

# EPITAKSJA MOVPE AZOTKÓW III GRUPY UKŁADU OKRESOWEGO - GŁÓWNE PROBLEMY TECHNOLOGICZNE

Ewa Dumiszewska<sup>1</sup>, Dariusz Lenkiewicz<sup>1</sup>, Włodzimierz Strupiński<sup>1</sup>, Agata Jasik<sup>1</sup>, Rafał Jakieta<sup>1</sup>

W pracy omówiono typowe problemy pojawiające się podczas epitaksji związków azotowych. Wykonano warstwy GaN na warstwach nukleacyjnych GaN oraz AlN. Otrzymano warstwy domieszkowane krzemem o koncentracji elektronów  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  oraz domieszkowane magnezem o koncentracji dziur  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , odpowiednio. Zoptymalizowano parametry wzrostu warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ . Otrzymano warstwę o wysokim składzie Al oraz grubości potrzebnej do wykonania struktury detektorów. Obniżenie temperatury wzrostu do  $700^\circ\text{C}$  oraz zastosowanie dodatkowego źródła Ga (TEGa) pozwoliło na uzyskanie warstw emitujących promieniowanie fotoluminescencyjne do długości fali od 350 do 500 nm, a co za tym idzie wykonanie struktur dla diod emitujących światło niebieskie i zielone.

## 1. WPROWADZENIE

Materiały III-N budzą od lat wiele zainteresowania ze względu na wykorzystanie ich do produkcji przyrządów optoelektronicznych emitujących i wykrywających światło niebieskie i ultrafiolet oraz elementów mikroelektronicznych. Struktury takich przyrządów wytwarzane są metodami epitaksjalnymi. Jednakże podstawowym problemem ograniczającym ich rozwój jest brak objętościowych, monokrystalicznych podłoży o dużej powierzchni, które mogłyby być wykorzystywane w epitaksji azotków III grupy układu okresowego. Z tego powodu przy produkcji materiałów III-N metodami MOVPE i MBE stosuje się podłoża zastępcze, które mają różne stałe sieci i współczynniki rozszerzalności cieplnej niż na przykład GaN i AlN. Są to przede wszystkim podłoża szafirowe ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), SiC i Si.

---

<sup>1</sup> Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, 01-919 Warszawa,  
ul. Wólczyńska 133, e-mail: ek@itme.edu.pl

Wykonanie, w oparciu o związki azotowe, wysokiej jakości przyrządów wymaga bardzo wielu skomplikowanych i pracochłonnych operacji technologicznych. Do najważniejszych należy zaliczyć procesy krystalizacji warstw GaN na monokrystalicznych podłożach z zastosowaniem warstwy nukleacyjnej osadzonej w niskiej temperaturze. Stanowi ona zarodek hodowanej w wysokiej temperaturze warstwy GaN. Optymalizacja wzrostu warstwy nukleacyjnej umożliwia dodatkowo obniżenie gęstości dyslokacji (EPD).

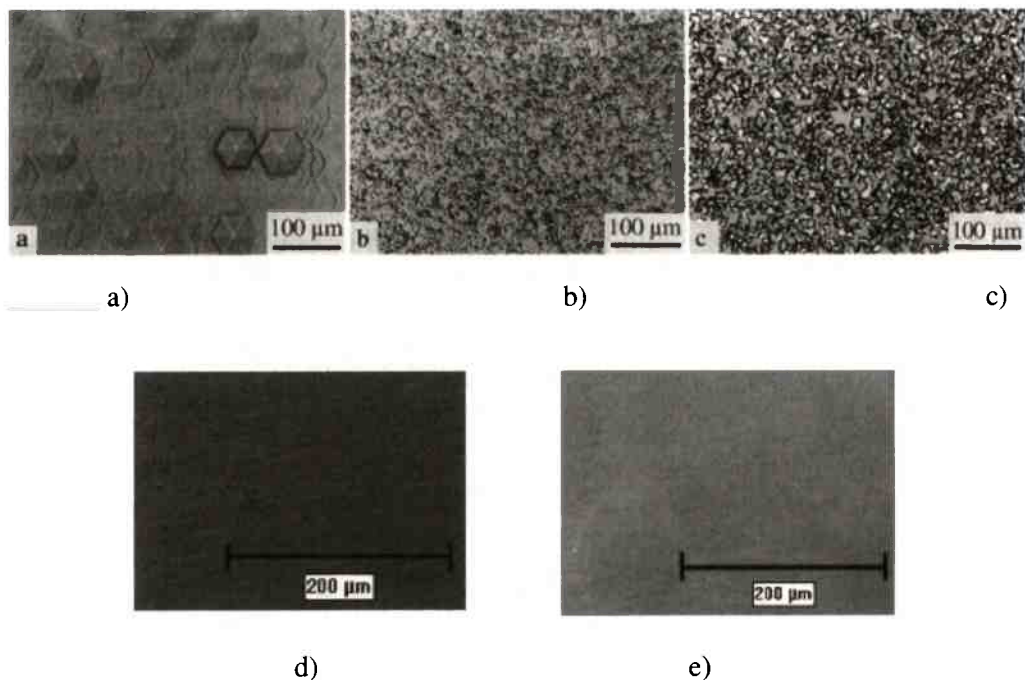
Badania nad wzrostem epitaksjalnym związków III-N nadal prowadzone są z wielkim rozmachem na całym świecie. Częściowe zoptymalizowanie parametrów wytwarzania warstw GaN, AlN, AlGaN i InGaN umożliwia dalsze działania zmierzające z jednej strony do poprawy parametrów materiałowych (EPD, gładkość, czystość, itp.), a z drugiej do nowych koncepcji w zakresie konstrukcji przyrządów, rozszerzających zakres pracy i zakres zastosowań.

## **2. WARSTWY GaN Z ZASTOSOWANIEM WARSTW NUKLEACYJNYCH GaN i AlN**

Ze względu na niedopasowanie sieciowe  $\sim 14\%$  i dużą różnicę we współczynnikach rozszerzalności cieplnej pomiędzy azotkiem galu a szafirem, bezpośrednie osadzanie warstwy GaN na szafirze uniemożliwia otrzymanie wysokiej jakości warstwy epitaksjalnej z gładką powierzchnią wolną od defektów. Wykonanie na powierzchni podłoża tzw. warstwy nukleacyjnej z azotku galu lub azotku glinu powoduje powstanie zarodków właściwej warstwy GaN. Warunki, w jakich otrzymywana jest warstwa zarodkowa mają istotny wpływ na wielkość i gęstość wchodzących w jej skład zarodków, a to z kolei decyduje o jakości i właściwościach osadzanych na nich warstw GaN [1].

Rozwój warstw nukleacyjnych zapoczątkowali Amano i Akasaki [2] otrzymując lepszej jakości warstwę GaN poprzedzoną cienką warstwą AlN. Osadzana bezpośrednio na podłożu szafirowym w temperaturze  $\sim 600^\circ\text{C}$ , przyczyniła się ona do poprawy morfologii powierzchni oraz optycznych i elektrycznych właściwości warstwy GaN [2]. Spowodowało to także zmniejszenie gęstości dyslokacji w otrzymanych warstwach. W przypadku osadzania warstw GaN bezpośrednio na podłożu szafirowym EPD waha się od  $5 \cdot 10^9$  do  $5 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ , a morfologia powierzchni uniemożliwia dalszą obróbkę materiału. Zastosowanie warstwy nukleacyjnej powoduje obniżenie gęstości dyslokacji do  $\sim 5 \cdot 10^8$  i jednoczesne zmniejszenie liczby centrów rekombinacji niepromienistej.

Poniżej porównano zdjęcia powierzchni warstw azotku galu osadzonych bezpośrednio na podłożu szafirowym [2] oraz na warstwach nukleacyjnych (Rys.1). Próbki z warstwą nukleacyjną mają prawie przezroczyste, gładkie powierzchnie. Brak jest widocznych wysp czy nieciągłości warstwy GaN, jak to ma miejsce w przypadku braku warstwy nukleacyjnej.

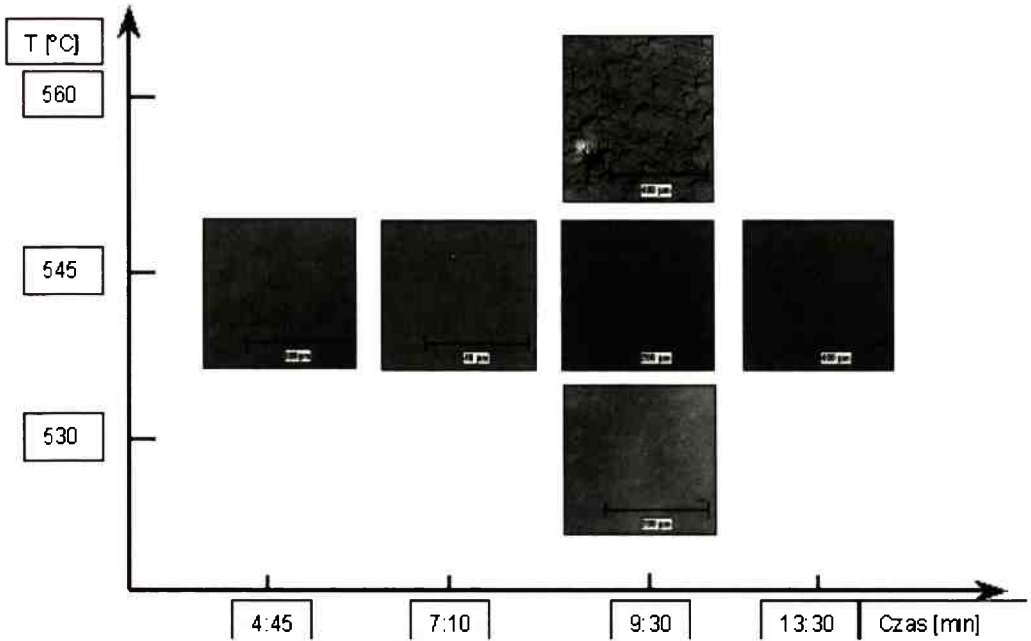


**Rys.1.** Powierzchnia warstwy GaN wykonanej bez warstwy nukleacyjnej: a), b), c)[2] osadzonej na warstwie nukleacyjnej GaN, d) oraz AlN, e) widoczna za pomocą mikroskopu Nomarskiego.

**Fig.1.** GaN buffer layer surface made without nucleation layer: a), b), c)[2] deposited on GaN, d) and AlN nucleation layer, e) seen by Nomarsky microscope.

Otrzymanie warstwy buforowej GaN charakteryzującej się jak najlepszą jakością wymaga optymalizacji parametrów wzrostu warstwy nukleacyjnej: ciśnienie cząstkowych prekursorów galu lub aluminium oraz amoniaku, temperatury oraz ciśnienia w reaktorze itp. Na Rys.2 przedstawiono wpływ temperatury i czasu wzrostu warstwy nukleacyjnej na jakość powierzchni swobodnej warstwy buforowej. Warstwy o najbardziej gładkiej powierzchni otrzymano stosując temperaturę wzrostu równą 550°C i czas osadzania wynoszący 570 sekund. Zbyt krótki czas wzrostu prawdopodobnie uniemożliwia uzyskanie odpowiedniej liczby zarodków warstwy buforowej. Gdy zostanie przekroczony optymalny czas wzrostu na powstałej warstwie buforowej tworzą się kratery heksagonalne, prawdopodobnie ujścia dyslokacji.

Morfologię powierzchni otrzymanych warstw buforowych GaN obserwowano za pomocą mikroskopu sił atomowych (AFM). Warstwy osadzone w optymalnych warunkach charakteryzowały się bardzo niską chropowatością ( $RMS = 0,057 \text{ nm}$ ). Na powierzchni widoczne są dyslokacje śrubowe typowe dla warstw azotku galu osadzanych na podłożach szafirowych. Przykładowy obraz AFM powierzchni warstwy azotku galu wykonanej na warstwie nukleacyjnej GaN przedstawiono na Rys.3.

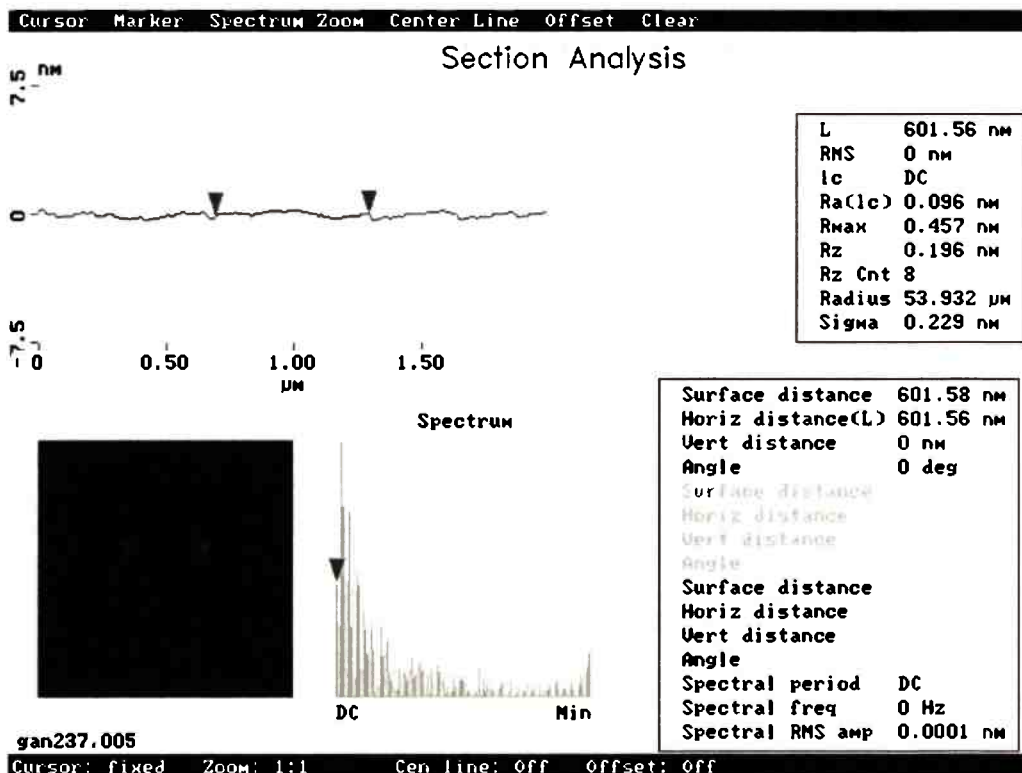


**Rys.2.** Optymalizacja parametrów wzrostu warstwy nukleacyjnej wykonanej z azotku galu, zdjęcia wykonane za pomocą mikroskopu Nomarskiego.

**Fig.2.** Gallium nitride nucleation layer - optimization its growth parameters, pictures made by Nomarsky microscope.

W celu sprawdzenia jakości krystalicznej warstw buforowych osadzanych na warstwach nukleacyjnych GaN oraz AlN wykonano pomiary fotoluminescencji oraz dyfrakcji rentgenowskiej. Warstwy buforowe GaN osadzone na warstwie nukleacyjnej AlN charakteryzuje zwykle gorsza jakość krystaliczna niż warstwy osadzone na warstwie nukleacyjnej z GaN. Powodują to naprężenia ściskające występujące w rosnącej warstwie, spowodowane niedopasowaniem sieciowym pomiędzy warstwą nukleacyjną a warstwą buforową (~ 2,16%). Z tego też powodu przy produkcji struktur przyrządów optoelektronicznych stosuje się warstwy nukleacyjne GaN.

Spektrum fotoluminescencji warstw azotku galu prawie zawsze wykazuje serię linii emisyjnych o energii od ~ 3,4 do 2,8 eV oraz szerokie pasmo „żółtej” luminescencji o średniej energii ~ 2,2 eV. Względna intensywność tych dwóch pasm emisyjnych zależy od jakości warstw. Za pasmo „żółtej” luminescencji odpowiedzialne są naturalne defekty oraz domieszki szczątkowe zawsze obecne w intencjonalnie niedomieszkowanych warstwach GaN [3]. Sarrinen i in. [4] wykazali, że intensywność „żółtej” luminescencji warstw GaN zależy od liczby luk galowych w warstwie. Typowe widmo fotoluminescencji dla warstwy azotku galu pokazane jest na Rys.4 [4].



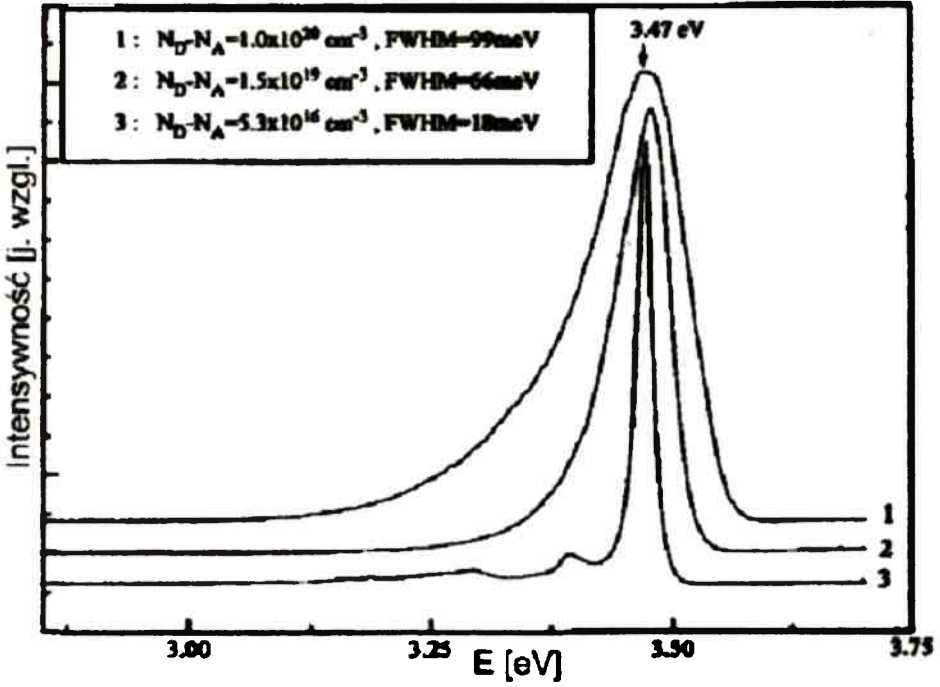
Rys.3. Obraz warstwy azotku galu uzyskany z mikroskopu sił atomowych.

Fig.3. Atomic Force Microscopy image of the surface of gallium nitride layer.

Poniżej pokazano widmo fotoluminescencji warstwy buforowej GaN na warstwie nukleacyjnej GaN otrzymanej w ITME (Rys.5). Pomiary krzywych fotoluminescencji wykonano przy użyciu lasera He-Cd o długości fali 325 nm oraz mocy 1 W w temperaturze 85 K. Uzyskano stałą wartość przerwy energetycznej warstwy buforowej 3,48 eV dla wszystkich badanych warstw, co odpowiada długości fali równej 365 nm.

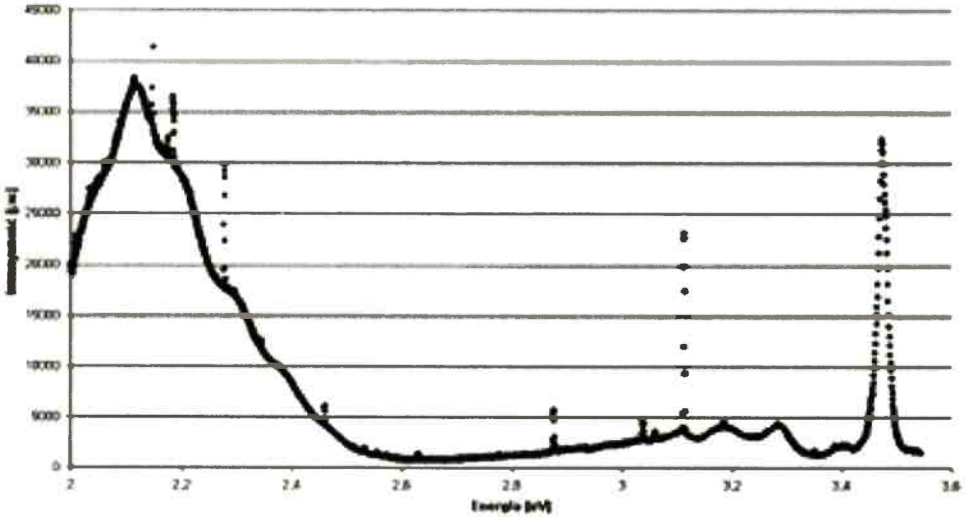
Otrzymano widmo azotku galu bardzo zbliżone do teoretycznego. Świadczy to o wysokiej jakości krystalicznej otrzymanej warstwy.

Pomiary rentgenowskie (krzywej odbić) dostarczają między innymi informacji na temat defektów struktury warstw azotku galu. W Tab.1 porównano wyniki szerokości połówkowych otrzymanych dla warstw buforowych GaN osadzanych na warstwach nukleacyjnych GaN oraz AlN.



Rys.4. Typowe widmo fotoluminescencji dla GaN [4].

Fig.4. Typical PL spectrum for GaN [4].



Rys.5. Przykładowe widmo fotoluminescencji dla warstwy GaN wykonanej w ITME.

Fig.5. PL spectrum for GaN layer made in ITME.

**Tabela 1.** Porównanie szerokości połówkowych krzywych odbić uzyskanych dla warstw buforowych GaN osadzanych na warstwie nukleacyjnej GaN i AlN.**Table 1.** Comparizon between FWHM of GaN buffer layers on GaN and AlN nucleation layers.

Nr procesu	GaN/GaN		GaN/AlN	
	FWHM [arcsec]		FWHM [arcsec]	
	radial	vertical	radial	vertical
237	191	214		
374	201	286		
249			204	505
355			198	355

Otrzymano dwie różne wartości szerokości połówkowych. Pierwsza z nich (FWHM radial - mierzona wzdłuż wektora dyfrakcji) świadczy o zdefektowaniu warstwy w kierunku wzrostu. Warstwy buforowe osadzone zarówno na warstwach nukleacyjnych GaN jak i AlN charakteryzuje bardzo zbliżona wartość szerokości połówkowej (rzędu 200 arcsec), a co za tym idzie zbliżona jakość krystaliczna w kierunku wzrostu. Szerokość połówkowa (FWHM vertical - mierzona prostopadle do wektora dyfrakcji) świadczy o strukturze mozaikowej obydwu warstw. Warstwy osadzone na warstwie nukleacyjnej AlN charakteryzuje wyższa mozaikowatość (FWHM rzędu 400 arcsec) w porównaniu do warstw osadzanych na GaN (~250 arcsec).

Uzyskane wyniki potwierdzają lepszą jakość krystaliczną warstw buforowych GaN osadzanych na warstwach nukleacyjnych GaN, a co za tym idzie przydatność tych warstw do wytwarzania przyrządów optoelektronicznych.

### 3. DOMIESZKOWANIE WARSTW GaN

Podstawowe właściwości elektryczne półprzewodników, które decydują o ich zastosowaniu to rodzaj i koncentracja swobodnych nośników prądu. Właściwości te można zmieniać poprzez domieszkowanie. Niedomieszkowany azotek galu wykonany przy użyciu techniki MOCVD w zależności od typu i jakości warstwy nukleacyjnej posiada koncentrację elektronów na poziomie  $10^{16}$ - $10^{17}$   $\text{cm}^{-3}$  oraz ruchliwość elektronów rzędu kilkudziesięciu  $\text{cm}^2/(\text{Vs})$ . Źródłem swobodnych elektronów mogą być luki azotowe, domieszki donorowe jak krzem oraz zanieczyszczenia (tlen itp.) [5]. Dla warstw GaN otrzymanych na warstwach nukleacyjnych AlN otrzymuje się koncentrację swobodnych nośników na poziomie  $2 \cdot 10^{16}$   $\text{cm}^{-3}$ . Spowodowane jest to gorszą jakością krystaliczną oraz większym zanieczyszczeniem warstwy nukleacyjnej.

Atomy domieszki łatwo wbudowują się w macierzystą sieć półprzewodnika. Decyduje o tym zbliżony rozmiar promieni atomowych do galu lub azotu (w zależności od podstawianego atomu) oraz trwałość wiązań tworzonych przez gal lub azot z pierwiastkami domieszki. W zależności od rodzaju oraz ilości i sposobu wprowadzania atomów domieszek, można uzyskać materiał półprzewodnikowy o żądanym typie prze-

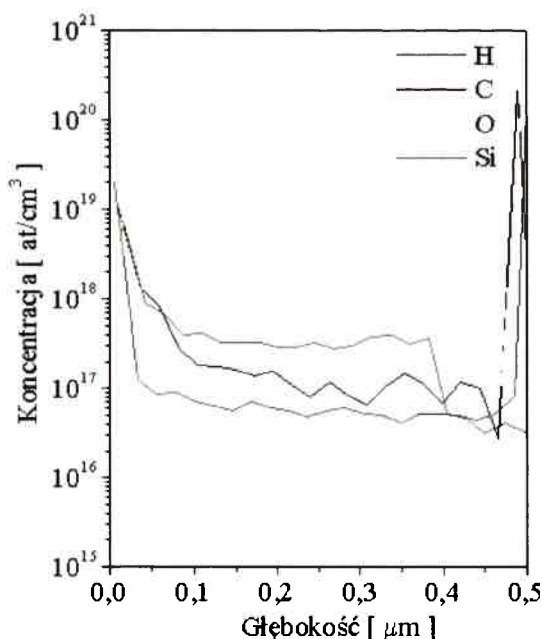
wodnictwa, koncentracji i ruchliwości dziur lub elektronów. Najczęściej jako domieszkę donorową stosuje się krzem, natomiast jako domieszkę akceptorową magnez [6].

### 3.1. DOMIESZKOWANIE KRZEMEM

Ponieważ atom krzemu na ostatniej powłoce posiada cztery elektrony walencyjne, w azotku galu zastępuje on atom galu, stając się domieszką donorową. Potwierdzają to obliczenia teoretyczne wskazujące na znacznie korzystniejsze energetycznie lokowanie się krzemu w podsieci galowej, niż w azotowej. W wyniku homogenicznego domieszkowania można łatwo otrzymać koncentrację elektronów rzędu  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  [6]. Jako prekursora krzemu najczęściej używa się silanu  $\text{SiH}_4$ .

Wykonane warstwy typu n zmierzono za pomocą metody SIMS w celu określenia koncentracji domieszki, a następnie zmierzono koncentrację swobodnych nośników warstwy za pomocą pomiarów Halla. Koncentracja nośników wahała się od  $10^{17}$  do  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  w zależności od ciśnienia cząstkowego użytej w procesie epitaksji domieszki. Na Rys.6 pokazano przykładowy profil koncentracji Si oraz zanieczyszczeń w warstwie GaN wykonanej na warstwie nukleacyjnej GaN. Profil ten pokazuje jednorodność domieszkowania krzemem.

Różnice wyników pomiarów elektrycznych i SIMS wynoszą od jednego do dwóch rzędów wielkości. Świadczy to o niecałkowitej aktywacji wprowadzonej domieszki. Część wprowadzonych atomów nie jest aktywna elektrycznie.



**Rys.6.** Profil koncentracji Si oraz zanieczyszczeń w warstwie GaN.

**Fig.6.** Si and impurities concentration profile of GaN layer.

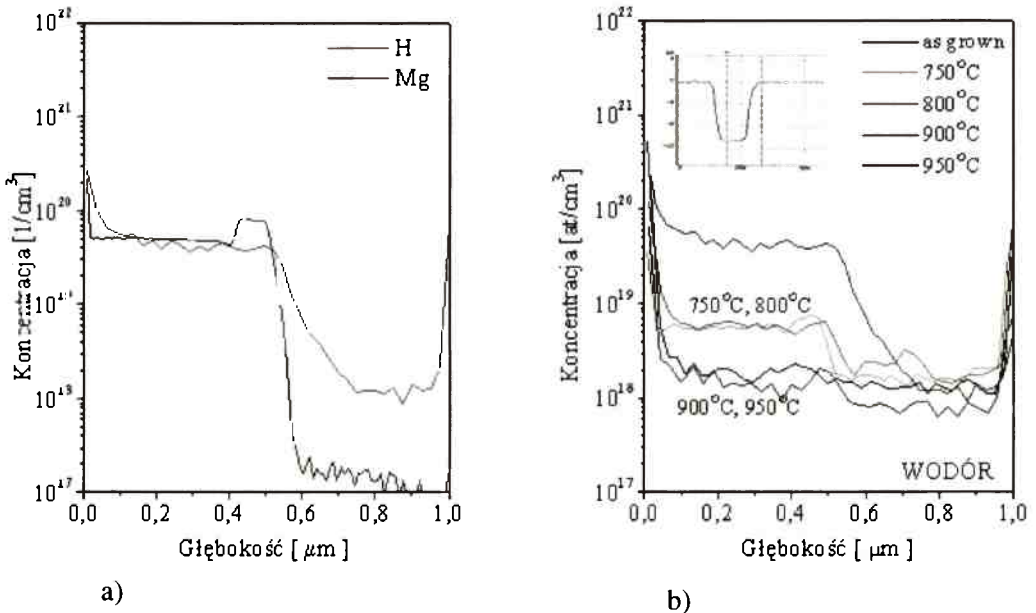


### 3.2. DOMIESZKOWANIE MAGNEZEM

Najczęściej stosowaną domieszką akceptorową w azotku galu jest magnez, którego prekursorem w epitaksji MOVPE jest dicyklopentadienylmagnez  $Cp_2Mg$ . Uzyskanie wysokiej koncentracji dziur stanowi poważny problem technologiczny, ponieważ tylko od 1 do 5% wprowadzonych atomów magnezu zostaje zjonizowanych w temperaturze pokojowej. Pozostała część w procesie wzrostu tworzy kompleksy H-Mg i wodór pasywyje magnez. Z tego względu ilość atomów magnezu powinna być dwa rzędy wielkości wyższa niż otrzymana ostatecznie koncentracja dziur.

Chcąc podwyższyć koncentrację dziur należy usunąć wodór, wygrzewając GaN w temperaturze od  $700^{\circ}$  do  $900^{\circ}C$  w atmosferze azotu [6]. Wówczas można uzyskać koncentrację dziur powyżej  $1 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ .

Na Rys.7 pokazano profil koncentracji magnezu oraz wodoru otrzymany metodą SIMS w warstwie GaN otrzymanej za pomocą metody MOVPE przed oraz po procesie aktywacji domieszki wykonanej w różnych temperaturach.



**Rys.7.** Profil koncentracji Mg oraz H w otrzymanej w ITME warstwie GaN przed a) oraz po aktywacji domieszki wykonanej w różnych temperaturach b).

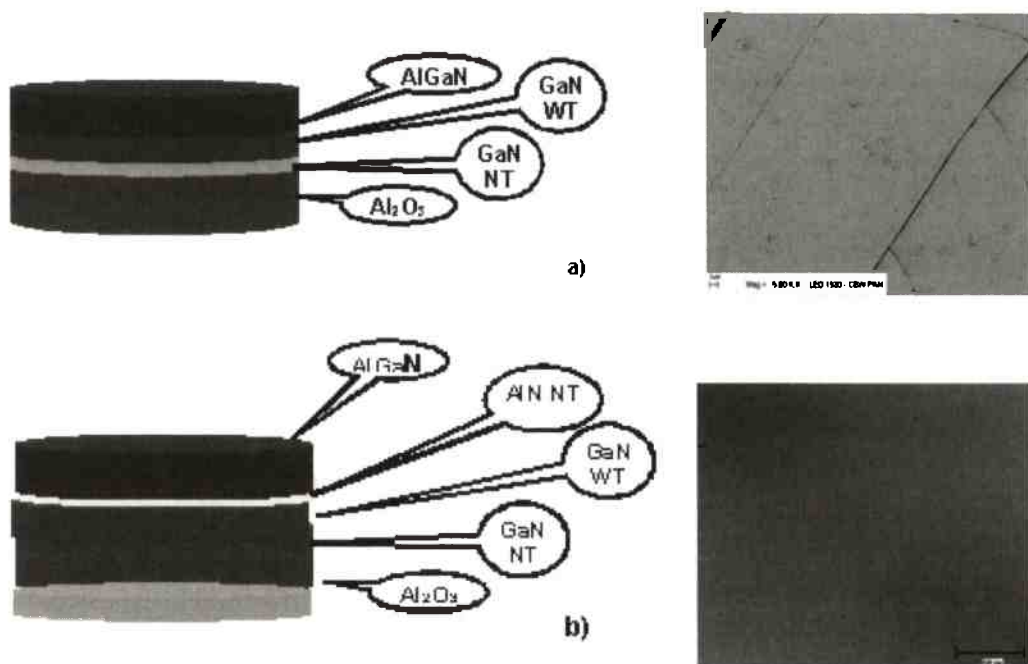
**Fig.7.** Mg and H concentration profile of GaN layer made in ITME before a) and after activation of acceptors in different temperatures b).

#### 4. WARSTWY $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Warstwy  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  są najczęściej stosowanym wieloskładnikowym związkiem azotu do produkcji urządzeń optoelektronicznych, poczynając od zielonych i niebieskich diod, kończąc na detektorach UV. Niestety duże niedopasowanie sieciowe pomiędzy GaN i AlN (~ 2,16%) powoduje pękanie warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  o wysokim współczynniku stechiometrii (~ 40%) i grubości niezbędnych do prawidłowej pracy detektora (powyżej 1  $\mu\text{m}$ ).

Według J. Qu i in. [7] zwiększenie grubości warstwy  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  powoduje generację coraz większej liczby dyslokacji i zmniejszenie naprężeń warstwy. Kiedy generacja dyslokacji niedopasowania zostanie zablokowana przy pewnej krytycznej grubości, warstwa popęka.

Zastosowanie dodatkowej, wykonanej w niskiej temperaturze warstwy AlN pomiędzy warstwami GaN i  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  skutkuje powstrzymaniem procesu pęknięcia. Warstwa ta wydaje się mieć bardzo zbliżone właściwości do warstwy nukleacyjnej stosowanej przy wzroście azotku galu bezpośrednio na podłożu szafirowym. Rys.8 przedstawia obrazy powierzchni warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  osadzonych bez zastosowania dodatkowej warstwy AlN i na wykonanej w niskiej temperaturze warstwie AlN.

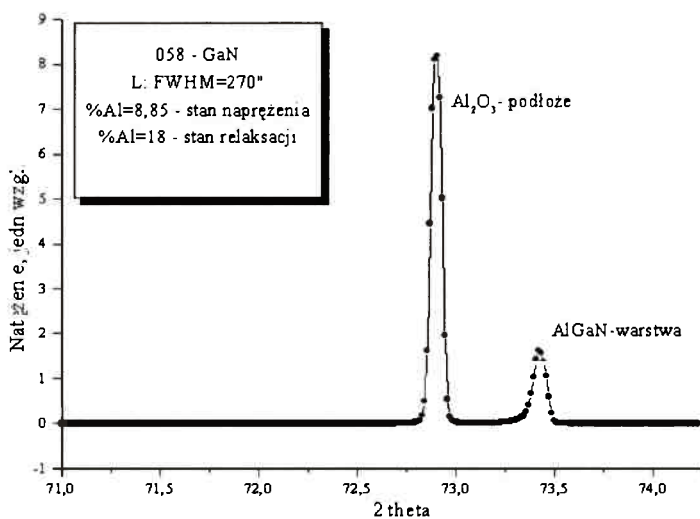


**Rys.8.** Obraz powierzchni warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  widzianej pod mikroskopem Nomarskiego osadzonych bez a) oraz na dodatkowej warstwie AlN b).

**Fig. 8.** Nomarski microscope image of  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  layer deposited without a) and on special AlN nucleation layer.

Na powierzchni warstwy  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  wykonanej bezpośrednio na warstwie buforowej GaN można zauważyć charakterystyczne pęknięcia, najczęściej o heksagonalnym kształcie. Zastosowanie wykonanej w niskiej temperaturze warstwy AlN redukuje naprężenia powodowane wzrostem warstwy  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  bezpośrednio na warstwie GaN. Dodatkowo blokuje ona powstawanie dyslokacji śrubowych w rosnącej warstwie [8]. Z tych też powodów możliwe jest wykonanie warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  o wysokim współczynniku stechiometrii.

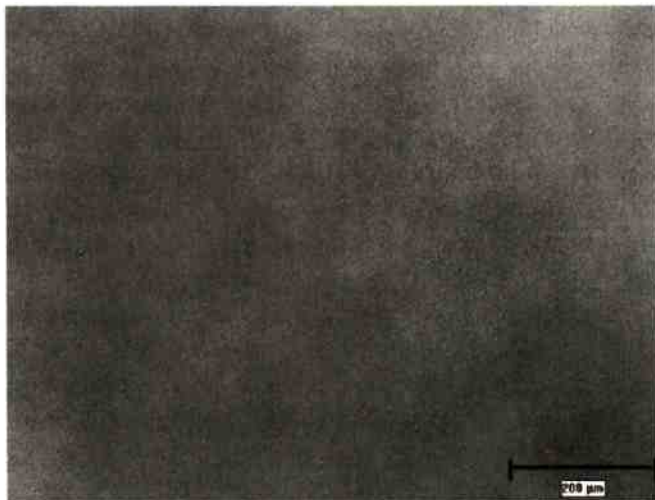
Jakość krystaliczną otrzymanych warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  zbadano za pomocą wysokorozdzielczej dyfraktometrii rentgenowskiej (HR XRD). Przykładowy rentgenogram dla warstwy o składzie 18% Al pokazano na Rys.9. Otrzymana szerokość połówkowa (FWHM) badanej warstwy wynosi 270 arcsec, co jest wartością wyższą od wartości spotykanych w literaturze dla warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  o powyższym składzie (~150 arcsec)[2].



**Rys.9.** Rentgenogram dla warstwy  $\text{Al}_{18}\text{Ga}_{82}\text{N}$ .

**Fig.9.** XRD pattern of  $\text{Al}_{18}\text{Ga}_{82}\text{N}$  layer.

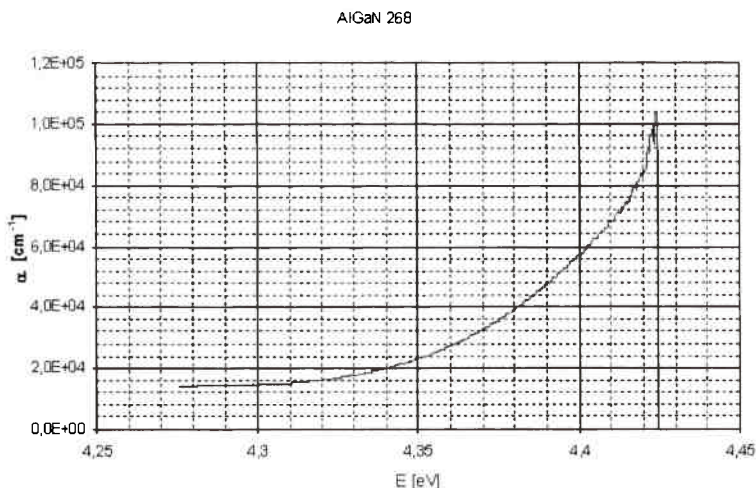
Na Rys.10 pokazano wykonany za pomocą mikroskopu Nomarskiego obraz powierzchni warstwy buforowej  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  (~ 1,2  $\mu\text{m}$  grubości) osadzonej bezpośrednio na warstwie nukleacyjnej AlN, po zoptymalizowaniu parametrów wzrostu warstwy nukleacyjnej ( $T = 535^\circ\text{C}$ ,  $t = 6$  min). Otrzymana warstwa ma gładką, wolną od defektów powierzchnię.



**Rys.10.** Obraz warstwy  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  wykonanej za pomocą mikroskopu Nomarskiego.

**Fig.10.** Nomarsky microscope image of  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  layer.

Jakość otrzymanych w ten sposób warstw  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  sprawdzono za pomocą pomiaru absorpcji. Rys.11 przedstawia wynik pomiaru warstwy  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  o przerwie energetycznej 4,43 eV, co odpowiada warstwie o składzie 40% aluminium.



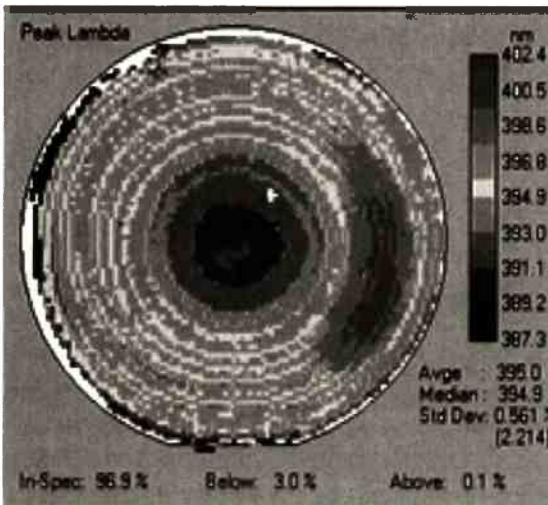
**Rys.11.** Wykres współczynnika absorpcji w funkcji energii promieniowania warstwy  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ .

**Fig.11.** Diagram of absorption coefficient versus radiation energy of  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  layer.

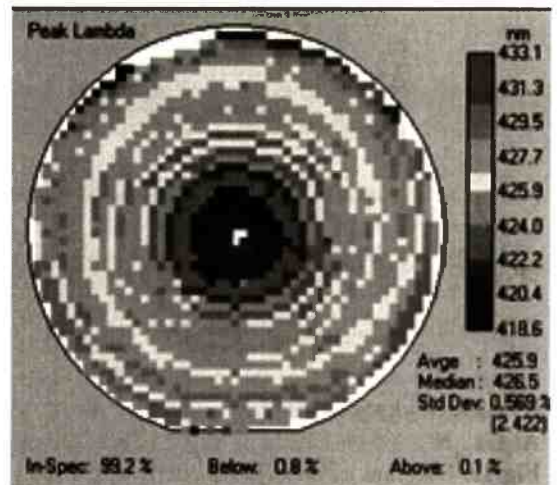
## 5. WARSTWY $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Głównym problemem pojawiającym się podczas epitaksji warstw  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  jest temperatura ich wzrostu. Warstwy GaN i  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  wytwarzane są w temperaturach rzędu  $1100^\circ\text{C}$ , natomiast wprowadzenie indu wiąże się z obniżeniem temperatury wzrostu do  $\sim 700^\circ\text{C}$ . W takim zakresie temperatur prekursor grupy III (TMGa) jest źródłem bardzo mało wydajnym, z tego względu jako źródło galu stosuje się TEGa (trójetyłek galu).

Zoptymalizowanie parametrów wzrostu warstw  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  pozwoliło na wykonanie struktur diod emitujących promieniowanie o długości fali od 350 do  $\sim 500$  nm. Rys.12-14 pokazują rozkłady długości fali promieniowania fotoluminescencyjnego na płytce dwucalowej, wykonano je dla trzech warstw o różnej zawartości indu.

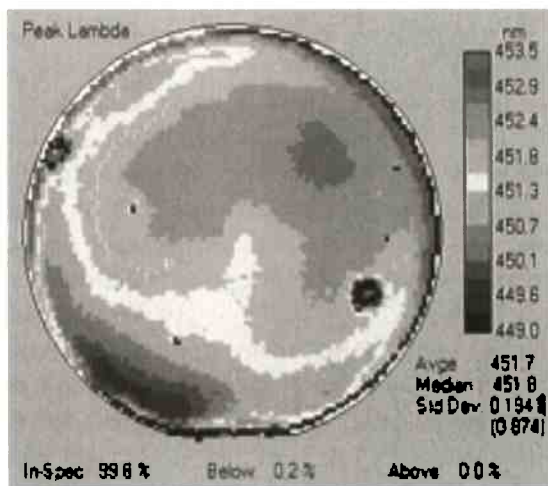


Rys.12. Rozkład długości fali dla warstwy o najmniejszej zawartości indu.



Rys.13. Rozkład długości fali dla warstwy o średniej zawartości indu.

Fig.13. Wavelength distribution for the probe with middle amount of indium.



**Rys.14.** Rozkład długości fali dla warstwy o największej zawartości indu.

**Fig.14.** Wavelength distribution for the probe with the highest amount of indium.

Na Rys.15 przedstawiono zdjęcie świecącej na niebiesko warstwy epitaksyjnej wytworzonej w ITME.



**Rys.15.** Test elektroluminescencji wytworzonej w ITME warstwy epitaksyjnej o strukturze dedykowanej do wytwarzania diod emitujących światło niebieskie.

**Fig.15.** Electroluminescence of blue diode made in ITME (test).

## 6. PODSUMOWANIE

W pracy przedstawiono typowe problemy występujące podczas epitaksji związków  $A^{III}N$  metodą MOVPE. Przedstawiono wyniki charakteryzacji otrzymanych warstw. Pokazano przyczynę stosowania warstw nukleacyjnych, a następnie porównano jakość krystaliczną warstw GaN osadzanych na warstwach AlN oraz GaN. Warstwy GaN charakteryzuje lepsza jakość krystaliczna. Zoptymalizowano parametry domieszkowania warstw GaN i otrzymano warstwy o koncentracji elektronów rzędu  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  oraz koncentracji dziur rzędu  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ .

Największym problemem pojawiającym się w epitaksji warstw  $Al_xGa_{1-x}N$  o wysokim współczynniku stechiometrii jest ich pękanie. Zastosowanie dodatkowej warstwy nukleacyjnej AlN zatrzymało pękanie i pozwoliło otrzymać warstwę, która może być zastosowana w strukturze detektora UV (warstwa o grubości powyżej 1  $\mu\text{m}$ , zawierająca ~40% Al).

Otrzymanie warstwy  $In_xGa_{1-x}N$  charakteryzującej się dobrą jakością krystaliczną wymaga obniżenia temperatury wzrostu do  $700^\circ\text{C}$ . Po zoptymalizowaniu parametrów wzrostu udało się otrzymać warstwy o różnej zawartości In. Długość fali promieniowania fotoluminescencyjnego w tych warstwach zawiera się w przedziale od ~350 do ~500 nm. Warstwy te zostały zastosowane do wytworzenia diod emitujących światło niebieskie i zielone.

## LITERATURA

- [1] Kamler G.: Otrzymywanie i badanie właściwości monokryształów azotku galu. Rozpr. doktorska, Chemii Nieorganicznej Politechniki Warszawskiej, Warszawa, (2000)
- [2] Nakamura S., Pearton S., Fasol G.: The blue laser diode. The complete story. Springer (2000)
- [3] Dingle R., Ilegems M.: Donor-acceptor pair recombination in GaN. *Sol. State Com.* 9, 175 (1971)
- [4] Saarinen K., Laine T., Kuisma S., Nissila J., Dobrzynski L., Baranowski J. M., Pakuła K., Stepniowski R., Wojdak M., Wyszomolek A., Suski T., Leszczynski M., Grzegory I., Porowski S.: Observation of native Ga vacancies in GaN by positron annihilation. *Physical Review Letters* 79, 3033 (1997)
- [5] Lenkiewicz D.: Optymalizacja wzrostu warstw nukleacyjnych dla azotku galu. Praca Dyplomowa, WIM, Warszawa (2002)
- [6] Pankove J. I., Moustakas T. D. : Gallium nitride (GaN) I. *Semiconductors and Semimetals*, Academic Press (1998)
- [7] Jianquin Qu, Jing Li, Guoyi Zhang: AlGa<sub>n</sub>/Ga<sub>n</sub> heterostructure grown by metalorganic vapor phase epitaxy. PII: S0038-1098(98)00253-1.

- [8] Amano H. , Akasaki I. : Critical issues in  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  growth. *Optical Materials* 19 (2002) 219-222

## SUMMARY

### MOVPE DEPOSITION OF III-V COMPOUNDS. THE MAIN TECHNOLOGICAL ISSUES

In this work, the main technological issues concerning the MOVPE deposition of III-N compounds are presented. The gallium nitride layers were deposited on GaN and AlN nucleation layers. The n- and p-type layers with electron and hole concentrations of  $10^{19}$  and  $10^{18}$   $\text{cm}^{-3}$ , respectively, were obtained. The growth parameters of  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  layers were optimized. As a result, the layer with a high Al content and the thickness suitable for UV detectors was obtained. By decreasing the growth temperature to  $700^\circ\text{C}$  and applying TEGa as a Ga source we obtained the layers with the wavelength of the photoluminescence emission ranging from 350 to 500 nm. The epitaxial structures for blue and green light emitting diodes were made.