

**Рентгенодифрактометрические исследования  
структурных свойств слоев твердых растворов  
на основе нитрида галлия**

*Е.Н. Вигдорович<sup>1</sup>, И.Г. Ермошин<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>*Физико-технологический институт  
Московского технологического университета  
<sup>2</sup>ЗАО «Элма-Малахит» (г. Москва)*

**X-Ray Diffractometric Studies on Structural Properties  
of Solid Solution Layers Based on Gallium Nitride**

*E.N. Vigdorovich<sup>1</sup>, I.G. Ermoshin<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>*Physics and Technology Institute of Moscow Technological University  
<sup>2</sup>SO «Elma-Malachite», Moscow*

Рассмотрены отличительные особенности дифрактометрии многослойных гетероструктур на основе нитрида галлия. С помощью установки Vector-GaN для проведения рентгеновской дифрактометрии показано влияние технологических условий получения слоев гетероструктуры GaAlN/InGaN/GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> на их структурное совершенство.

*Ключевые слова:* дифрактометрия; гетероструктуры; нитрид галлия; структурное совершенство.

The distinctive features of diffraction of the multilayer heterostructures based on gallium nitride have been considered. Using the Vector-GaN installation for the x-ray diffraction the influence of the technological conditions of producing the heterostructure layers GaAlN/InGaN/GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the structural perfection has been revealed.

*Keywords:* diffraction; heterostructure; gallium nitride; structural perfection.

**Введение.** Нитриды III группы отличаются от других полупроводниковых соединений уникальным сочетанием свойств, а именно высокой теплопроводностью, большой шириной запрещенной зоны, химической и термической устойчивостью и пр. Данные соединения находят широкое применение в полупроводниковой промышленности, в частности, используются в светодиодах синей и УФ-областей спектра,

а также в высокочастотных транзисторах с повышенной концентрацией электронов (HEMT) [1–3].

Для исследования кристаллической структуры полупроводниковых материалов и многослойных полупроводниковых гетероструктур, а также анализа трансформации кристаллической структуры этих объектов в ходе роста и технологических процессов изготовления приборов используются различные методы, в том числе рентгеновская дифрактометрия [4–6]. Метод имеет следующие преимущества. Во-первых, кристаллическое совершенство многих полупроводниковых низкоразмерных гетеросистем достаточно высоко, поэтому рентгеновская дифракция может достаточно точно характеризовать свойства, связанные со структурными параметрами слоев. Во-вторых, однородность структур по составу вдоль поверхности образцов высока, поэтому усреднения не приводят к потере деталей интерференционной картины. В-третьих, появление мощной персональной вычислительной техники и разработка соответствующих программ расчетов позволяют проводить подгонку теоретических кривых к экспериментальным кривым. При исследовании слоев толщиной менее информативной глубины рентгеновской дифракции работа в геометрии скользящего падения первичного рентгеновского пучка является наиболее удобной и простой, поскольку метод основан на уменьшении глубины зондирования приповерхностного слоя образца за счет уменьшения угла скольжения рентгеновских лучей. При этом информативный объем образца остается большим, что позволяет послойно исследовать тонкие пленки.

**Методика исследования.** Полный комплекс измерений реализуется на специализированной установке Vector-GaN, разработанной конкретно для исследования нитрида галлия и твердых растворов на его основе. Установка настроена на определенный угол Брэгга, соответствующий отражению рентгеновских лучей от плоскостей (0004) в слоях GaN,  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  и  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ .

Высококачественная дифракционная оптика установки позволяет расширить динамический диапазон измеряемого отраженного сигнала до семи порядков измеряемой величины, что необходимо при исследовании сложной композиции наноразмерных слоев в активной области светодиодных структур. Используются двух- и трехосевые рентгеновские эксперименты. В двухосевой схеме с монохроматором или без него применяется открытый детектор, который интегрирует рассеянное излучение от образца по всем углам в пределах апертуры детектора. Это относительно быстро и удобно, однако приводит к некоторой потере данных. Такую неоднозначность можно устранить, проанализировав направления рентгеновских лучей, рассеянных от образца, установленного в трехосевой схеме измерения. При данной схеме кристалл-анализатор расположен после образца и перед детектором. Он устанавливается на оси, концентричной с образцом, и сканируется независимо от образца. Таким образом можно построить карту распределения интенсивности излучения, рассеянного образцом по разным направлениям. Это не только устраняет проблемы, связанные с исследованием изогнутых и мозаичных кристаллов, но и позволяет различать рассеяние, вызванное разными источниками. В рассматриваемом методе три оси предназначены для управления коллиматором пучка (и, следовательно, пучком, падающим на образец), образцом и анализатором соответственно.

Трехосевая дифрактометрия позволяет разделить эффекты, связанные с изменением межплоскостного расстояния и разворотом атомных плоскостей. Анализ распределения интенсивности в системе осей координат, направленных соответственно вдоль и перпендикулярно вектору дифракции, дает возможность оценить каждый из этих вкладов отдельно. В работе использованы следующие параметры слоев: для GaN  $a = (3,1896 \pm 0,0003) \text{ \AA}$ ,

$c = (5,1855 \pm 0,0002) \text{ \AA}$ ,  $c/a = (1,6258 \pm 0,0002)$ ,  $p = 2c13/c33 = 0,53$ ; для InN  $a = (3,5378 \pm 0,0001) \text{ \AA}$ ,  $c = (5,7033 \pm 0,0001) \text{ \AA}$ ,  $c/a = (1,6121 \pm 0,0001)$ ,  $p = 2c13/c33 = 0,49$ .

Схема проведения трехосевого эксперимента представлена на рис. 1.

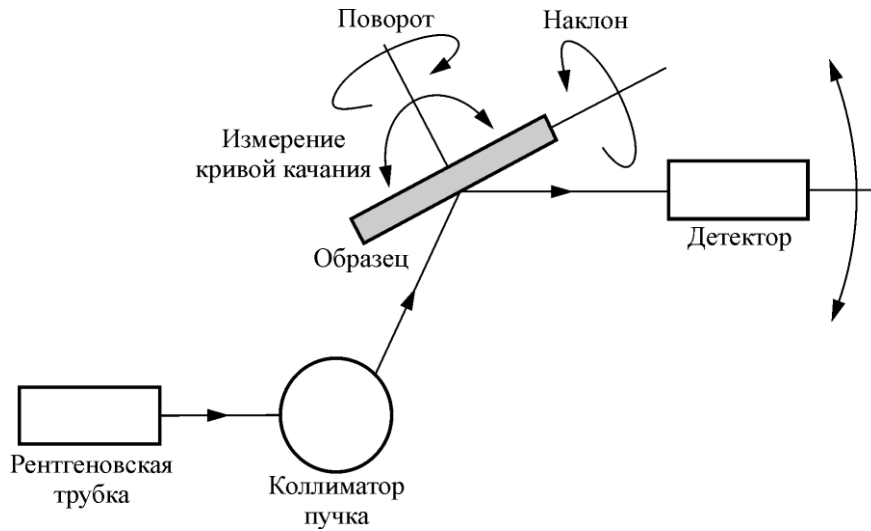


Рис.1. Схема проведения трехосевого дифрактометрического эксперимента

Структурные несовершенства слоев, такие как релаксация механических напряжений, неоднородность состава слоев, кривизна, мозаичность, разориентация блоков, влияют на ширину кривой качания в сторону ее уширения. Получаемая ширина кривой качания служит критерием оценки кристаллического совершенства. Таким образом, определение ширины на полумаксимуме кривой качания, или полуширины кривой качания (ПШКК), измеряемой в арксах, является параметром оценки степени совершенства структуры в целом.

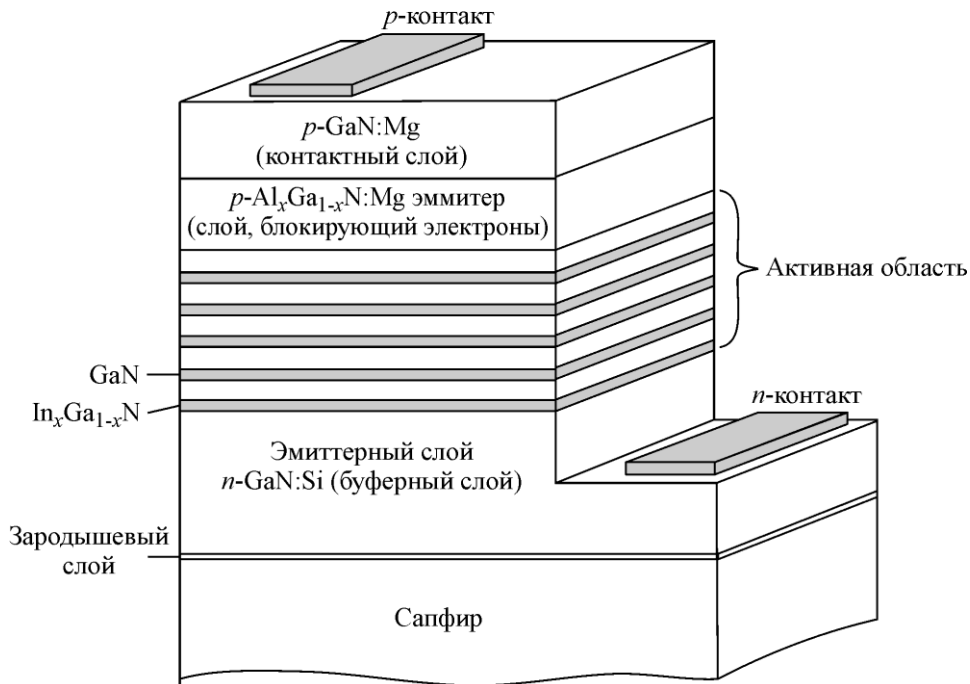


Рис.2. Гетероструктура на основе нитрида галлия для светоизлучающего диода

**Эксперимент.** Гетероструктура на основе нитрида галлия (рис.2) выращивалась с использованием металлоорганических соединений (МОС-методом). Структура состоит из зародышевого слоя GaN; буферного слоя  $n$ -GaN в качестве эмиттера электронов; активной области, состоящей из набора специально нелегированных слоев состава  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  (2,2 эВ) и барьеров GaN (3,4 эВ);  $p$ -слоев  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  (3,6 эВ) и GaN. Слой  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  является потенциальной ямой, в которой происходит рекомбинация носителей заряда. Слой  $p$ - $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  играет роль эмиттера дырок и блокирует инжекцию электронов из активной области. Контактный слой  $p$ -GaN выращивается для получения низкого сопротивления омического  $p$ -контакта в последующей технологии изготовления светодиодов [7, 8].

На рис. 3 представлена кривая качания для реальной светодиодной структуры с активной областью из набора слоев  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  и барьеров GaN. Отражение по правую сторону от основного пика характеризует свойства  $p$ -слоя AlGaN, его толщину и содержание Al. С противоположной стороны от основного пика дифракция образует сателлиты, формируемые дифракционной решеткой, обусловленные набором слоев InGaN и барьерами GaN. Таким образом, по разделению пиков высшего порядка (см. рис.3, пики 0, -1, -2, -3) определялся период потенциальных ям (сумма толщин слоев InGaN и GaN), которые образуют активный слой. По интенсивности и скорости изменения пиков низших порядков (ниже -3) можно оценить структурные свойства активной области и межслоевых границ.

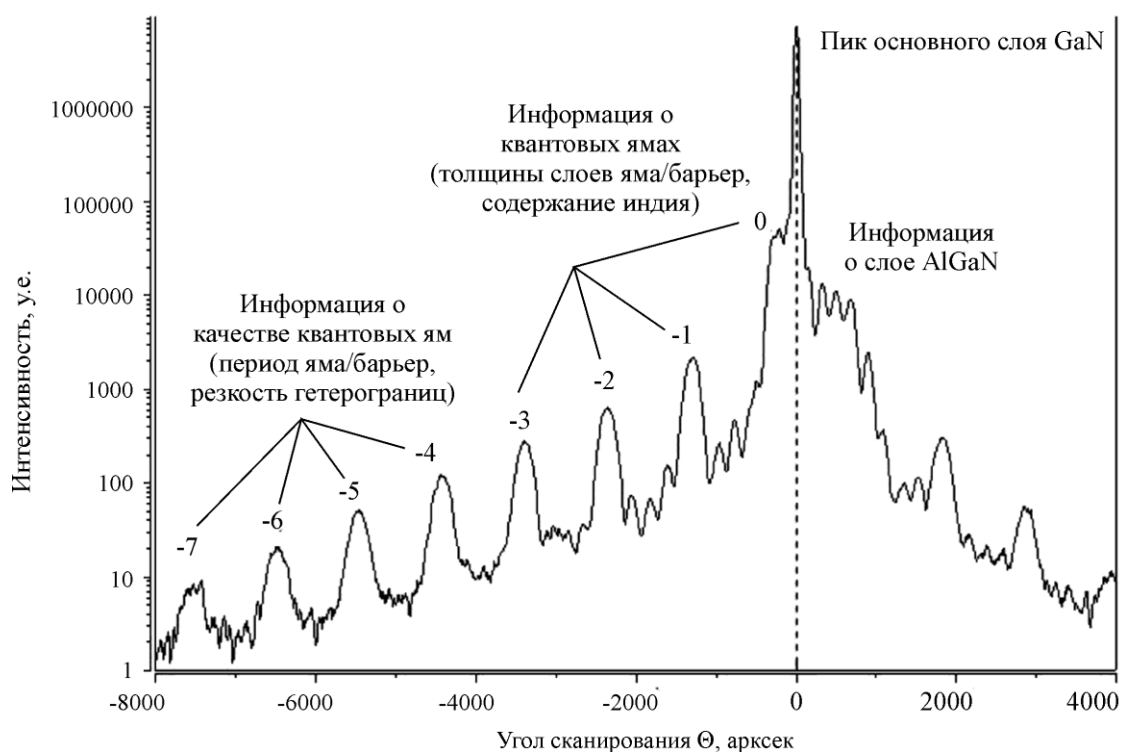


Рис.3. Кривая качания светодиодной структуры в трехосевом режиме

Моделирование кривых качания, основанное на построении теоретических кривых и последующего их сопоставления с экспериментальными кривыми, позволяет определить свойства структуры. Для этого использовалась программа подгонки Accufit, входящая в пакет программного обеспечения рентгеновской установки Vector-GaN.

На свойства получаемых гетероструктур оказывают влияние различные технологические параметры процесса. В рассматриваемом случае процесс реализован на установке D-180 с горизонтальным реактором. Особенность данного реактора заключается в том, что подложкодержатель в нем вращается со скоростью 1000–3000 об./мин. Это позволяет изменять в широких пределах механизм кристаллизации слоев. В настоящей работе метод рентгеновской дифракции опробован для изучения влияния скорости вращения подложкодержателя на качество получаемых слоев при всех постоянных технологических параметрах процесса (условия зарождения и перекристаллизации, переход из трехмерного к двумерному росту, температурный режим роста барьеров, потенциальных ям, контактного слоя и пр.). Было предложено проводить измерения кристаллического качества по ПШКК в пяти точках на пластине.

Сначала, как правило, оценивались свойства слоев (толщина и состав) по кривым качания, снятым в трехосевом режиме в центре пластины. Затем при необходимости для оптимизации условий роста с целью достижения однородного распределения свойств слоев (толщина, состав) по поверхности проводились измерения и в остальных точках в двухосевом режиме. Результаты сравнивались, и осуществлялась подгонка по алгоритмам, соответствующим типу получаемых структур, созданным с помощью программы Accufit. В табл.1 приведены характеристики гетероструктуры GaAlN/InGaN/GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученные в точке 1 (середина пластины 60 мм) при различной скорости вращения подложкодержателя и постоянных условиях всех технологических этапов.

Таблица 1

**Характеристики гетероструктуры GaAlN/InGaN/GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в зависимости от скорости вращения подложкодержателя**

Слой	1000 об./мин			2500 об./мин		
	<i>d</i> , нм	<i>x</i> , моль-ные доли	Θ, арксек	<i>d</i> , нм	<i>x</i> , моль-ные доли	Θ, арксек
Буферный (GaN)	150	–	705	250	–	515
1-й (InGaN)	3,0	0,11	511	4,0	0,12	350
2-й (InGaN)	4,1	0,12	450	5,0	0,14	318
3-й (InGaN)	4,5	0,14	422	5,5	0,15	300
4-й (InGaN)	4,3	0,15	401	6,0	0,14	205
Ga <sub>1-x</sub> Al <sub>x</sub> N	200	0,2	650	300	0,25	400

Следует отметить влияние скорости вращения пластины на подложкодержателе на скорость роста, состав потенциальных ям и кристаллографическое совершенство (Θ, арксек) слоев. Увеличение скорости вращения приводит к увеличению скорости роста, улучшению условий вхождения индия и алюминия в твердые растворы и значительному улучшению структурного качества слоев. Вероятнее всего, увеличение скорости вращения выращиваемой гетероструктуры изменяет условия массопереноса в приповерхностной области и снимает некоторые кинетические ограничения на поверхности кристаллизации слоев.

С целью определения неоднородности свойств слоев проводились рентгенодифрактометрические исследования структур, полученных при вращении пластины со скоростью 2500 об./мин в двухосевом режиме в пяти точках по поверхности. В табл.2 приведены результаты анализа.

Таблица 2

Результаты определения ПШКК в пяти точках

Слой InGaN	Θ, арксек					%
	1	2	3	4	5	
1-й	350	330	325	375	370	10
2-й	320	340	330	370	350	8
3-й	300	310	318	311	300	6
4-й	200	215	210	190	185	5

**Заключение.** Совместное использование трех- и двухосевого методов рентгеновской дифрактометрии на установке Vector-GaN и программы подгонки Accufit позволяет с небольшими затратами и высокой воспроизводимостью исследовать комплексные структурные свойства многослойных гетероструктур GaAlN/InGaN/GaN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, полученных МОС-методом на установке D-180. Обнаружено, что увеличение скорости вращения подложки в процессе эпитаксии приводит к изменению механизма кристаллизации слоев и улучшению их структурных свойств.

### Литература

1. Study of heterostructures according to single crystal Xray diffractometry / *A. V. Lyutsau, M. M. Krymko, K. L. Enisherlova et al.* // Russian Microelectronics. – 2013. – Vol. 42. – No. 8. – P. 517–524.
2. *Алексеев А.Н., Красовицкий Д., Петров С., Чалый В.* Многослойные гетероструктуры AlN/AlGaIn/GaN/AlGaIn – основа новой компонентной базы твердотельной СВЧ электроники // Компоненты и технологии. – 2008. – № 2. – С. 138–142.
3. Толстые эпитаксиальные слои нитрида галлия на кремниевой подложке / *Ш.Ш. Шарофидинов, А.А. Головатенко, И.П. Никитина и др.* // Materials Physics and Mechanics. – 2015. – № 22. – С. 53–58.
4. *Кютт Р.Н., Ратников В.В., Мосина Г.Н., Щеглов М.П.* Структурное совершенство эпитаксиальных слоев GaN по данным рентгеновской дифракции // Физика твердого тела. – 1999. – Т.41. – № 1. – С. 30-37.
5. Исследование структур AlGaIn/GaN методом рентгеновской дифрактометрии / *А.Г. Васильев, К.Л. Енишерлова, А.В. Лютцау и др.* // Электронная техника. Сер. 2. Полупроводниковые приборы. – 2010. – Вып. 2(225). – С. 13–27.
6. Исследование гетероструктур методом однокристалльной дифрактометрии / *А.В. Лютцау, М.М. Крымко, К.Л. Енишерлова и др.* // Материалы электронной техники. – 2012. – № 3. – С. 72–78.
7. Blue InGaIn quantum well LED fabrication / *S. Nakamura, M. Grundmann, J. Haaseheim et al.* // Santa Barbara: Department of Electrical and Computer Engineering – University of California. – 2002. – 5, 8. – P. 16.
8. Изучение влияния дефектов в зародышевых слоях AlGaIn на утечки в гетероструктурах для транзисторов с высокой подвижностью электронов / *А.А. Андреев, Ю.В. Грищенко, И.С. Езубченко и др.* // Журнал радиоэлектроники: электронный журнал. – 2015. – №1. – URL: <http://jre.cplire.ru/jre/jani15/23/text.html>

Статья поступила  
после доработки 12 апреля 2016 г.

**Вигдорович Евгений Наумович** – доктор технических наук, профессор кафедры оптических и биотехнических систем и технологий Физико-технологического института Московского технологического университета, лауреат Государственной премии СССР. *Область научных интересов:* материаловедение и технология полупроводников. **E-mail:** [evgig@mail.ru](mailto:evgig@mail.ru)

**Ермошин Иван Геннадьевич** – кандидат технических наук, старший инженер ЗАО «Элма-Малахит» (г. Москва). *Область научных интересов:* технология полупроводников и приборов на их основе.