

## КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ BRIEF REPORTS

УДК 621.793.3

DOI: 10.24151/1561-5405-2020-25-3-277-281

### Влияние технологических параметров процесса атомно-слоевой эпитаксии на однородность толщины зародышевых слоев GaN

*М.О. Никифоров<sup>1,2</sup>, А.А. Дедкова<sup>1</sup>, Б.Н. Рыгалин<sup>1</sup>*

<sup>1</sup>*Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Москва,  
Россия*

<sup>2</sup>*АО «Элма-Малахит», г. Москва, Россия*

*Nikiforovmo@yandex.ru*

Один из способов получения совершенных нитридных структур для микроэлектроники – использование метода атомно-слоевой эпитаксии. В работе рассмотрено влияние технологических параметров процесса атомно-слоевой эпитаксии на динамику роста и равномерность распределения осажденного слоя нитрида галлия (GaN). Эксперименты проведены в реакторе оригинальной конструкции с горизонтальной подачей газа к поверхности подложек при изменении температуры роста в диапазоне 450–540 °С, давления от  $4 \cdot 10^4$  Па (400 мбар) до  $5 \cdot 10^3$  Па (50 мбар) и варьировании расхода триметилгаллия от 3 до 120 мл/мин. Толщина слоев определена на спектральном эллипсометре. Полученные образцы исследованы методом атомно-силовой микроскопии. Разработанные режимы обеспечивают получение равномерных по толщине зародышевых слоев GaN на сапфировых подложках.

**Ключевые слова:** нитрид галлия; атомно-слоевая эпитаксия; спектральная эллипсометрия; равномерность осаждения слоя

**Благодарности:** работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «МСТ и ЭКБ» МИЭТ.

**Для цитирования:** Никифоров М.О., Дедкова А.А., Рыгалин Б.Н. Влияние технологических параметров процесса атомно-слоевой эпитаксии на однородность толщины зародышевых слоев GaN // Изв. вузов. Электроника. 2020. Т. 25. № 3. С. 277–281. DOI: 10.24151/1561-5405-2020-25-3-277-281

## Influence of Technological Parameters of the Atomic-Layer Epitaxy Process on the Uniformity of the Thickness of the Obtained Nucleation Layers GaN

M.O. Nikiforov<sup>1,2</sup>, A.A. Dedkova<sup>1</sup>, B.N. Rygalin<sup>1</sup>

<sup>1</sup>National Research University of Electronic Technology, Moscow, Russia

<sup>2</sup>JSC «Elma-Malachit», Moscow, Russia

Nikiforovmo@yandex.ru

**Abstract:** One way to obtain perfect nitride structures for microelectronics is to use the atomic layer epitaxy growth method. The paper considers the influence on the growth dynamics and uniformity of the distribution of the deposited gallium nitride (GaN) layer of such process parameters as the pressure in the reactor, the flow rate of the trimethylgallium precursor and the substrate temperature in the deposition zone (growth temperature). The experiments were carried out in the original reactor in which the flow of gases to the surface of the substrates was carried out horizontally, the growth temperature in different experiments was in the range of 450–540 °C, pressure was varied from  $4 \cdot 10^4$  Pa (400 mbar) up to  $5 \cdot 10^3$  Pa (50 mbar), flow trimethylgallium ranged from 3 to 120 ml/min. The thickness of the layers is determined on a spectral ellipsometer. Obtained samples were studied by atomic-layer microscopy. Conditions of carrying the process for obtaining a uniform thickness of epitaxial layers of GaN on sapphire substrates have been researched.

**Keywords:** gallium nitride; atomic layer epitaxy; spectral ellipsometry; uniformity of layer deposition

**Acknowledgements:** the study has been carried out with equipment of the MIFET Core facilities center «MEMS and electronic components».

**For citation:** Nikiforov M.O., Dedkova A.A., Rygalin B.N. Influence of technological parameters of the atomic-layer epitaxy process on the uniformity of the thickness of the obtained nucleation layers GaN. *Proc. Univ. Electronics*, 2020, vol. 25, no. 3, pp. 277–281. DOI: 10.24151/1561-5405-2020-25-3-277-281

Традиционная схема организации процесса выращивания гетероэпитаксиальных структур нитридных соединений и соответствующая ей конструкция реакционных камер в современном оборудовании имеют ряд ограничений, что сдерживает развитие технологии получения совершенных нитридных слоев.

В первую очередь это относится к сложности управления ростом наноразмерных слоев и воспроизводимости процесса. Использование метода атомно-слоевой эпитаксии (АСЭ) позволяет обеспечить высокую однородность толщины гетероэпитаксиальных слоев по площади структуры, тонкие переходные слои и резкие гетерограницы. При этом решается проблема отсутствия недорогих согласованных по параметру решетки подложек [1]. Для формирования толстых слоев ввиду низких скоростей роста применение данного метода затруднено.

Начальные стадии образования пленки нитрида галлия (GaN) – зародышеобразование и последующая эволюция островков – играют основную роль при получении качественных эпитаксиальных слоев полупроводниковых кристаллов нитридов III группы. В настоящей работе рассматриваются зависимости распределения толщины зародышевого слоя от технологических параметров процесса АСЭ, а также определяются условия, при которых процесс проходит в режиме самоограничения роста [2].

Компания «ЭЛМА-Малахит» (г. Москва, г. Зеленоград) разработала реактор, позволяющий использовать поочередно методы АСЭ и МОС-гидридной эпитаксии в рамках одного техноло-

гического процесса. При этом реализованы преимущества обоих методов: высокая скорость роста (МОС-гидридная эпитаксия) и высокая однородность нанесения (АСЭ). Слои GaN получены методом МОС-гидридной эпитаксии в разделенных потоках [3]. Для создания структур используется реактор горизонтального типа с изменяемым распределением газовых потоков. В режиме МОС-гидридной эпитаксии подача прекурсоров III и V группы осуществляется по всему периметру реактора. В режиме АСЭ в определенные секторы реактора подается прекурсор только III или V группы, а секторы между ними продуваются технологическим газом, что обеспечивает локализацию газовых потоков и удаление непрореагировавших прекурсоров с поверхности подложки. Ключевое отличие предлагаемого метода от классической АСЭ заключается в том, что в реактор одновременно подаются прекурсоры III и V группы. Схема распределения секторов подачи реагентов внутри реактора показана на рис. 1.

В экспериментах в качестве прекурсоров применяются аммиак и триметилгаллий (ТМГ), подложки представляют собой трехдюймовые пластины сапфира с ориентацией (0001). Водород используется как газ-носитель и газ для продувки реактора. Прекурсоры подаются от боковых стенок реактора, непрореагировавшие реагенты выводятся в центре реактора. Длительность цикла нанесения составляет 6 с, средняя толщина выращенного слоя для каждого образца равна 50 нм. Газовый поток в реактор состоит из аммиака и водорода, скорость которого равна  $25 \cdot 10^3$  см<sup>3</sup>/мин. Количество вводимого ТМГ меняется от  $1,2 \cdot 10^{-5}$  до  $8,4 \cdot 10^{-4}$  моль/мин. Перед началом нанесения слоев GaN для термической очистки поверхности сапфировые подложки отжигались в течение 10 мин при температуре 1000 °С в атмосфере водорода. Толщина слоев GaN определялась на спектральном эллипсометре Horiba Auto SE в 25 точках. Во время проведения процесса контроль за ростом структуры проводился с помощью рефлектометрической системы EpiTune II при длине волны сканирующего луча 950 нм. Полученные образцы исследовались методом атомно-силовой микроскопии.

На рис.2 приведена зависимость скорости роста слоев GaN от расхода ТМГ. Эксперименты проводились при температуре 500 °С. Из графиков видно, что со снижением давления при высоких расходах ТМГ влияние изменения его расхода на скорость роста пленки GaN уменьшается (см. рис.2, кривая 3). Покрытие в один монослой GaN за цикл достигается при скорости роста 0,26 нм/цикл [4, 5], что примерно соответствует половине длины кристаллической решетки GaN в *c*-плоскости [6]. Режимы, близкие к режиму самоограничения, зафиксированы в реакторе при скорости роста слоев GaN ~3 Å/цикл, давлении 50 мбар и расходе ТМГ 120 мл/мин. В проведенных экспериментах иногда самоограничение роста наблюдается частично. Это в совокупности с более высокой скоростью роста относительно расчетной может свидетельствовать о том, что при осуществлении одного цикла происходит наращивание более одного слоя. Причиной многослойного роста за один цикл в данном случае может являться адсорбция избыточного количества прекурсора III группы на момент подачи на подложку прекурсора V группы. Наилучшее значение однородности распределения толщины слоя по подложке – отклонение от средней арифметической толщины – составляет 4,52 %. При изменении температуры от 450 до 540 °С для такого режима отклонение толщины слоя меняется от 7,08 до 1,62 % соответственно. При переходе в режим МОС-гидридной эпитаксии скорость роста в том же процессе составляет 15 нм/мин при разбросе значений толщины слоя 10 %.



Рис. 1. Схема распределения газовых потоков внутри реактора (вид сверху)

Fig. 1. Diagram of the distribution of gas flows inside the reactor (top view)

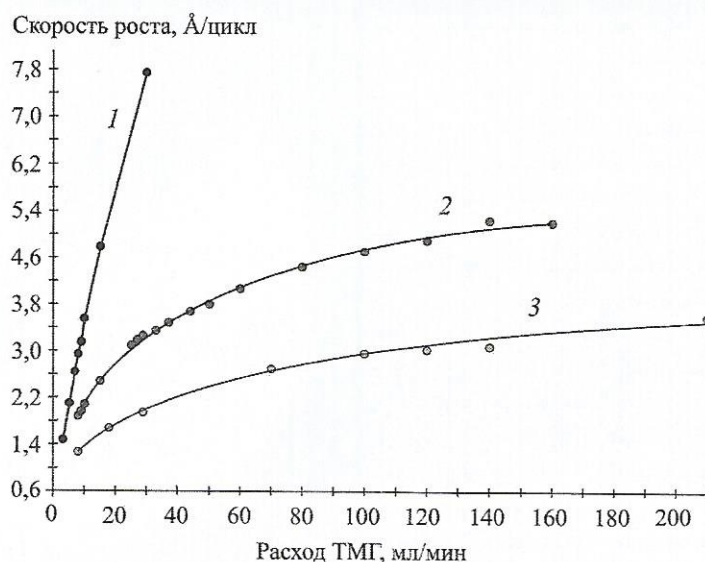


Рис.2. Изменение скорости роста слоев GaN в зависимости от расхода ТМГ при давлении в реакторе  $4 \cdot 10^4$  Па (400 мбар),  $1 \cdot 10^4$  Па (100 мбар),  $5 \cdot 10^3$  Па (50 мбар) (кривые 1–3 соответственно)

Fig.2. The dependence of changes in the growth rate of GaN layers on the flow rate of TMG at a reactor pressure of  $4 \cdot 10^4$  Pa (400 mbar),  $1 \cdot 10^4$  Pa (100 mbar),  $5 \cdot 10^3$  Pa (50 mbar) (curves 1–3 respectively)

Результаты исследования показывают, что конструкция реактора позволяет достичь высокой однородности толщины как тонкого, так и толстого слоев структуры, а также большей суммарной скорости роста слоев, чем при использовании классического метода атомно-слоевой эпитаксии. Разработанные и оптимизированные режимы АСЭ обеспечивают получение равномерных по толщине как тонкого, так и толстого слоев GaN на сапфировых подложках с использованием в качестве прекурсоров аммиака и ТМГ, а в качестве газа-носителя и продувочного газа – водорода.

Эксперимент показал, что понижение давления в реакторе с одновременным увеличением количества подаваемого в реактор ТМГ повышает равномерность покрытия подложек слоями GaN. Повышение температуры в процессе роста слоев GaN на сапфировых подложках приводит к резкому увеличению однородности получаемых слоев GaN по поверхности подложек и скорости их роста.

### Литература

1. Parphenyuk P.V., Evtukh A.A. Lowering the density of dislocations in heteroepitaxial III-nitride layers: Effect of sapphire substrate treatment (review) // Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics. 2016. Vol. 19. No 1. P. 1–8.
2. Atomic layer epitaxy of gallium nitride using trimethylgallium and ammonia / Lu-Sheng Hong, Wei-Lin Chen, Shuo-Wei Chen et al. // Asian Pacific Confederation of Chemical Engineers Congress Program and Abstracts. Session ID : 3D-09. 2004. P. 1–7.
3. Буробин В.А., Зверев А.В., Арендаренко А.А. Способ получения эпитаксиального слоя бинарного полупроводникового материала на монокристаллической подложке посредством металлоорганического химического осаждения из газовой фазы // Патент России № 2548578. 2015. Бюл. № 6.
4. Atomic layer epitaxy of AlGaN / Kentaro Nagamatsu, Daisuke Iida, Kenichiro Takeda // Phys. Status Solidi C 7. 2010. No. 10. P. 2368–2370.
5. Sumakeris J., Sitar Z., Ailey-Trent K.S. Layer-by-layer epitaxial growth of GaN at low temperatures // Thin Solid Films. 1993. Vol. 225. 244–249.
6. Harafuji T., Kawamura J. Molecular dynamics simulation for evaluating melting point of wurtzite-type GaN crystal // J. Appl. Phys. – 2004. – P. 2501–2512.

Поступило в редакцию 18.10.2019 г.; после доработки 16.03.2020 г.; принято к публикации 17.03.2020 г.

**Никифоров Максим Олегович** – аспирант Института перспективных материалов и технологий Национального исследовательского университета «МИЭТ» (124498, Россия, г. Москва, г. Зеленоград, пл. Шокина, 1), инженер-технолог АО «Элма-Малахит» (Россия, 124460, г. Москва, г. Зеленоград, Георгиевский пр-т, 5, стр. 2.), Nikiforovmo@yandex.ru

**Дедкова Анна Александровна** – ведущий инженер Центра коллективного пользования «Микросистемная техника и электронная компонентная база» Национального исследовательского университета «МИЭТ» (124498, Россия, г. Москва, г. Зеленоград, пл. Шокина, 1), dedkova@ckp-miet.ru

**Рыгалин Борис Николаевич** – доктор технических наук, профессор, директор Научно-исследовательского института электронной техники Национального исследовательского университета «МИЭТ» (124498, Россия, г. Москва, г. Зеленоград, пл. Шокина, 1), lv@miee.ru

### References

1. Parphenyuk P.V., Evtukh A.A. Lowering the density of dislocations in heteroepitaxial III-nitride layers: Effect of sapphire substrate treatment (review). *Semiconductor Physics, Quantum Electronics & Optoelectronics*, 2016, vol. 19, no. 1, pp. 1–8.
2. Lu-Sheng Hong, Wei-Lin Chen, Shuo-Wei Chen, Yu-Jen Hsu, Jyh-Chiang Jiang. Atomic layer epitaxy of gallium nitride using trimethylgallium and ammonia. *Asian Pacific Confederation of Chemical Engineers congress program and abstracts. Session ID : 3D-09*. 2004. pp. 1–7.
3. Burobin V.A., Zverev A.V., Arendarenko A.A. *Method of producing an epitaxial layer of binary semiconductor material on a single-crystal substrate by means of metalorganic vapour-phase deposition*. Russian Patent, no. 2548578, 2015. (in Russian).
4. Kentaro Nagamatsu, Daisuke Iida, Kenichiro Takeda, Kensuke Nagata, Toshiaki Asai, Motoaki Iwaya, Satoshi Kamiyama, Hiroshi Amano, Isamu Akasaki. Atomic layer epitaxy of AlGaN. *Phys. Status Solidi C* 7, 2010, no. 10, pp. 2368–2370.
5. Sumakeris J., Sitar Z., Ailey-Trent K.S. Layer-by-layer epitaxial growth of GaN at low temperatures. *Thin Solid Films*, 1993, vol. 225, pp. 244–249.
6. Harafuji T., Kawamura J. Molecular dynamics simulation for evaluating melting point of wurtzite-type GaN crystal. *J. Appl. Phys*, 2004, pp. 2501–2512.

Received 18.10.2019; Revised 16.03.2020; Accepted 17.03.2020.

### Information about the authors:

**Maksim O. Nikiforov** – PhD student of the Institute of Advanced Materials and Technologies, National Research University of Electronic Technology (124498, Russia, Moscow, Zelenograd, Shokin sq., 1), Engineer of the JSC «Elma-malachit» (Russia, 124460, Moscow, Zelenograd, St. George Ave., 5, build 2), Nikiforovmo@yandex.ru

**Anna A. Dedkova** – Lead Engineer of the Center for Collective Use «Microsystem Technology and Electronic Component base», National Research University of Electronic Technology (124498, Russia, Moscow, Zelenograd, Shokin sq., 1), dedkova@ckp-miet.ru

**Boris N. Rygalin** – Dr. Sci. (Eng.), Director of the Research Institute of Electronic Technology, National Research University of Electronic Technology (124498, Russia, Moscow, Zelenograd, Shokin sq., 1), lv@miee.ru

## Уважаемые авторы!

С правилами оформления и опубликования научных статей

можно ознакомиться на нашем сайте:

<http://ivuz-e.ru>