

WPLYW ZASTOSOWANIA WYSOKOTEMPERATUROWEJ WARSTWY ZARODKOWEJ AlN NA WLAŚCIWOŚCI GaN OSADZANEGO NA PODŁOŻACH SZAFIROWYCH

D. Lenkiewicz^{1,2}, W. Strupiński¹, K. Zdunek², R. Ratajczak¹, A. Stonert¹,
J. Borysiuk^{1,2}, P. Caban¹, E. Dumiszewska^{1,2}, K. Kościwicz^{1,2},
M. Wesołowski¹

Warstwy epitaksjalne związków półprzewodnikowych typu A^{III}-N są szeroko stosowane w przyrządach optoelektronicznych i mikrofalowych między innymi takich jak diody elektroluminescencyjne, detektory UV i tranzystory HEMT. Wskutek niedopasowania sieciowego pomiędzy warstwą a podłożem szafirowym istnieje konieczność stosowania przejściowej niskotemperaturowej warstwy zarodkowej. Typowa temperatura wzrostu warstwy zarodkowej (~550°C) jest znacznie niższa od temperatury wzrostu dalszych warstw aplikacyjnych przyrządu (≥1070°C). Podczas zwiększania temperatury, w warstwie zarodkowej zachodzi przemiana struktury kubicznej w heksagonalną, której towarzyszy tworzenie się defektów strukturalnych (błędów ułożenia), co prowadzi do pogorszenia się parametrów przyrządu. Niniejsza praca koncentruje się na otrzymaniu warstwy zarodkowej w wyższej temperaturze z pominięciem niekorzystnego etapu zmiany struktury. Zastosowanie takiej warstwy zarodkowej z AlN pozwala na otrzymanie stabilnej struktury heksagonalnej o niskiej gęstości defektów strukturalnych oraz otwiera możliwość natychmiastowego dwuwymiarowego wzrostu warstwy aplikacyjnej GaN. Analizowane warstwy GaN charakteryzują się znacznie mniejszą szerokością połówkową rentgenowskiego widma dyfrakcyjnego dla promieniowania odbitego w kierunku <0002> oraz znacznie wyższą rezystywnością w porównaniu do warstw GaN otrzymanych metodą dwuetapową. W pracy przedstawiono wyniki badań wysokotemperaturowej warstwy zarodkowej oraz wpływu warunków jej wzrostu na strukturę krystaliczną i właściwości elektryczne warstw GaN. Zaprezentowano możliwość uzyskania wysokorezystywnych warstw GaN na podłożach szafirowych. Zaobserwowano znaczący wpływ temperatury wzrostu na właściwości heterostruktur wykorzystujących związki typu GaN.

¹ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa, e-mail: darlen@itme.edu.pl

² Wydział Inżynierii Materiałowej, Politechnika Warszawska, ul. Wołoska 141, 02-507 Warszawa

1. WPROWADZENIE

Warstwy epitaksjalne półprzewodnikowych związków azotu typu (Ga, Al, In)N są bardzo dobrym materiałem dla zastosowań w strukturach przyrządów elektronowych, takich jak lasery i diody elektroluminescencyjne, detektory UV i tranzystory HEMT. Głównym problemem wytwarzania tych warstw jest brak podłoża do homoepitaksji. Najczęściej do epitaksji warstw azotkowych stosuje się podłoża z monokrystalicznego Al_2O_3 . Charakteryzują się one dużą odpornością chemiczną i termiczną w warunkach osadzania warstw azotkowych, wysoką jakością powierzchni i relatywnie niską ceną. Podstawowym ich mankamentem jest różnica pomiędzy ich stałą sieci oraz współczynnikiem rozszerzalności termicznej a stałą sieci i współczynnikiem rozszerzalności termicznej osadzonej warstwy. Osadzanie warstwy GaN bezpośrednio na podłożu Al_2O_3 powoduje powstawanie naprężeń, w wyniku których wytworzone warstwy epitaksjalne charakteryzują się dużą gęstością defektów strukturalnych, chropowatością powierzchni a nawet pęknięciami. Defekty te uniemożliwiają ich zastosowanie do wytwarzania przyrządów.

W 1986 roku przełomowego osiągnięcia dokonał Amano, stosując przejściową cienką warstwę AlN osadzaną w niższej temperaturze niż warstwa azotku galu. W ten sposób zmniejszył niedopasowanie sieciowe względem szafiru, dzięki czemu możliwy był prawie dwuwymiarowy wzrost warstwy GaN o wolnej od pęknięć, gładkiej powierzchni [1]. W 1991 roku Nakamura ujedynolicił proces, stosując niskotemperaturową warstwę zarodkową GaN wytwarzaną w temperaturze 510°C , dzięki której uzyskano znaczną poprawę właściwości, osadzając na niej w znacznie wyższej temperaturze kolejne warstwy GaN [2]. Obecnie osadzanie niskotemperaturowej warstwy zarodkowej GaN w temperaturze $\sim 550^\circ$, a następnie osadzanie na niej warstwy GaN w temperaturze $\sim 1100^\circ\text{C}$ stało się standardem technologii wytwarzania wysokiej jakości warstw GaN na podłożach szafirowych. Metodę tę przyjęto nazywać dwuetapową. Typowe wartości parametrów charakteryzujących jakość uzyskanych w ten sposób warstw azotku galu są następujące [3-4]:

- szerokość połówkowa rentgenowskiego widma dyfrakcyjnego dla promieniowania odbitego w kierunku $\langle 0002 \rangle$ równa ~ 200 arcsec,
- gęstość dyslokacji w zakresie $10^8 - 10^{10} \text{ cm}^{-2}$,
- koncentracja elektronów równa $\sim 10^{17} \text{ cm}^{-3}$.

Dla niektórych aplikacji np. w tranzystorze HEMT, wymieniona powyżej koncentracja nośników ładunku, odpowiadająca bardzo niskiej rezystywności warstwy $\sim 10^{-1} \Omega\text{cm}$, stanowi źródło pasożytniczych upływności prądu, co w efekcie uniemożliwia skuteczne działanie przyrządu. Poprawna praca tranzystora wymaga, aby rezystywność warstwy azotku galu była przynajmniej rzędu $10^6 \Omega\text{cm}$ [5].

W konwencjonalnej technologii wytwarzania azotku galu na podłożach Al_2O_3 , po zakończeniu osadzania warstwy zarodkowej następuje podwyższenie

temperatury krystalizacji warstwy przyrządowej wysokiej jakości. Warstwa zarodkowa GaN wytworzona w niższej temperaturze charakteryzuje się strukturą wyspową, ziarnistą, zawierającą obszary wielofazowe złożone z fazy metastabilnej o strukturze regularnej oraz mieszaniny tej fazy i stabilnej fazy o strukturze heksagonalnej [6-7]. W wyniku występowania wielu różnych faz w warstwie, powstają defekty strukturalne w postaci błędów ułożenia oraz dyslokacji, które zmniejszają stabilność i odporność termiczną warstwy. Defekty te wnikają do warstwy aplikacyjnej i niekorzystnie wpływają na parametry przyrządów. W trakcie podwyższania temperatury powyżej 900°C w warstwie zarodkowej następuje rekrytalizacja, podczas której zachodzi m.in. transformacja metastabilnej fazy regularnej do stabilnej heksagonalnej. Procesowi temu towarzyszy dalsza generacja defektów strukturalnych. Duża gęstość tych defektów powoduje, że w wysokiej temperaturze łatwiej zachodzą procesy dekompozycji warstwy zarodkowej, aż do jej całkowitej desorpcji, i krystalizacja warstwy GaN może przebiegać bezpośrednio na podłożu szafirowym. W konsekwencji, osadzana w tych warunkach warstwa aplikacyjna będzie, bardziej zdefektowana.

Dodatkowo, każda zmiana temperatury w trakcie procesu krystalizacji warstw wpływa także na powstawanie dodatkowych naprężeń. Powstające naprężenia powodują między innymi powstawanie dodatkowych defektów strukturalnych, a także generują pole piezoelektryczne [8]. Chcąc uniknąć niekorzystnych dodatkowych naprężeń, zachodzi potrzeba obniżenia gradientu temperatury w trakcie wzrostu struktury warstwowej poprzez zastosowanie jednolitych temperaturowych warunków wzrostu dla całego procesu epitaksji.

Spośród półprzewodnikowych materiałów azotkowych najbardziej stabilnym termicznie związkiem jest azotek aluminium. Charakteryzuje się on również mniejszym niedopasowaniem stałej sieci względem podłoża z tlenku aluminium w porównaniu do azotku galu, dzięki czemu warstwa AlN o strukturze heksagonalnej krystalizuje dwuwymiarowo. Ponadto posiada wyższą przewodność cieplną oraz oporność właściwą. Jest on również bardziej dopasowany chemicznie do Al₂O₃ niż do GaN. Stąd narodził się pomysł zastosowania wysokotemperaturowej warstwy zarodkowej z azotku aluminium.

Idea ta jest szeroko stosowana w epitaksji związków azotkowych na podłożach SiC, natomiast na podłożu szafirowym istnieje tylko kilka prac z końca lat dziewięćdziesiątych [9-10]. Wytworzone warstwy GaN na cienkiej wysokotemperaturowej warstwie AlN nie wykazywały wyższej jakości w stosunku do uzyskanych w technologii dwuetapowej. Początkowo natrafiono na problem reakcji pasożytniczych pomiędzy NH₃ i TMAI występujących w temperaturach powyżej 1000°C w gorącej strefie podłoża, powodujących obniżenie szybkości wzrostu warstwy oraz jej zdefektowanie. W celu obniżenia efektywności reakcji pasożytniczych i poprawienia jakości warstw obniżono stosunek V/III od kilkuset do jedności. Dalsze prace nad wzrostem AlN prowadzono w kierunku wzrostu AlN w temperaturach wyższych,

niż te stosowane w urządzeniach do epitaksji MOCVD. Obecnie uzyskuje się metodą CVD kilku mikrometrowe warstwy AlN na podłożach Al_2O_3 stanowiące z kolei podłoża dla warstw GaN.

W niniejszej pracy postanowiono wyeliminować niekorzystny wpływ zmian temperatury procesu wytwarzania warstw azotkowych poprzez zastosowanie warstwy zarodkowej AlN wytwarzanej w wysokiej temperaturze metodą MOCVD. Do charakteryzacji otrzymanych warstw wykorzystano następujące metody: skaningową mikroskopię elektronową (SEM), mikroskopię sił atomowych (AFM), dyfrakcję rentgenowską (X-ray), pomiary elektryczne metodą Van der Pauw'a, spektrometrię wstecznego rozproszenia jonów (RBS/channeling) oraz pomiar foto-odbicia w trakcie wzrostu warstwy (*in-situ*). Otrzymane wyniki porównano z parametrami warstw azotku galu uzyskiwanymi w sposób dwuetapowy.

2. EKSPERYMENT

Wszystkie warstwy zostały wykonane w reaktorze MOCVD typu AIX 200/4 RF-S na podłożach szafirowych orientacji krystalograficznej $\langle 0001 \rangle$. Źródłem pierwiastków grupy III był trójmetylek galu (TMGa) i trójmetylek aluminium (TMAI), natomiast źródłem azotu (grupa V) był amoniak (NH_3). Wodór został wykorzystany jako gaz nośny. W celu usunięcia ewentualnych zanieczyszczeń z powierzchni, podłoża po załadowaniu do reaktora były wygrzewane w temperaturze $1200^\circ C$ w atmosferze wodoru. Procesy przeprowadzono w 3 seriach. Pierwsza seria (A1, G1) dotyczyła wzrostu warstwy zarodkowej (WZ) AlN w wysokiej temperaturze (WT) (proces A1) oraz warstwy zarodkowej (WZ) GaN w niskiej temperaturze (NT) (proces G1). Druga seria (A2, G2) obejmowała wzrost warstwy zarodkowej oraz dodatkowo etap wzrostu temperatury i wygrzewania (dla warstwy zarodkowej GaN) lub samego wygrzewania (dla warstwy zarodkowej AlN). Etap ten przeprowadzono w atmosferze NH_3 i miał on na celu osiągnięcie i ustabilizowanie warunków termicznych wzrostu warstwy aplikacyjnej GaN. Trzecia seria obejmowała wzrost warstw zarodkowych oraz wygrzewanie, po którym osadzono w identycznych warunkach warstwę GaN o grubości $\sim 1 \mu m$. Wartości parametrów technologicznych określających warunki wzrostu warstw zarodkowych oraz warstw aplikacyjnych zamieszczono w Tab. 1.

Tabela 1. Warunki wzrostu warstw azotkowych.

Table 1. Nitride layers condition growth.

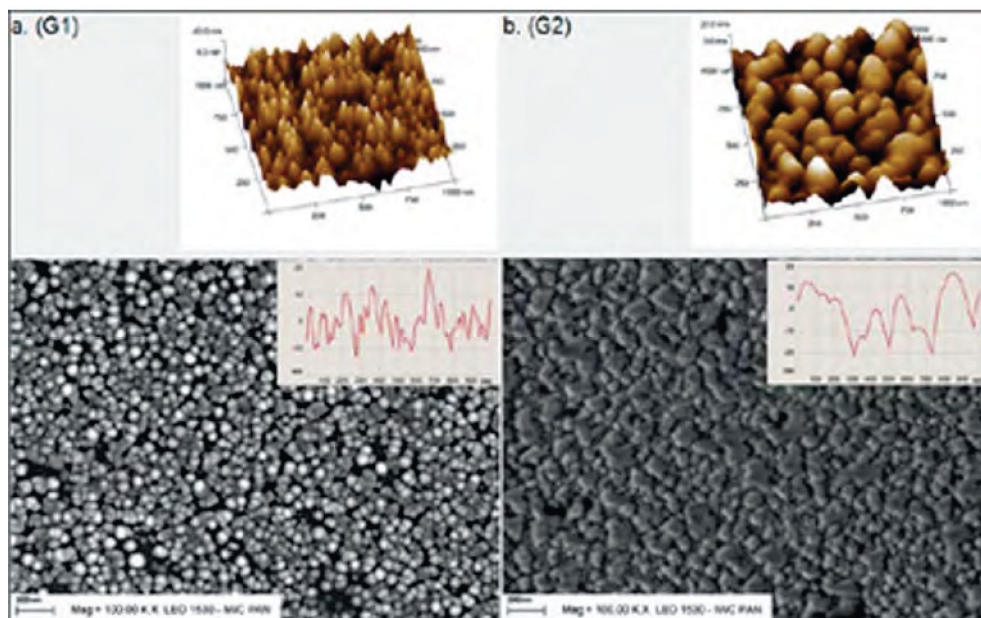
Nr procesu	Warstwa	TMGa TMAI cm ³ /min	NH ₃ cm ³ /min	P [mBar]	T [°C]	t [min]	Gru- bość war- stwy [nm]
G1	Zarodkowa GaN	10	2000	200	570	4	45
G2	Zarodkowa GaN po wy- grzewaniu	10	2000	200	570	4	45
G3	Aplikacyjna GaN	20	2000	250	1070	40	1000
A1	Zarodkowa AlN	20	1200	50	1070	10	45
A2	Zarodkowa AlN po wy- grzewaniu	20	1200	50	1070	10	45
A3	Aplikacyjna GaN	20	2000	250	1070	40	1000

Morfologię powierzchni próbek z warstw otrzymanych w procesach G1, G2, A1, A2 badano za pomocą mikroskopu sił atomowych (AFM) (w trybie *Tapping Mode*) oraz wysokorozdzielczego skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM).

W przypadku warstw aplikacyjnych GaN otrzymanych w procesach G3 i A3, zmierzono parametry hallowskie w temperaturze pokojowej metodą Van der Pauw'a, a także za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej (pomiar widm promieniowania odbitego dla kierunku krystalograficznego <0002>) oraz metodą spektrometrii rozpraszania wstecznego jonów (Rutherford Backscattering Spectrometry - RBS) badano jakość strukturalną.

3. WYNIKI

Na Rys. 1 przedstawiono obrazy otrzymane za pomocą mikroskopu AFM (obrazy górne) oraz mikroskopu SEM (obrazy dolne) ilustrujące morfologię powierzchni warstw zarodkowych GaN po procesie bez wygrzewania (proces G1) oraz po procesie z wygrzewaniem (proces G2).

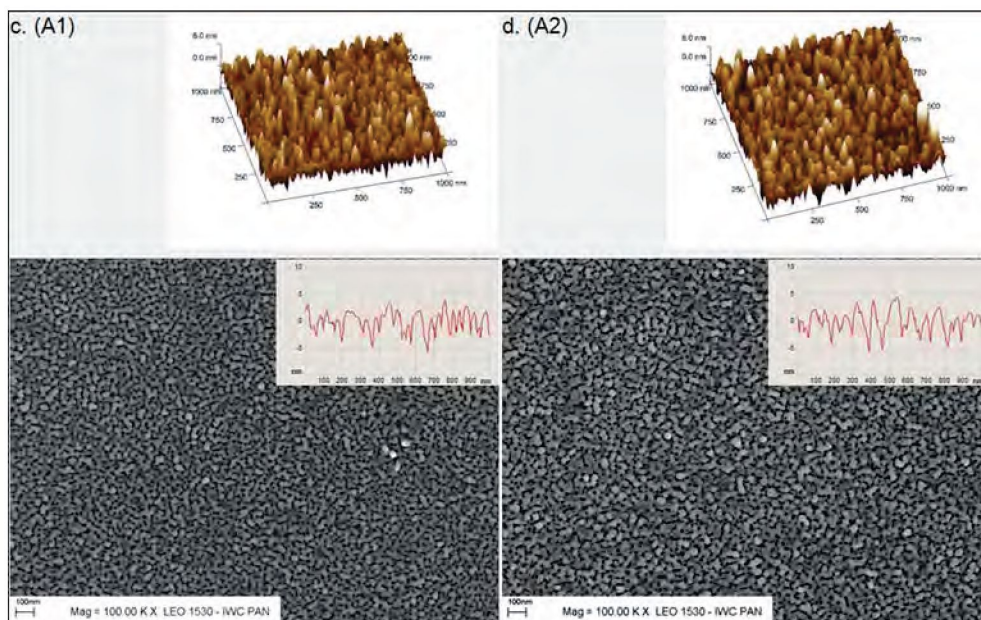


Rys 1. Obrazy AFM i SEM morfologii powierzchni warstwy zarodkowej GaN: a) przed wygrzewaniem (proces G1); b) po wygrzewaniu, przed wzrostem warstwy aplikacyjnej (proces G2).

Fig 1. AFM and SEM images of GaN nucleation layer surface morphology: a) before thermal treatment (process G1); b) after thermal treatment, before application layer growth (process G2).

Przedstawione powyżej obrazy wskazują, że krystalizacja warstwy zarodkowej zachodzi w sposób wyspowy. Wstawki na obrazach SEM przedstawiają obrazy przekroju poprzecznego wysp wykonane za pomocą mikroskopu AFM do głębokości ~ 35 nm. W wyniku wygrzewania następuje znaczący rozrost lateralny wysp. Widoczne są również lokalne ubytki warstwy zarodkowej spowodowane wygrzewaniem.

Rys. 2 ilustruje obrazy uzyskane za pomocą mikroskopu AFM (obrazy górne) oraz mikroskopu SEM (obrazy dolne) przedstawiające morfologię powierzchni warstw zarodkowych AlN po procesie bez wygrzewania (proces A1) oraz po procesie z wygrzewaniem (proces A2).



Rys 2. Obrazy AFM i SEM morfologii powierzchni wysokotemperaturowej warstwy zarodkowej AlN: a) przed wygrzewaniem (proces A1); b) po wygrzewaniu, przed wzrostem warstwy aplikacyjnej (proces A2).

Fig 2. AFM and SEM images of high-temperature AlN nucleation layer surface morphology: a) before thermal treatment (process A1); b) after thermal treatment, before application layer growth (process A2).

Przedstawione obrazy wskazują, że wysokotemperaturowa warstwa zarodkowa AlN wzrasta w sposób kolumnowy. Wstawki na obrazach SEM przedstawiają obrazy przekroju poprzecznego kolumn wykonane za pomocą mikroskopu AFM do głębokości ~ 8 nm. Widoczny jest niewielki rozrost powierzchni przekroju poprzecznego kolumn zachodzący w wyniku wygrzewania. Z porównania obrazów przedstawionych na Rys. 1 i Rys. 2 wynika, że kolumny AlN są znacznie gęściej upakowane niż wyspy GaN. Ponadto, rozkład wysokości kolumn AlN jest bardziej równomierny niż rozkład wysokości wysp GaN. W przeciwieństwie do warstwy zarodkowej GaN nie zaobserwowano lokalnych ubytków warstwy AlN na powierzchni podłoża.

W Tabeli 2 zamieszczono wyniki pomiaru szerokości połówkowej (FWHM) dyfrakcyjnego widma promieniowania rentgenowskiego odbitego w kierunku $\langle 0002 \rangle$ oraz wartości rezystywności warstw azotku galu otrzymanych w procesach G3 i A3.

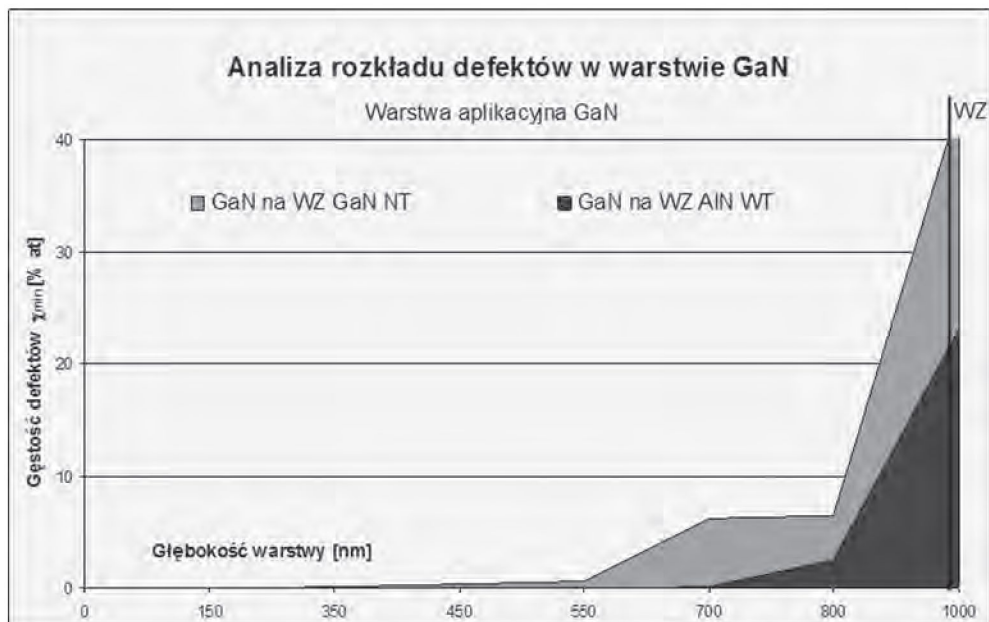
Tab 2. Porównanie właściwości warstw azotku galu osadzonych na podłożach szafirowych z warstwą zarodkową GaN lub AlN.

Tab 2. Comparison of properties of gallium nitride layers deposited on sapphire substrates with GaN or AlN nucleation layer.

Nr procesu	Zastosowana warstwa zarodkowa	Grubość warstwy GaN [μm]	FWHM <0002> [arc-sec]	Rezystywność [Ωcm]
G3	GaN	1,0	98	$1,2 \cdot 10^{-1}$
A3	AlN	1,0	54	$4,6 \cdot 10^5$

Z danych przedstawionych w Tab. 2 wynika, że zastosowanie wysokotemperaturowej warstwy zarodkowej AlN umożliwia otrzymanie aplikacyjnej warstwy GaN o wysokiej rezystywności. Dane te wskazują także na znacznie większe uporządkowanie sieci krystalicznej warstwy GaN osadzonej z zastosowaniem warstwy zarodkowej AlN w porównaniu z warstwą GaN osadzoną na podłożu szafirowym z warstwą zarodkową GaN. Mniejszy stopień zdefektowania warstw GaN osadzonych z zastosowaniem warstwy zarodkowej AlN potwierdzają także wyniki otrzymane metodą RBS. Do analizy zostały wykorzystane jony ${}^4\text{He}^+$ o energii kinetycznej 2 MeV. Zmierzono widma RBS dla dwóch orientacji wiązki jonów względem warstwy epitaksjalnej: dla wiązki jonów odchylonej od osi c (<0001>) oraz dla wiązki jonów padającej wzdłuż kierunku osi c . Analizując stosunek wielkości maksimów otrzymanych w ten sposób widm, wyznaczono współczynnik χ_{min} , który jest integralną miarą stopnia zdefektowania sieci krystalicznej warstwy, zależną od gęstości defektów w warstwie. Na Rys. 3. porównano rozkłady gęstości defektów w funkcji odległości od powierzchni w warstwie epitaksjalnej GaN osadzonej na podłożu szafirowym z warstwą zarodkowej GaN oraz w warstwie GaN osadzonej z zastosowaniem warstwy zarodków AlN.

Przedstawione na Rys. 3 rozkłady gęstości defektów wskazują, że w przypadku zastosowania warstwy zarodkowej AlN stopień zdefektowania warstwy aplikacyjnej GaN w obszarze graniczącym z warstwą zarodkową jest dwukrotnie mniejszy niż w przypadku zastosowania warstwy zarodkowej GaN. Ponadto, w pierwszym przypadku w warstwie aplikacyjnej w odległości ~ 300 nm od interfejsu z warstwą zarodkową gęstość defektów jest już poniżej granicy wykrywalności metodą RBS, zaś w drugim przypadku w tej odległości obserwowana jest jeszcze znacząca gęstość defektów. Graniczna dla metody RBS gęstość defektów w tym przypadku osiągana jest dopiero w odległości ~ 650 nm od interfejsu z warstwą zarodkową.

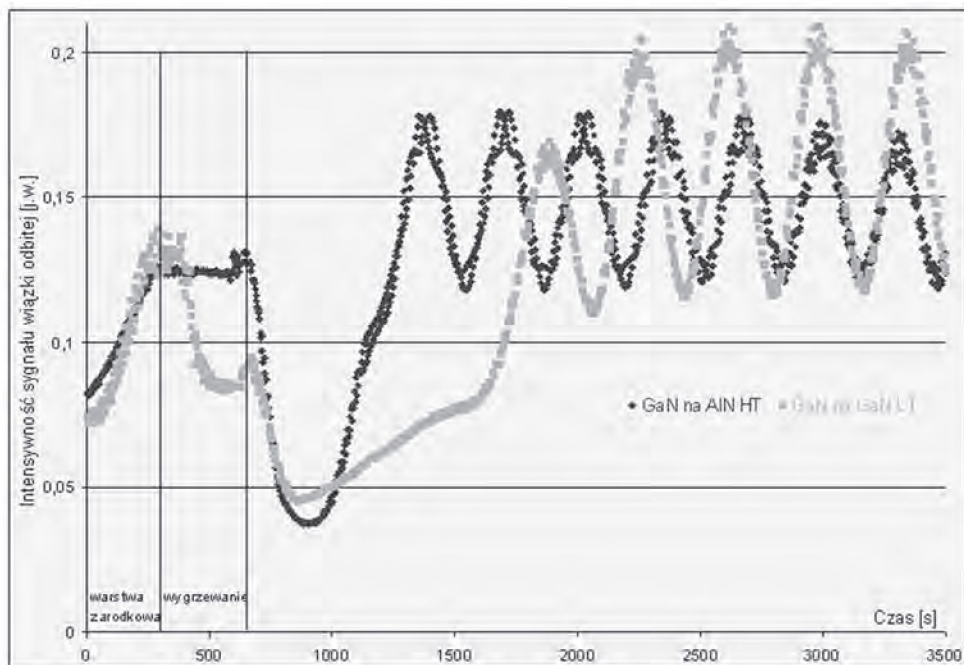


Rys. 3. Porównanie rozkładu gęstości defektów wyznaczonego metodą RBS w warstwie epitaksjalnej GaN osadzonej na podłożu szafirowym z warstwą zarodkową GaN z rozkładem w warstwie GaN osadzonej na tym podłożu z zastosowaniem warstwy zarodkowej AlN.

Fig. 3. Comparison of defect density distributions determined by RBS method in GaN epitaxial layer deposited on sapphire substrate with GaN nucleation layer and in that deposited on this substrate with implementation of AlN nucleation layer.

Na Rys. 4. porównano przebiegi wzrostu warstw GaN osadzanych z zastosowaniem warstwy zarodkowej GaN lub AlN, określone *in-situ* poprzez pomiar intensywności wiązki światła odbitego od powierzchni podłoża i osadzanych warstw w funkcji czasu od rozpoczęcia procesu epitaksji.

Na Rys. 4 można wyróżnić trzy zakresy na osi czasu: zakres odpowiadający wzrostowi warstw zarodkowych, zakres zmian temperatury w procesie wzrostu oraz zakres odpowiadający wzrostowi warstw aplikacyjnych. W pierwszym zakresie przebiegi wzrostu warstw GaN osadzanych z zastosowaniem warstwy zarodkowej AlN lub GaN są bardzo zbliżone. W drugim zakresie widoczna jest degradacja właściwości strukturalnych warstwy zarodkowej GaN podczas wygrzewania. W trzecim zakresie widoczne jest znacznie szybsze następowanie procesu dwuwymiarowego wzrostu warstwy GaN osadzonej z zastosowaniem warstwy zarodkowej AlN niż w przypadku zastosowania warstwy zarodkowej GaN.



Rys. 4. Przebiegi wzrostu warstw GaN osadzanych z zastosowaniem warstwy zarodkowej AlN lub GaN uzyskane *in-situ* poprzez pomiar intensywności wiązki światła odbitego od powierzchni podłoża i osadzanych warstw w funkcji czasu.

Fig. 4. Growth waveforms for the GaN layers deposited on AlN or GaN nucleation layers taken *in-situ* by the intensity measurement of the light beam reflected from the substrate and layer surfaces versus time.

4. DYSKUSJA

Wyniki badań otrzymane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego oraz mikroskopu sił atomowych (Rys. 1-2) wskazują, że stabilność niskotemperaturowej warstwy zarodkowej azotku galu jest znacznie mniejsza w porównaniu do wysokotemperaturowej warstwy zarodkowej azotku aluminium. Ponadto, na Rys. 1 widoczne są zmiany struktury warstwy zarodkowej GaN zachodzące podczas zmian temperatury. Warstwa ta złożona jest z wielu monokrystalicznych wysp, których wielkość i gęstość ulega zmianie podczas wygrzewania. W tym etapie procesu wzrostu dominują procesy adsorpcji i desorpcji atomów galu oraz dyfuzja i migracja powierzchniowa tych atomów. W efekcie powstaje nowa przebudowana warstwa składająca się z monokrystalicznych wysp o znacznie większych rozmiarach w porównaniu do wysp obserwowanych przed procesem wygrzewania. Występują rów-

niez znaczne różnice pomiędzy wysokością poszczególnych wysp, a nawet ubytki warstwy zarodkowej GaN. Zachodzące zjawiska szerzej opisali D. D. Koleske i inni w publikacjach [11-12]. Struktura wysokotemperaturowej warstwy zarodkowej AlN uległa widocznej zmianie w temperaturze 1070°C. Fakt ten jest zgodny z przewidywaniami, gdyż azotek aluminium charakteryzujący się silniejszym wiązaniem kowalencyjnym jest bardziej odporny na działanie wysokich temperatur niż azotek galu [8].

Wydaje się, że monokrystaliczne wyspy GaN o większych rozmiarach powinny być lepszym materiałem zarodkowym dla dalszego procesu epitaksji, w którym osadzana jest warstwa aplikacyjna GaN. Jednak duża niejednorodność ich gęstości oraz znaczne różnice wysokości zaburzają równomierność procesu wzrostu na całej powierzchni podłoża i zwiększają stopień zdefektowania sieci krystalicznej warstwy aplikacyjnej GaN. Ponadto, lokalne ubytki warstwy zarodkowej GaN, powstające wskutek zmian temperatury, odsłaniają obszary podłoża szafirowego, na których w wysokiej temperaturze bezpośrednio osadzana jest silnie zdefektowana warstwa aplikacyjna.

Warstwa zarodkowa AlN, składająca się z gęsto upakowanych jednorodnych kolumn, posiada mniej rozwiniętą powierzchnię i stanowi zwarte podłoże dla kolejnej warstwy GaN. Dzięki temu, jakość strukturalna osadzonej na niej warstwy aplikacyjnej jest dużo lepsza, niż warstwy aplikacyjnej osadzonej na niskotemperaturowej warstwie GaN. Potwierdzają to również wyniki badań metodą dyfrakcji rentgenowskiej. Mniejszą szerokością połówką widma dyfrakcyjnego odbitego promieniowania rentgenowskiego charakteryzowały się warstwy osadzone na warstwie zarodkowej AlN.

Lokalne ubytki warstwy zarodkowej GaN otrzymanej w procesie G2 mogą być także oknem dla dyfuzji tlenu z podłoża bezpośrednio do warstwy aplikacyjnej (proces G3). Zanieczyszczenie warstwy atomami tlenu powoduje wzrost koncentracji elektronów [13] i w konsekwencji prowadzi to do jej wysokiego przewodnictwa elektrycznego. Wysokotemperaturowa warstwa AlN może stanowić zaporę dla dyfuzji tlenu poprzez szczelniejsze pokrycie podłoża oraz dzięki dużemu powinowactwu elektronowemu aluminium i tlenu.

Wyniki otrzymane metodą spektrometrii wstecznego rozpraszania jonów potwierdzają mniejszy stopień zdefektowania sieci krystalicznej warstw azotku galu osadzanych na wysokotemperaturowej warstwie zarodkowej AlN. Wyznaczony tą metodą współczynnik niedoskonałości sieci krystalicznej daje informację o względnej liczbie atomów znajdujących się w położeniach międzywęzłowych pomiędzy rzędami atomów rozmieszczonych w węzłach sieci. W szczególności, w obszarze graniczącym z warstwą zarodkową AlN, warstwa aplikacyjna GaN charakteryzuje się dwukrotnie mniejszą gęstością defektów.

Na podstawie wyników pomiaru intensywności wiązki światła odbitego od powierzchni podłoża i osadzanych warstw w funkcji czasu, przeprowadzonego

w trakcie procesów epitaksji, zaobserwowano znacznie większą stabilność temperaturową warstw zarodkowych AlN. Stwierdzono także różnice pomiędzy przebiegami początkowej fazy wzrostu warstwy aplikacyjnej GaN na niskotemperaturowej warstwie zarodkowej GaN oraz na wysokotemperaturowej warstwie zarodkowej AlN. Równomierny kształt krzywej, przedstawionej na Rys. 4 dla warstwy aplikacyjnej osadzonej na warstwie zarodkowej AlN, świadczy o szybkim następowaniu procesu dwuwymiarowej krystalizacji. Należy dodać, że krystalizacji w dwóch wymiarach sprzyja małe rozwinięcie powierzchni warstwy zarodkowej AlN wynikające z jej dużej stabilności strukturalnej pod wpływem wysokiej temperatury. W przypadku osadzania warstwy aplikacyjnej GaN na warstwie zarodkowej GaN obniżenie intensywności sygnału wiązki odbitej podczas zmian temperatury (Rys. 4) świadczy o dekompozycji warstwy zarodkowej. Skutkiem dekompozycji jest zwiększone rozwinięcie powierzchni warstwy zarodkowej. W pierwszej fazie wzrostu warstwy aplikacyjnej następuje wypełnianie nierówności występujących na powierzchni warstwy zarodkowej GaN. W fazie tej warstwa aplikacyjna rośnie zarówno na wierzchnich powierzchniach wysp warstwy zarodkowej, jak i w jej zagłębieniach. Tak więc, wzrost ciągłej warstwy aplikacyjnej na warstwie zarodkowej GaN następuje znacznie później niż w przypadku zastosowania warstwy zarodkowej AlN.

5. PODSUMOWANIE

Przeprowadzono jednoetapowe procesy epitaksjalnego wzrostu warstw azotku galu na podłożach szafirowych. Zastosowanie warstwy zarodkowej AlN odpornej na wysoką temperaturę, umożliwiło wytworzenie warstwy aplikacyjnej GaN o szczególnie dobrych parametrach elektrycznych i strukturalnych w porównaniu do warstwy wytwarzanej metodą konwencjonalną. Wyniki przeprowadzonych badań wskazują, że stabilność struktury krystalicznej wysokotemperaturowej warstwy zarodkowej AlN umożliwia wzrost warstwy aplikacyjnej GaN o lepszej gładkości powierzchni oraz niższym stopniu zdefektowania sieci krystalicznej w porównaniu do warstwy aplikacyjnej GaN osadzonej na warstwie zarodkowej GaN. Warstwy aplikacyjne GaN uzyskane w jednoetapowym procesie z zastosowaniem warstwy zarodkowej AlN spełniają kryteria jakościowe wymagane dla wytwarzania tranzystorów HEMT [14].

PODZIĘKOWANIE

Autorzy pragną podziękować doc. dr hab. inż. Pawłowi Kamińskiemu za cenną dyskusję i pomoc w zredagowaniu końcowej wersji pracy.

6. LITERATURA

- [1] Amano H.: Metalorganic vapor phase epitaxial growth of a high quality GaN film using an AlN buffer layer; *Appl.Phys.Lett.*, 48, (1986), 353
- [2] Nakamura S.; *Jpn. J. Appl. Phys.*, 30, (1991), L1705
- [3] Hoshino K., Yanagita N., Arak M., Tadatomo K.: Effect of low-temperature GaN buffer layer on the crystalline quality of subsequent GaN layers grown by MOVPE ; *J.Cryst. Growth* 298, (2007), 232
- [4] Ki Soo Kim, Chang Seok Oh, Kang Jea Lee, Gye Mo Yang, Chang-Hee Hong, Kee Young Lim, and Hyung Jae Lee, Akihiko Yoshikawa: Effects of growth rate of a GaN buffer layer on the properties of GaN on a sapphire substrate; *J.Appl.Phys.*, 85, (1999), 8441
- [5] Hubbard S.M.: High-resistivity GaN buffer templates and their optimization for GaN-based HFETs, *J.Cryst.Growth*; 284, (2005), 297
- [6] Wu X. H., et al: Nucleation layer evolution in metal-organic chemical vapor deposition grown GaN; *Appl.Phys.Lett.* 68, (1996), 1371
- [7] Degave F., et al: Initial stages of GaN buffer layer growth on (0001) sapphire by metal-organic chemical vapour deposition; *Diamond and Related Materials* 11, (2002), 901
- [8] Ambacher O.: Growth and applications of Group III-nitrides, *J.J.Phys.D: Appl.Phys.* 31, (1998), 2653
- [9] Ito T.: Effect of AlN bufer layer deposition conditions on the properties of GaN layer, *J.Cryst.Growth* 205, (1999), 20
- [10] Ohba Yasuo: Mechanism for reducing dislocations at the initial stage of GaN growth on substrates using hight-temperature-grown single-crystal AlN buffer layers, *Jpn. J.Appl. Phys.* 41, (2002), L615-L618
- [11] Koleske D.D., Wickenden A.E., Henry R.L., Culbertson J.C., Twigg M.E.: GaN decomposition in H₂ and N₂ at MOVPE temperatures and pressures *J.Cryst.Growth* 223, (2001), 466
- [12] Koleske D.D., Coltrin M.E., Cross K.C., Mitchell , Allerman A.A.: Understanding GaN nucleation layer evolution on sapphire, *J.Cryst. Growth*; 273, (2004), 86
- [13] Yu Hongbo, Ozturk M. Kemal, Ozelik Suleyman, Ozbay Ekmel: A study of semi-insulating GaN grown on AlN buffer/sapphire substrate by metalorganic chemical vapor deposition; *J.Cryst.Growth* 293, (2006), 273
- [14] Hubbard S. M., Zhao G., Pavlidis D., Sutton W., Cho E.: High-resistivity GaN buffer templates and their optimization for GaN-based HFETs; *J.Cryst.Growth*; 284, (2005), 297

SUMMARY

THE EFFECT OF IMPLEMENTATION OF HIGH-TEMPERATURE AlN NUCLEATION LAYER ON PROPERTIES OF GaN GROWN ON SAPPHIRE SUBSTRATES

The III-N compounds are widely used for manufacturing optoelectronic and microwave devices such as electroluminescent diodes, UV detectors and HEMTs. Application of the lattice-mismatched sapphire substrates requires using low-temperature transition nucleation layers. Typically, the growth temperature of a nucleation layer is 550°C and highly differs from that of the subsequent application layer equal to 1070°C. The temperature increase has a detrimental effect on the structure of the nucleation layer. As a result, more lattice defects, such as interstitials, dislocations and stacking faults are formed in the application layer leading in consequence to deterioration of the device parameters. Present work concentrates on the development of a high-temperature nucleation layer and elimination of the harmful effect of the high temperature. The application of such AlN nucleation layer allows us to obtain a stable hexagonal structure with lower defect density, and it opens up also a possibility for an immediate two-dimensional growth of GaN application layer. The studies of high-temperature nucleation layers properties, their growth conditions and structural and electrical parameters of GaN application layers have been performed. The possibility to obtain the GaN layers with a high-resistivity using sapphire substrates and the AlN nucleation layers has been shown.