

РЕАЛЬНАЯ СТРУКТУРА
КРИСТАЛЛОВ

УДК 548.4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИПОВ ДИСЛОКАЦИЙ И ИХ ПЛОТНОСТИ
В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЯХ GaN РАЗЛИЧНОЙ ТОЛЩИНЫ
С ПОМОЩЬЮ МЕТОДОВ ОПТИЧЕСКОЙ И АТОМНО-СИЛОВОЙ
МИКРОСКОПИИ

© 2012 г. К. С. Кравчук, М. В. Меженный*, Т. Г. Югова**

Московский институт стали и сплавов

** Институт химических проблем микроэлектроники, Москва*

*** Открытое акционерное общество “Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности”, Москва*

E-mail: P_Yugov@mail.ru

Поступила в редакцию 16.06.2011 г.

С помощью методов оптической и атомно-силовой микроскопии исследовано изменение плотности дислокаций на поверхности эпитаксиальных слоев GaN, выращенных методом хлоридно-гидридной эпитаксии на подложках сапфира *c*- и *г*-ориентации. Показано, что наблюдаемое уменьшение плотности наклонных дислокаций с увеличением толщины слоя связано с аннигиляцией дислокаций смешанного типа. Получено хорошее соответствие экспериментальных и теоретических данных для изменения плотности дислокаций смешанного типа с увеличением толщины эпитаксиального слоя.

ВВЕДЕНИЕ

GaN в настоящее время – ключевой материал для создания приборной базы коротковолновой оптоэлектроники, в частности белых люминесцентных и УФ-светодиодов и лазерных диодов, сверхмощных высокотемпературных СВЧ-транзисторов, мощных силовых приборов. Высокая плотность наклонных дислокаций (НД), препятствующая повышению параметров приборов, является одной из главных проблем для получения высококачественных слоев. Поэтому понятен интерес в понимании природы наклонных дислокаций в слоях GaN и способов снижения их плотности в эпитаксиальных структурах.

Один из способов снижения плотности НД в слоях – использование буферных слоев. Этот метод очень эффективен при выращивании слоев соединений $A^{III}B^V$, имеющих решетку типа цинковой обманки. Совсем другая ситуация в нитридных полупроводниках, имеющих гексагональную вюрцитную решетку. Экспериментально установлено, что линии направлений основной части НД проходят нормально к границе подложка-слой и параллельно направлению [0001]. Детальный анализ показывает, что в слоях, полученных методом молекулярно-лучевой (МЛЭ) и МОС-гидридной эпитаксии (МОСГЭ), основная часть НД – краевые (вектор Бюргерса $\mathbf{b} = \langle 11\bar{2}0 \rangle$) и винтовые ($\mathbf{b} = \langle 0001 \rangle$). В [1] показано, что дислокации смешанного типа ($\mathbf{b} = 1/3\langle 11\bar{2}3 \rangle$) наклонены приблизительно на 12° к нормали к гетерогра-

нице. В слоях GaN ориентации $(11\bar{2}0)$ направление [0001] лежит в плоскости гетерограницы, следовательно, краевые и винтовые дислокации, идущие вдоль этих направлений, залегают в плоскостях, параллельных плоскости гетерограницы. Таким образом, понятны трудности, возникающие при попытке снижения плотности НД при росте нитридных слоев методами МЛЭ и МОСГЭ, в которых плотность НД находится на уровне 10^8 – 10^{10} см⁻² при толщине слоя 1–5 мкм. И только в слоях GaN, полученных методом хлоридно-гидридной эпитаксии, плотность НД может быть менее середины 10^6 см⁻² при толщине слоя более 300 мкм.

Цель настоящей работы – исследование изменения плотности дислокаций различного типа при увеличении толщины слоя GaN, полученного методом хлоридно-гидридной эпитаксии на подложках сапфира *c*- и *г*-ориентации.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

При выращивании GaN со структурой вюрцита в качестве подложек использовали сапфировые подложки с кристаллографической ориентацией поверхности (0001) (*c*-ориентация) и $(10\bar{1}2)$ (*г*-ориентация). Слои GaN имели ориентацию полярную (0001) и неполярную $(11\bar{2}0)$, соответственно.

Эпитаксию проводили по “классической” схеме хлоридно-гидридного процесса в потоке газа

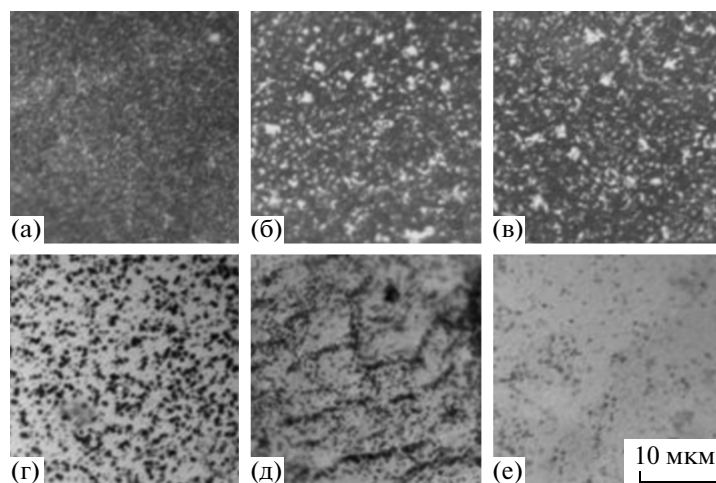


Рис. 1. Картины травления поверхности слоев GaN ориентации (0001) различной толщины, полученные с помощью оптического микроскопа. Толщины слоев, мкм: а – 4, б – 17, в – 37, г – 100, д – 240, е – 400.

носителя N_2 с использованием в качестве исходных реагентов NH_3 , HCl и Ga на установке с вертикальным кварцевым реактором. Подробно режим выращивания эпитаксиальных слоев GaN рассмотрен в [2].

Морфология поверхности и сколы слоев GaN изучены с использованием оптической микроскопии с интерференционным контрастом. Для выявления дислокационных ямок травление на поверхности слоев GaN проводили в смеси KOH и NaOH эвтектического состава при температуре $450^\circ C$. Для подсчета плотности дислокаций использовали оптическую и атомно-силовую микроскопию (АСМ). АСМ-исследования проводили на атомно-силовом микроскопе Ntegra Prima (компания НТ-МДТ) со скоростью сканирования 10 мкм/с в режиме поддержания постоянной

амплитуды колебаний зонда 211.65 кГц, измеряли в полуконтактном режиме. Использовались неконтактные кремниевые зонды серии NSG01 (NT-MDT) жесткостью порядка 10 Н/м, радиусом закругления 10 нм, аспектное отношение 3:1. Для обработки изображений применялось вычитание плоскости. Идентификацию типа дислокаций проводили по профилям ямок, полученных с помощью АСМ. Толщина слоя определена на сколе структуры оптической микроскопией с использованием измерительной головки, калиброванной с помощью объект-микрометра. Толщина слоев ориентации (0001) изменялась от 4 до 400 мкм, а ориентации $(11\bar{2}0)$ от 3.5 до 240 мкм.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Типичные картины травления слоев GaN ориентации (0001) различной толщины, полученные в оптическом микроскопе, представлены на рис. 1. Видно, что ямки травления распределены по поверхности структуры неоднородно. С увеличением толщины слоя плотность ямок травления убывает. Типичные картины травления слоев GaN ориентации $(11\bar{2}0)$, полученные с помощью оптического микроскопа, представлены на рис. 2. Поверхность кристалла имеет развитый рельеф (рис. 3), поэтому при фотографировании в фокус попадает только узкая полоса. С увеличением толщины слоя плотность ямок травления убывает.

Подсчет дислокационных ямок травления проводили на оптическом микроскопе с увеличением $\times 2000$. Из-за существенной неоднородности распределения ямок травления по поверхности структуры для каждой толщины слоя подсчет проводился по 10-ти полям зрения в различных

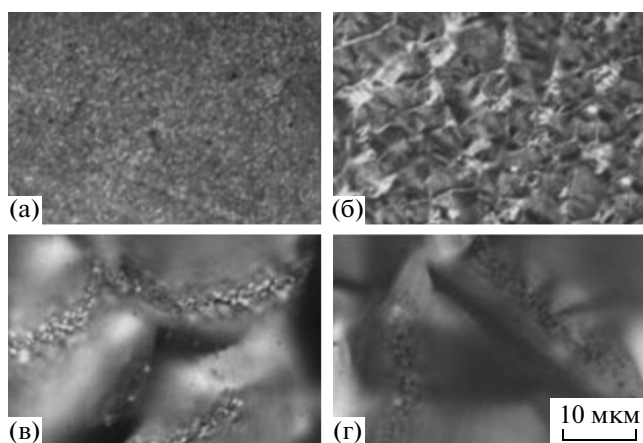


Рис. 2. Картины травления поверхности слоев GaN ориентации $(11\bar{2}0)$ различной толщины, полученные с помощью оптического микроскопа. Толщины слоев, мкм: а – 3.5, б – 9, в – 158, г – 240.

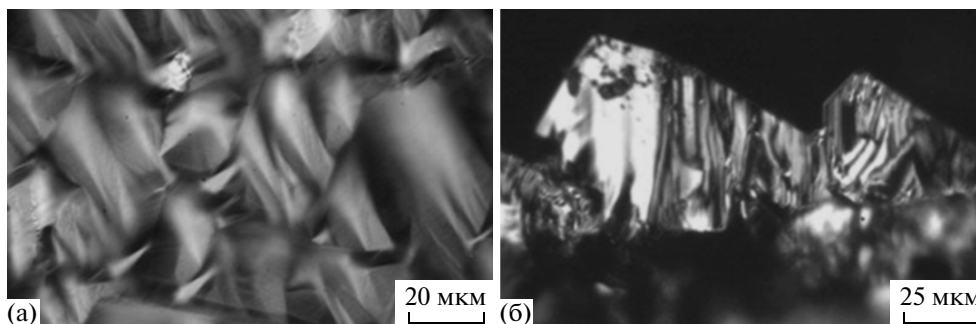


Рис. 3. Морфология поверхности и скол слоя GaN ориентации $(11\bar{2}0)$.

областях структуры. Для слоев GaN ориентации $(11\bar{2}0)$ из-за сильно развитого рельефа поверхности подсчет проводили при постоянной перефокусировке поверхности образца. Полученные результаты представлены на рис. 4. При этом на графике указаны минимальное, максимальное и среднее значения плотностей ямок травления для данной толщины слоя. Из представленных данных следует, что наибольшее падение плотности дислокаций с ростом толщины слоя наблюдается в слоях ориентации (0001) в интервале толщин до 50 мкм, а в слоях ориентации $(11\bar{2}0)$ — до 10 мкм. На поверхности слоев ориентации (0001) толще 50 мкм, а ориентации $(11\bar{2}0)$ толще 10 мкм плотность ямок травления слабо меняется и остается на уровне 2×10^7 и 4×10^7 см⁻² соответственно. Очевидно, что неоднородность распределения дислокаций возрастает с уменьшением плотности дислокаций.

На атомно-силовых изображениях поверхности слоев GaN видны дислокационные ямки травления в форме правильных шестигранников

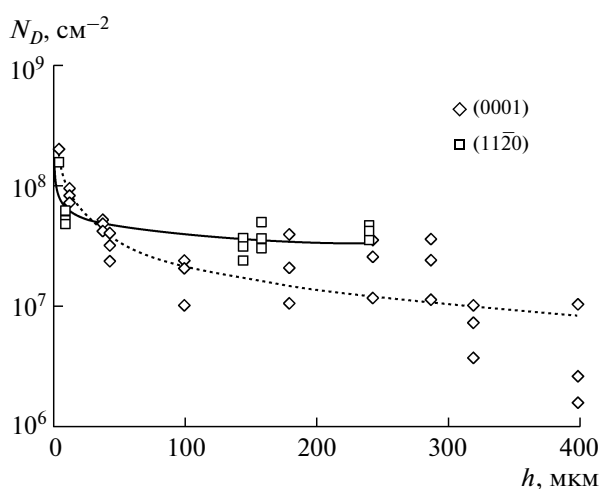


Рис. 4. Зависимость плотности дислокационных ямок травления в слоях GaN ориентации (0001) (◆) и $(11\bar{2}0)$ (■) от толщины слоя.

(рис. 5). Ямки травления располагаются неоднородно по поверхности и отличаются друг от друга размером и глубиной.

Обнаружено [3–6], что можно выделить три типа ямок травления по форме их профилей. Первый тип ямок имеет плоскую площадку на дне, а его поперечный профиль — форму трапеции. У второго типа — острое дно, а поперечное сечение ямки имеет форму треугольника. Третий тип ямок травления представляет собой нечто среднее между первыми двумя типами, у них на дне плоский участок и небольшая ямка с острым дном по центру (рис. 6) [3].

Тип ямки травления можно определить по топографическому контрасту на изображении поверхности, полученной в растровом электронном микроскопе, или по профилям ямок травления, проведенных на трехмерном изображении поверхности, полученном в атомно-силовом микроскопе.

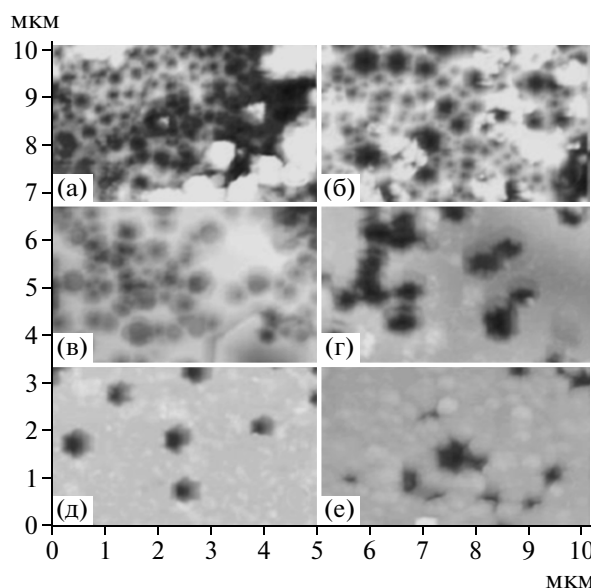


Рис. 5. Атомно-силовое изображение протравленной поверхности слоя GaN ориентации (0001) .

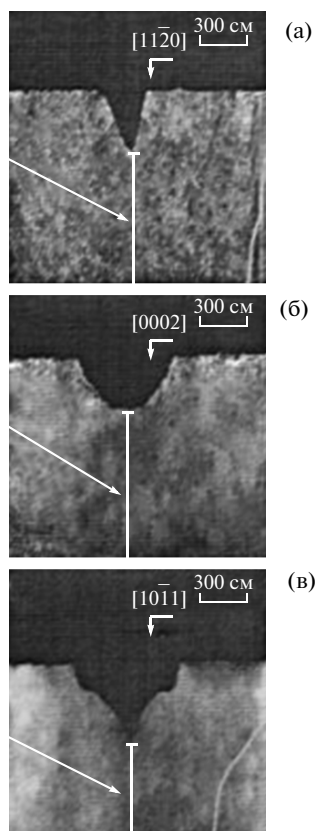


Рис. 6. Изображение профиля ямок травления, полученное в просвечивающем электронном микроскопе. Ямки травления дислокации: а – краевая, б – винтовая, в – смешанного типа [3].

Соответствие типа ямки травления и типа дислокации, расположенной под ямкой, получено с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (рис. 6) [3]. Исследовались ПЭМ-изображения сечений ямок травления в условиях слабого пучка с использованием различных векторов дифракции \mathbf{g} . На основании критерия $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ дислокации винтового и смешанного типов наблюдаются на электронно-микроскопическом изображении при векторе дифракции $\mathbf{g} = [0002]$, в то время как дислокации краевого и винтового типов – при $\mathbf{g} = [11\bar{2}0]$. По множеству изображений с разными векторами \mathbf{g} можно выявить дислокации различного типа и соотнести их с типом ямки травления по их формам.

Отличие формы ямок травления от типа дислокации объясняется различными механизмами травления. Образование ямки травления в месте выхода винтовой дислокации в начальный момент идет с образованием спиральной ступеньки. Эти ступеньки связаны с естественной спиральной структурой атомных плоскостей. Ступеньки легко разрушаются при взаимодействии с OH^{1-} , а образовавшаяся на дне небольшая гладкая область является химически более стабильной гал-

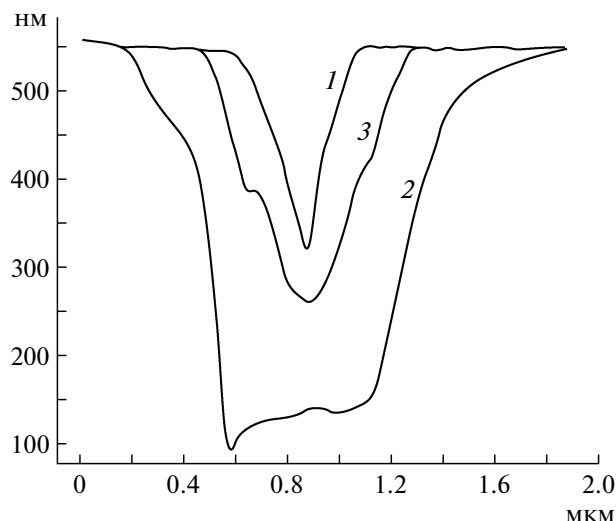


Рис. 7. Профили ямок травления на поверхности слоя GaN на месте выхода дислокаций, полученные с помощью атомно-силового микроскопа: Профили ямок травления дислокации: 1 – краевой; 2 – винтовой; 3 – смешанного типа.

ливой плоскостью. Вследствие этого скорость травления ямки в вертикальном направлении становится значительно меньше, чем в латеральном, а на месте выхода дислокаций винтового типа образуются ямки в виде перевернутой усеченной шестигранной пирамиды. На краевой дислокации, линия которой вертикальна поверхности слоя GaN, атомы, лежащие на этой линии, имеют оборванную связь и легко поддаются травлению. Скорость вертикального травления в месте выхода дислокации всегда больше скорости латерального травления. Поэтому ямка травления на месте выхода краевой дислокации принимает вид перевернутой шестигранной пирамиды с острой вершиной.

Дислокация смешанного типа содержит компоненты и винтовой, и краевой дислокаций, в связи с чем травление идет и на образовавшихся ступеньках, и вдоль линии дислокации. Ямка травления имеет более сложную форму: плоский участок и ямку вдоль линии дислокации.

По аналогии с [3–6] определены типы дислокаций для каждого типа ямок. Построение профилей (рис. 7) и обратных трехмерных изображений (рис. 8) выявило три вида ямок, различных по форме и размерам.

Ямка травления, соответствующая краевой дислокации, имеет наименьший размер и острое дно (рис. 7, кривая 1 и рис. 8а). У ямки травления, соответствующей винтовой дислокации, – наибольший размер и плоская площадка на дне (рис. 7, кривая 2 и рис. 8б). Ямка травления, соответствующая дислокации смешанного типа, имеет острое дно, а на боковой стенке – перегиб или ступеньку (рис. 7, кривая 3 и рис. 8в).

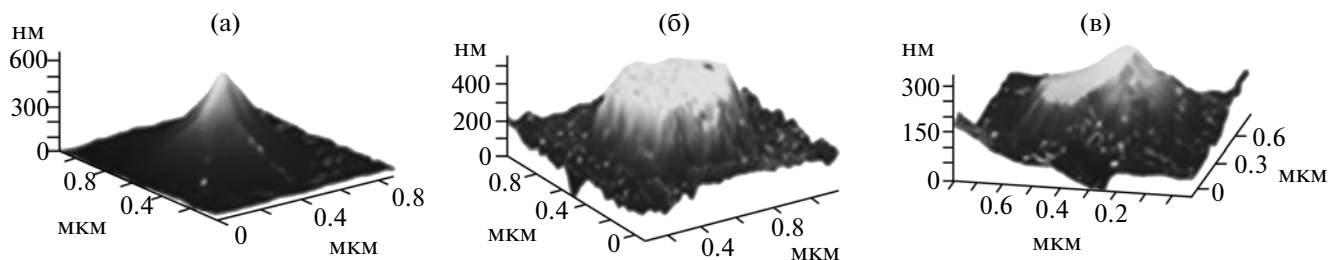


Рис. 8. Обратное трехмерное изображение ямок травления, полученное в атомно-силовом микроскопе. Ямка травления, относящаяся к дислокации: а – краевой, б – винтовой, в – смешанного типа.

Типичные картины травления, полученные в АСМ, представлены на рис. 9. Область сканирования 10×10 мкм, шаг – 10–20 нм, сканирование проведено в пяти областях структур. Видно, что с увеличением толщины слоя плотность ямок травления падает. Анализ картин травления по профилю ямок, а также по обратному трехмерному изображению показал, что все наблюдаемые ямки травления относятся к дислокациям смешанного типа. В связи с тем, что не наблюдалось ямок, относящихся к краевым и винтовым дислокациям, предположим, что их плотность не превышает величины 10^6 см $^{-2}$. Таким образом, дислокации смешанного типа превышают 90% всех дислокаций, образующихся в тонких слоях GaN.

На рис. 10 представлена зависимость плотности дислокационных ямок травления от толщины слоя, полученная при подсчете дислокационных ямок по картинкам травления, снятым на атомно-силовом микроскопе. Из графика следует, что наибольшее падение плотности дислокационных ямок травления с увеличением толщины слоя наблюдается в области толщин менее 50 мкм. На поверхности слоев толщиной более 50 мкм плотность дислокационных ямок травления слабо меняется и остается на уровне 4×10^7 см $^{-2}$. По данным оптической микроскопии плотность в слоях более 50 мкм находится на уровне 2×10^7 см $^{-2}$.

В [1] разработана модель уменьшения плотности наклонных дислокаций в эпитаксиальных слоях GaN с увеличением толщины слоя. Рассматривался слой с кристаллографической ориентацией (0001) и ГЦК-решеткой типа вюрцита. В модели рассматривалось 20 типов дислокаций с определенными векторами Бюргера и направлениями линий дислокаций: два различных типа винтовой дислокации с векторами Бюргера $\mathbf{b} = \pm[0001]$, шесть различных типов краевых дислокаций и 12 различных дислокаций смешанного типа, встречающихся в нитридах. Движущей силой взаимодействия наклонных дислокаций являлась минимизация свободной энергии пленки.

Рассматривалось шесть случаев, различающихся соотношением плотностей дислокаций трех типов. На соотношение плотностей дислокаций раз-

ного типа в наибольшей степени влияет способ получения эпитаксиального слоя. Наибольшая плотность краевых дислокаций наблюдается в пленках GaN, полученных методом МЛЭ, и может составлять 98% от общего числа наклонных дислокаций. В слоях, полученных методом МОСГЭ, плотность краевых дислокаций составляет 40% в слое толщиной 1 мкм и возрастает до 70% в слоях толщиной 5 мкм. Плотность дислокаций смешанного типа составляет от 2% в слоях, полученных методом МЛЭ, до 68% – в слоях, полученных металлоорганической гидридной эпитаксией. В слоях, полученных методом хлоридно-гидридной эпитаксии, наблюдается максимальное количество дислокаций смешанного типа по сравнению с другими методами получения.

В модели рассматривался рост слоев толщиной от нескольких десятков нанометров до нескольких сотен микрон. В настоящее время только метод хлоридно-гидридной эпитаксии позволяет получать слои толщиной более 100 мкм за разумное время.

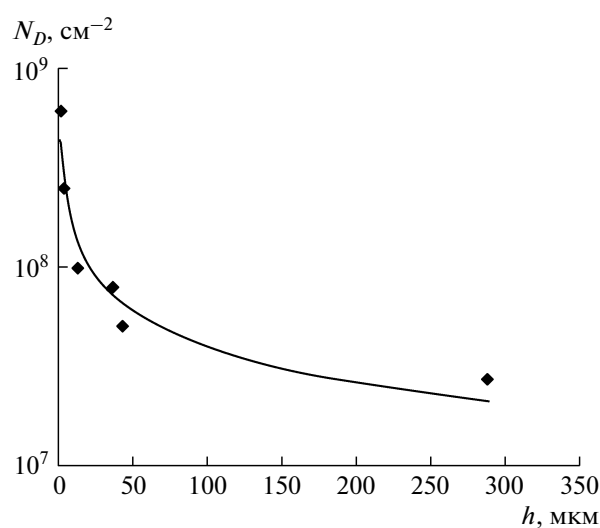


Рис. 9. Зависимость плотности дислокаций смешанного типа от толщины слоев GaN ориентации (0001) (данные АСМ).

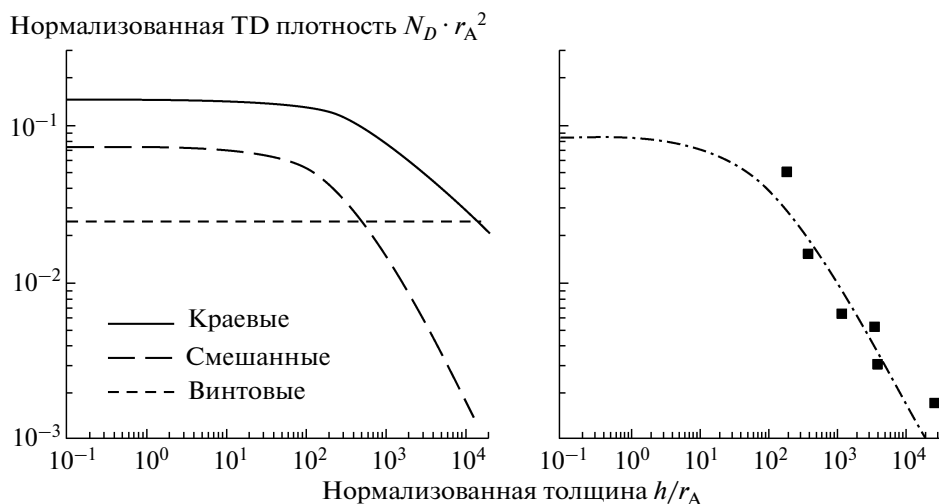


Рис. 10. Сопоставление теоретической [1] и экспериментально полученной зависимостей плотности дислокаций от толщины слоя ориентации (0001): *a* – теоретическая зависимость плотности дислокаций от толщины слоя [1], *б* – экспериментально полученная зависимость плотности дислокационных ямок травления от толщины слоя: $r_A = 500 \text{ \AA}$ – радиус аннигиляции.

Вследствие низкой мобильности винтовых дислокаций и из-за высокой энергии ядра краевой дислокации уменьшения плотности дислокаций в слоях (за счет этих типов дислокаций) не происходит. Незначительное уменьшение дислокаций обнаружено в моделях, рассматривающих слои с высокой плотностью краевых дислокаций. Дислокации смешанного типа, единственные с наклоном к направлению роста, имеют возможность обоюдного латерального движения навстречу друг другу и их аннигиляции при увеличении толщины слоя.

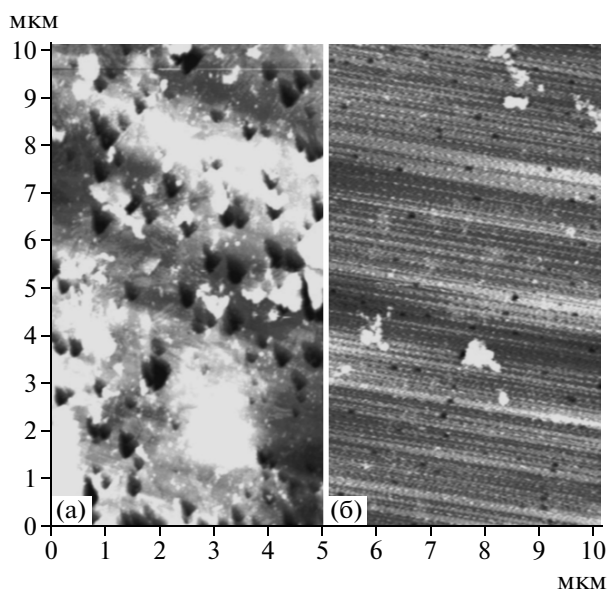


Рис. 11. Атомно-силовое изображение протравленной поверхности слоев GaN ориентации $(11\bar{2}0)$. Толщина слоев, мкм: *a* – 160, *б* – 240.

На рис. 10а показан пример расчета изменения плотности дислокаций с толщиной слоя для случая 5 (30% краевых, 70% смешанных и 0% винтовых дислокаций) для радиуса аннигиляции 500 \AA . На рис. 10б показаны наши данные, перестроенные в нормализованных координатах. Видно, что кривая изменения плотности дислокаций смешанного типа хорошо сходится с расчетной моделью.

Типичные картины травления слоев GaN ориентации $(11\bar{2}0)$, полученные на атомно-силовом микроскопе, представлены на рис. 11, где наблюдаются ямки травления треугольной формы. На поверхности кристалла с ориентацией $(11\bar{2}0)$ эти ямки имеют форму перевернутых треугольных пирамид (рис. 12) и относятся к дислокациям смешанного типа, так как винтовые и краевые

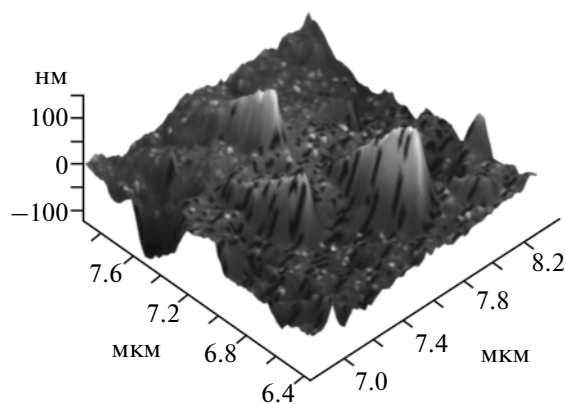


Рис. 12. Обратное трехмерное изображение дислокационных ямок травления, выявляемых на поверхности слоя GaN с ориентацией $(11\bar{2}0)$.

дислокации, линии которых совпадают с направлением $\langle 0001 \rangle$, лежат в плоскостях, параллельных гетерогранице. С увеличением толщины пленки плотность дислокационных ямок травления падает. Сильно развитый рельеф поверхности слоев ориентации $(11\bar{2}0)$ не дал возможности получить картины травления на слоях большой толщины.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В слоях GaN ориентации (0001) и $(11\bar{2}0)$ наблюдается уменьшение плотности дислокаций с ростом толщины. Плотность наклонных дислокаций в слоях ориентации (0001) падает от 8×10^8 до $2 \times 10^7 \text{ см}^{-2}$, а ориентации $(11\bar{2}0)$ – от 8×10^8 до $5 \times 10^7 \text{ см}^{-2}$. С использованием методики определения типа дислокаций по профилю и трехмерному обратному изображению дислокационных ямок травления, полученных в атомно-силовом микроскопе на структурах GaN ориентации (0001) , показано, что в слоях GaN ориентации (0001) основными являются дислокации смешанного типа, за счет аннигиляции которых и происходит уменьшение плотности дислокаций с ростом

толщины слоев. Плотность краевых и винтовых дислокаций находится на уровне менее 10^6 см^{-2} . Получено хорошее соответствие экспериментальных и теоретических данных для изменения плотности дислокаций смешанного типа с увеличением толщины эпитаксиального слоя. В слоях ориентации $(11\bar{2}0)$ наблюдается один тип дислокационных ямок травления.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Mathis S.K., Romanov A.T., Chen L.F. et al. // J. Cryst. Growth. 2001. V. 231. P. 371
2. Дьяконов Л.И., Козлова Ю.П., Марков А.В. и др. // Изв. Вузов. Материалы электронной техники. 2008. № 1. С. 47.
3. Lu L., Gao Z.Y., Shen B. et al. // J. Appl. Phys. 2008. V. 104. P. 123525.
4. Weyhera J.L., Lazarc S., Machta L. et al. // J. Cryst. Growth. 2007. V. 305. P. 384.
5. Lu L., Gao Z.Y., Shen B. et al. // J. Appl. Phys. 2008. V. 104. P. 123525.
6. Pozina G., Hemmingsson C.G., Bergman J.P. et al. // Superlat. Microstruct. 2008. V. 43. P. 605.