций в виде малоугловых границ. В слоях, выращенных на подложках **m**- и **r**-ориентации, дислокации распределены неоднородно, что, по-видимому, связано с сильно развитым рельефом поверхности, который формируется в процессе роста слоев.

Помимо дислокационных ямок при травлении эпитаксиальных слоев, выращенных на подложках **m**- и **r**-ориентации, выявляются дефекты упаковки. Дефекты упаковки в слоях GaN изучали также с помощью микрокатодолюминесценции.

С ростом толщины слоев GaN, выращенных на подложках сапфира всех исследованных ориентаций, их структурное совершенство существенно улучшается. При толщине слоев в несколько сотен мкм плотность дислокаций приближается к значениям  $1 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$  и ниже. При малых толщинах совершенство структуры падает в ряду подложек **c-a-r-m**-ориентации. Особенно плохую структуру имели слои, выращенные на подложках **m-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**. При больших толщинах (свыше 200 мкм) слои **c-GaN**, выращенные на подложках **c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** и **a-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**, имели практически одинаковое совершенство структуры. Близкие к ним значения полуширины КДО имели и слои неполярного **a-GaN**, выращенные на подложках **r-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**. Значительно хуже выглядит структура слоев с частично полярной ориентацией, выращенных на подложках **m-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**. Полученные данные позволяют сделать вывод о том, что известный ранее для случая выращивания на подложках **c-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** эффект снижения плотности дислокаций при увеличении толщины слоя имеет место и при выращивании на подложках других ориентаций.

Работа выполнялась при частичной поддержке РФФИ (грант №07-02-13523 и №07-02-01121)

[1] P.R. Hageman, V. Kirilyuk, W.H.M. Corbeek, et al. J.Crystal Growth 255 (2003) 241–249.

## THE INFLUENCE OF SAPPHIRE SUBSTRATE ORIENTATION ON CRYSTALLINE QUALITY OF GaN FILMS GROWN BY HYDRIDE VAPOR PHASE EPITAXY

*A.A. Donskov<sup>1</sup>, L.I. Dyakonov<sup>1</sup>, A.V. Govorkov<sup>1</sup>, Yu.P. Kozlova<sup>1</sup>, S.S. Malakhov<sup>1</sup>, A.V. Markov<sup>1</sup>, M.V. Mezhenyev<sup>1,2</sup>, V.F. Pavlov<sup>1</sup>, A.Y. Polyakov<sup>1</sup>, V.I. Ratushnyi<sup>2</sup>, N.B. Smirnov<sup>1</sup>, T.G. Yugova<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>Joint-stock company "Giredmet", B. Tolmachevkii. 5-1, 119017, Moscow,

ph.: +7(495)9530853, e-mail: icpm@girmed.ru,

<sup>2</sup>VI(F) GOI VPO YuRGTI (NTI), Lenina, 73/94, 347360, Volgodonsk Rostovskoj obl.,

ph.+7(86392)25438, e-mail:npil@mail.ru

GaN films were grown by hydride vapor phase epitaxy on sapphire substrates with orientations **c** - (0001), **a** - (11-20), **m** - (10-10) and **r** - (10-12) using N<sub>2</sub> as a carrier gas. The crystalline perfection of the grown films was studied by x-ray diffraction, by optical microscopy and scanning electron microscopy and by microcathodoluminescence (MCL). It was found that, for **c** and **a**-oriented sapphire substrates, the GaN films showed (0001) orientation, for **m**-oriented sapphire the films showed semi-polar (10-13) orientation, while for **r**-sapphire substrates GaN layers with non-polar **a**(11-20) orientation could be grown. The surface morphology of the GaN films and their crystalline structure strongly depended on the substrate orientation. With increasing the layer thickness the halfwidth of the x-ray rocking curves monotonically decreased which points to improvement of the crystalline quality. The best quality films were grown for the **c** and **r**-oriented substrates: respectively, 460 arcseconds at the thickness of 400 nm, 600 arcseconds at the thickness of 300 microns. For **m**-oriented substrates the halfwidth was 1300 arcseconds at comparable thickness. The density of stacking faults for semipolar and non-polar films was determined by MCL imaging.

## ПУТИ ПОДАВЛЕНИЯ ПАРАЗИТНОЙ ДЕПОЗИЦИИ В ВЕРТИКАЛЬНЫХ ХЛОРИД-ГИДРИДНЫХ РЕАКТОРАХ ДЛЯ ПРИЗВОДСТВА ПОДЛОЖЕК НИТРИДА ГАЛЛИЯ

***Ю.Т. Ребане<sup>1</sup>, Ю.С. Леликов<sup>1</sup>, Р.И. Горбунов<sup>1</sup>, А.С. Зубрилов<sup>1</sup>, Н.И. Бочкарева<sup>1</sup>, В.В. Вороненков<sup>2</sup>, Ф.Е. Латышев<sup>3</sup>, А.И. Цюк<sup>2</sup>, Ю.Г. Шретер<sup>1\*</sup>***

<sup>1</sup>Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН. Политехническая ул., 26, 194021, Санкт-Петербург, тел. +7(921)9606185, shreter@peterlink.ru;

<sup>2</sup> Санкт-Петербургский государственный политехнический университет. Политехническая ул., 29, 195251, Санкт-Петербург

<sup>3</sup>НИИ Физики им. В.А. Фока Физического факультета СПбГУ. Ульяновская ул., 1, 198504, Санкт-Петербург

Хлорид-гидридный метод (HVPE) является одним из основных методов получения эпитаксиальных подложек нитрида галлия. Существенной проблемой при выращивании подложек этим методом является паразитная депозиция  $GaN$  на носиках подводящих труб, поставляющих реагенты  $GaCl$  и  $NH_3$  в реакционную камеру вертикального HVPE реактора. Для борьбы с паразитной депозицией обычно используют обдувку подводящих труб нейтральным газом  $N_2$ . Такая обдувка позволяет существенно уменьшить, а иногда и полностью подавить паразитную депозицию. Однако, степень подавления паразитной депозиции оказывается зависящей от массовых потоков реагентов, и при малых потоках паразитная депозиция опять проявляется в полной мере. В современных вертикальных HVPE реакторах появление паразитной депозиции обычно связывают с развитием турбулентности в газовых потоках.

В настоящей работе мы моделировали развитие турбулентности в газовых потоках вертикального HVPE реактора, и исследовали причины появления паразитной депозиции на носиках подводящих труб и в обдувочной трубе. Схема исследованного реактора представлена на Рис.1.

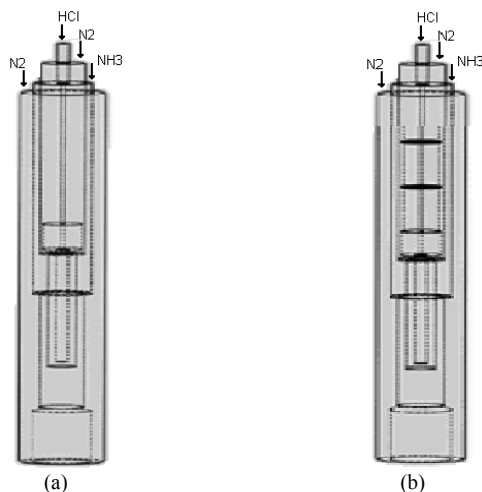


Рис.1. Схема вертикального HVPE реактора.

а - вариант реактора со свободным пространством над Ga-лодочкой

б - вариант реактора с разбитым на отсеки пространством над Ga-лодочкой

Проведенное численное моделирование газовых потоков показало, что для уменьшения паразитной депозиции необходимо подавить вихревое движение газов в реакционной камере и подводящих трубах. Для этого достаточно согласовать скорости потоков в подводящих и

обдувочной трубах. Вклад конвекции в возникновение вихрей в реакционной камере и в районе носиков подводящих труб несущественен, поскольку градиент температуры в этой области мал.

Однако, для подавления паразитной депозиции этого не достаточно, поскольку развитая конвекция в свободном пространстве обдувочной трубы над Ga-лодочкой, удаленном от реакционной камеры, может также приводить к паразитной депозиции из-за затягивания реагентов в обдувочную трубу, Рис 1а. Такое затягивание реагентов на длину  $\Delta L \sim 1$  см мы наблюдали при увеличении диаметра верхнего отрезка обдувочной трубы над Ga-лодочкой.

Для уменьшения паразитной депозиции в обдувочной трубе нами был сконструирован вариант HVPE-реактора с разбитым на отсеки пространством над Ga-лодочкой, в котором конвекция в верхней части реактора над лодочкой была существенно подавлена, Рис.1б. Однако, экспериментальное исследование показало, что паразитная депозиция в модифицированном реакторе изменилась незначительно.

Для выяснения вклада конвекционных скачков давления в паразитную депозицию было проведено численное моделирование и найдено, что соответствующие флуктуации давления составляют  $\Delta P \sim 1$  Па и не могут быть ответственными за наблюдаемое затягивание реагентов в подводящие трубы.

Действительно, длину высаживания паразитной депозиции  $\Delta L$  при затягивании реагентов в обдувочную трубу можно оценить как  $\Delta L \approx L^* \Delta P / P$ , где  $P$  – давление в реакторе,  $L^* = L_1 + L_2(T_1/T_2)(S_2/S_1)$  – эффективная длина подводящей трубы,  $L_1$  и  $L_2$  – длины нижнего и верхнего отрезков трубы, а  $S_1, S_2$  и  $T_1, T_2$  – соответствующие площади сечения и температуры. В нашем реакторе  $L^* = 288$  см и давление равно атмосферному, поэтому длина высаживания паразитной депозиции  $\Delta L \sim 1$  см требует  $\Delta P \sim 350$  Па, что значительно превышает перепады давления из-за конвекции  $\Delta P \sim 1$  Па.

Другой причиной затягивания реагентов в обдувочную трубу могут быть флуктуации средней температуры в верхней части обдувочной трубы из-за неустойчивости нагрева газов. Неустойчивый во времени нагрев газа дает  $\Delta L \approx L^* \Delta T / T$ . Величина перепада средней температуры во времени, необходимая для объяснения длины паразитной депозиции  $\Delta L = 1$  см, равна  $\Delta T / T \approx 1/288 = 0.0035$  или  $\Delta T \approx 3$  К. Проведенные оценки показали, что такие флуктуации температуры вполне возможны, и это позволяет сделать вывод о связи наблюдаемого затягивания реагентов в обдувочную трубу с флуктуациями средней температуры в ее верхней части.

Из проведенного анализа можно заключить, что для подавления паразитной депозиции следует:

1. Согласовать скорости потоков в подводящих и обдувочной трубах.
2. Ликвидировать свободный объем в верхней части обдувочной трубы.
3. Исключить резкие внешние тепловые воздействия на реактор.
4. Использовать внутренние трубы из материалов, поглощающих тепловое излучение.

## WAYS TO SUPPRESS PARASITIC DEPOSITION IN VERTICAL HVPE REACTORS FOR GROWTH GALLIUM NITRIDE SUBSTRATES

*Y.T. Rebane<sup>1</sup>, N.I. Bochkareva<sup>1</sup>, V.V. Voronenkov<sup>2</sup>, R.I. Gorgunov<sup>1</sup>, Ph.E. Latyshev<sup>3</sup>,  
Y.S. Lelikov<sup>1</sup>, A.S. Zubrilov<sup>1</sup>, A.I. Tsuk<sup>2</sup>, Y.G. Shreter<sup>1\*</sup>*

<sup>1</sup>A.F.Ioffe Physical-Technical Institute of the Russian Academy of Sciences, Polytechnicheskaya st., 26, 194021, St. Petersburg, phone. +7(921)9606185, shreter@peterlink.ru;

<sup>2</sup> St.-Petersburg State Polytechnical University, Polytechnicheskaya st., 29, 195251, St. Petersburg

<sup>3</sup>V.F.Fock Institute of Physics St.Petersburg State University, Ulianovskaya st., 1, 198504, St. Petersburg

Origin of parasitic deposition in vertical HVPE reactor is studied. It is found that the pressure fluctuations related to convection has practically no contribution, whereas fluctuations in average temperature in upper part of gas tubes contribute strongly to parasitic deposition. Several ways to suppress parasitic deposition have been suggested.

## HVPE TECHNOLOGY AND REACTOR TO PRODUCE GaN SUBSTRATE MATERIALS

*A. Usikov<sup>\*</sup>, N. Singh, V. Soukhoveev, O. Kovalenkov, A. Syrkin, V. Ivantsov,  
T. Cornish, B. Scanlan, and L. Leung*

Technologies and Devices International an Oxford Instruments Company, 12214 Plum Orchard Dr.,  
Silver Spring, MD 20904, USA, \*e-mail: alexander.usikov@oxinst.com

GaN substrate materials are getting much attention because they provide defect reduction and improvement of the optoelectronic and electronic device performance. Due to difficulties in growing, bulk GaN substrates are not widely available for device developers. Hydride vapor phase epitaxy (HVPE) is well known as a fast deposition technique to grow low-defect thick GaN materials used as substrates for fabrication of optoelectronics and high power electronics devices. HVPE has also been considered as an enabler for manufacturing full-device structures [1, 2]. This wide range-growth-rate technique can produce high-quality epitaxial layers, including n- and p-type doping utilizing silane (SiH<sub>4</sub>) and Cp<sub>2</sub>Mg, at thicknesses that vary from a few nanometers to several millimeters [3, 4].

Oxford Instruments – TDI, Inc. has recently developed a commercial HVPE reactor capable of growing thick GaN on multiple substrates and of different sizes during a process run. In this work we report on the in-depth characterization of the multi wafer HVPE system in terms of material quality and reproducibility of thick GaN/sapphire template substrates.

Thick template substrate is a way for fabrication substrate materials with close crystal lattice and thermal expansion match to the device structures. Thick template substrates provide better thermal management in the upper grown device structures, easier GaN liftoff and handling with free-standing GaN material. Thick template substrates allow polishing and slicing if necessary. HVPE-fabricated template substrates are much more cost effective substrate solution for Solid State Lighting. Low defect thick GaN material enables to improve the “conventional” high brightness LED efficiency. Other capability opens the way to cost effective high efficiency “all HVPE” visible and UV LED manufacturing technology.

The GaN growth process was performed at 1000-1050°C at atmospheric pressure in an argon ambient with metallic Ga as the source material, and HCl and NH<sub>3</sub> as the active gases. The growth rate and V/III ratio was approximately 1-4 μm/min and 1-50, respectively. A high capacity Ga source was developed to allow the growth of thick GaN layers without frequent refilling of the source metal. Depending on growth conditions, up to 700 μm of GaN can be grown utilizing developed Ga source without re-filling. 2-inch, 3-inch-, 4-inch, and 6-inch sapphire were used as substrates.

Grown wafers have mirror-like surface without pinholes and cracks. Table 1 demonstrates thickness and XRD data measured within the batch consisting of seven 2-inch wafers (7×2-inch). Thickness deviation is 3.9 % within the batch. The wafers had pretty good crystalline quality. For 123 μm thick GaN layer X-ray rocking curve full width at half maximum (FWHM) was 116 arcsec and 179 arcsec for symmetric (00.2) and asymmetric (10.2) reflections, respectively. The data correspond to dislocation density in the low 10<sup>7</sup> cm<sup>-2</sup> range. Fig.1 shows view of two 120 μm thick GaN wafers fabricated on 100-mm c-plane sapphire. The surface is smooth without pyramids and pin holes.

Surface roughness (rms) measured by atomic force microscopy (AFM) using 10 μm x 10 μm scan was 0.48 nm for 110 μm thick GaN layer and 0.385 nm for 50 μm thick GaN layer grown on 2-inch sapphire. Atomic steps were clearly seen in the AFM image.

Table 2 demonstrates run to run reproducibility of thickness and X-ray rocking curves FWHM in 100 mm thick GaN layer grown on 3-inch c-plane sapphire substrates. Fig.2. shows thickness distribution measured over 3-inch GaN/sapphire wafers fabricated in three separated runs. Thickness deviation is 2-6%. Other parameters of thick GaN layer grown on large area sapphire will be presented. Self-separations of thick GaN layer during cooling down will be also discussed.

Sample #	Thickness $\mu\text{m}$	X-ray FWHM, arc sec	
		(00.2)	(10.2)
1	117.3	134	156
2	115.8	133	175
3	123.4	116	179
4	115.9	139	175
5	119.5	148	214
6	124.7	157	182
7	124	158	217

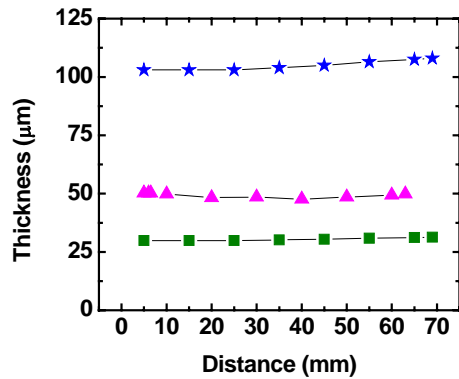
**Table 1:** Thickness and XRD data variation within the batch of 7×2-inch wafers.



**Fig.1:** Large area wafer capability. View of two 120  $\mu\text{m}$  thick GaN wafers fabricated on 100-mm c-plane sapphire.

Wafer	Thickness $\mu\text{m}$	X-ray FWHM, arc sec	
		(00.2)	(10.2)
A1	98.0	116	117
A2	97.9	114	140
A3	97.0	119	147
B1	107.8	121	125
B2	103.8	124	145
B3	101.2	123	146

**Table 2:** Run to run reproducibility of thickness in 100  $\mu\text{m}$  thick GaN layer grown on 3-inch c-plane sapphire substrates.



**Fig.2:** Thickness distribution measured over 3-inch GaN/sapphire wafers fabricated in three separated runs.. Thickness deviation is 2-6%..

- [1] A.V. Sampath, et al., "n-InGaN/p-GaN single heterostructure light emitting diode with p-side down.", Appl. Phys. Lett. 93, 133505 (2008).
- [2] G.A. Smith, et al., "341 nm emission from hydride vapor-phase epitaxy ultraviolet light-emitting diodes", J. Appl. Phys. 95, p. 8247 (2004).
- [3] A. Usikov, et al., "Novel HVPE technology to grow nanometer thick GaN, AlN, AlGaIn layers and multi-layered structures", Phys.Stat.Sol. (c) 4, (2007) 2301-2305.
- [4] A. Usikov, et al., "P-Type GaN Epitaxial Layers and AlGaIn/GaN Heterostructures With High Hole Concentration and Mobility Grown by HVPE". Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 831 (2005) E8.28, p.453-457.