第 57 卷 第 11 期 2008 年 11 月
1000-3290/2008/57(11)/7233-05

物 理 学 报
ACTA PHYSICA SINICA

Vol.57,No.11,November,2008
©2008 Chin.Phys.Soc.

非故意掺杂 GaN 薄膜方块电阻与载气中 N_2 比例关系研究*

席光义 郝智彪† 汪 莱 李洪涛 江 洋 赵 维 任 凡 韩彦军 孙长征 罗 毅

(清华大学电子工程系清华大学信息科学与技术国家实验室/集成光电子学国家重点实验室,北京 100084)

(2008 年 2 月 29 日收到;2008 年 4 月 11 日收到修改稿)

利用金属有机气相外延方法研究了非故意掺杂 GaN 薄膜的方块电阻与高温 GaN 体材料生长时载气中 N_2 比例的关系.研究发现,随着载气中 N_2 比例的增加,GaN 薄膜方块电阻急剧增加.当载气中 N_2 比例为 50%时,GaN 薄膜方块电阻达 $1.1\times10^8\ \Omega/\square$,且 GaN 表面平整,均方根粗糙度为 0.233 nm.二次离子质谱分析发现,载气中 N_2 比例不同的样品中碳、氧杂质含量无明显差别.随着载气中 N_2 比例的增加,GaN 材料中螺型位错相关缺陷密度无明显变化,而刃型位错相关缺陷密度明显增加.结果表明,刃型位错的受主补偿作用是导致 GaN 薄膜方块电阻变化的主要原因.

关键词:半绝缘 GaN 薄膜,载气,金属有机气相外延,位错

PACC:7360H,7280E,6170

1.引 言

由于 GaN 材料具有禁带宽度大、击穿电场强度高、电子饱和漂移速率高等优点,GaN 基高电子迁移率晶体管(HEMT)在高温、高频、大功率电子器件领域显示出极高的应用前景[1—4].但是由于蓝宝石衬底上生长的非故意掺杂 GaN 薄膜一般表现为 n 型导电特性,因此为了降低器件夹断电压和高频工作下的功率损耗,生长高质量的半绝缘 GaN 薄膜显得尤为重要[5].Heikman 等人通过 Fe 掺杂的方法生长出了半绝缘的 GaN 体材料[6],但是由于 Fe 有机源存在记忆效应,因此必须通过二次外延的方法生长 GaN 基 HEMT 器件外延结构,这在一定程度上提高了工艺复杂度和生产成本.也有报道通过非故意掺杂杂质自补偿的方法来生长半绝缘 GaN 薄膜.例如,Wickenden 等人发现降低反应室压力有助于提高 GaN 体材料的电阻率,他们认为受主型的 C 杂质会补偿施主型的 O 杂质引入的 n 型掺杂,因此当反应室压力降低时,C/O 杂质比例的增加是导致 GaN 体材料电阻率增加的原因[7].还有研究单位比较了 GaN 成核层中 H_2 载气和 N_2 载气对 GaN 体材料电阻率的影响,他们发现采用 N_2 作生长 GaN 成核层的载气有助于提高 GaN 体材料的电阻率[8,9].其他实现半绝缘 GaN 薄膜生长的方法还有优化 GaN 成核层的退火时间[10]、采用 AlN 作为 GaN 薄膜生长的成核层[11]等.另外,GaN 表面平整度对 AlGaN/GaN 异质结的二维电子气迁移率特性影响很大[12],从而会影响 GaN 基 HEMT 的器件特性,但是文献中对于半绝缘 GaN 薄膜表面平整度的优化报道较少或报道的半绝缘 GaN 薄膜表面平整度较差.本文通过优化高温 GaN 体材料生长时载气中 N_2 比例,获得了表面平整度较好的半绝缘 GaN 薄膜,并通过二次离子质谱(SIMS)和 X 射线衍射(XRD)方法研究了影响 GaN 薄膜方块电阻的因素.

2.实 验

本文研究的 GaN 薄膜样品均采用金属有机气相外延(MOVPE)方法在(001)面蓝宝石衬底上外延

* 国家自然科学基金(批准号:60536020,60723002)、国家重点基础研究发展计划(973)项目(批准号:2006CB302801,2006CB302804,2006CB302806,2006CB921106)、国家高技术研究发展计划(863)(批准号:2006AA03A105)、北京市科委重大计划(批准号:D0404003040321)资助的课题.

† E-mail:zbhao@tsinghua.edu.cn

生长获得.三甲基镓(TMGa)和氨气(NH_3)分别作为Ⅲ族和Ⅴ族源.三个GaN薄膜样品A,B,C的外延结构包括25 nm厚的低温成核层和1050℃高温生长的3 μm厚的GaN体材料.低温GaN成核层的载气为H_2,而高温GaN体材料的载气为N_2和H_2的混合气体,三个样品高温GaN体材料的载气总气流量相同,其生长条件的区别仅在于载气中N_2比例(N_2流量占载气总气流量的比例)不同,分别为0,30%,50%.

GaN薄膜样品的方块电阻采用线性传输线方法(Linear TLM)[13]测量,其中电极长度W和宽度d分别为196 μm和50 μm,电极间距L依次为2,3,5,8,11,15,20 μm.不同电极间的I-V特性曲线采用Agilent 4155C半导体参数测试仪获得,测试电压为0—1 V,扫描步长为50 mV. GaN薄膜的表面形貌采用接触模式原子力显微镜(AFM)测量.为了分析材料中的杂质含量,利用Atomika 4500型SIMS对GaN薄膜进行了深度剖析,溅射离子束为Cs^+离子.为了表征GaN薄膜的位错缺陷密度,采用Philips公司X'Pert MRD型高分辨XRD ω-2θ模式测量了GaN薄膜内部残余双轴应力.采用双晶XRD测量了ω模式(002)和(102)面衍射峰的半高全宽(FWHM).

3. 结果与分析

首先我们测量了三个样品上不同电极间距的I-V曲线,对其进行线性拟合得出相应电极间距的电阻值,然后对不同电极间距的电阻值进行线性拟合,得到拟合斜率k.则样品的方块电阻可表示为

$$R_{sh} = k \times W, \tag{1}$$

其中,W为电极长度.图1所示为三个样品的方块电阻测量结果,载气中N_2比例用$N_2/(N_2+H_2)$表示.可以看出,随着载气中N_2比例的增加,GaN薄膜方块电阻迅速增加,当载气中N_2比例为30%和50%时,GaN薄膜方块电阻分别为$1.7\times10^6\,\Omega/sq$和$1.1\times10^8\,\Omega/sq$.该方块电阻高于GaN基HEMT沟道电阻4—6个量级,可保证HEMT器件具有良好的夹断特性.

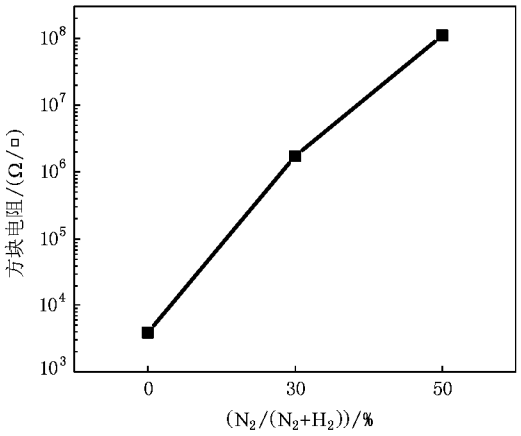

图1 GaN薄膜方块电阻与载气中N_2比例的关系

三个样品的5 μm×5 μm AFM测量结果如图2所示,相应的GaN表面均方根(RMS)粗糙度分别为0.177 nm,0.183 nm和0.233 nm.可见,半绝缘GaN薄膜样品B和C的表面仍比较平整,且表面原子台阶清晰可见,适合用作GaN基HEMT的缓冲层.另外注意到随着载气中N_2比例的增加,GaN薄膜表面RMS粗糙度有所变大.我们认为,这主要是由于N_2的黏滞系数比H_2大,与H_2相比,N_2载气的流动性较差,不利于生长源在表面输运,因此随着载气中N_2比例的增加,GaN表面形貌有所恶化.因此,如果继续增大载气中N_2比例,将不利于器件结构的生长.

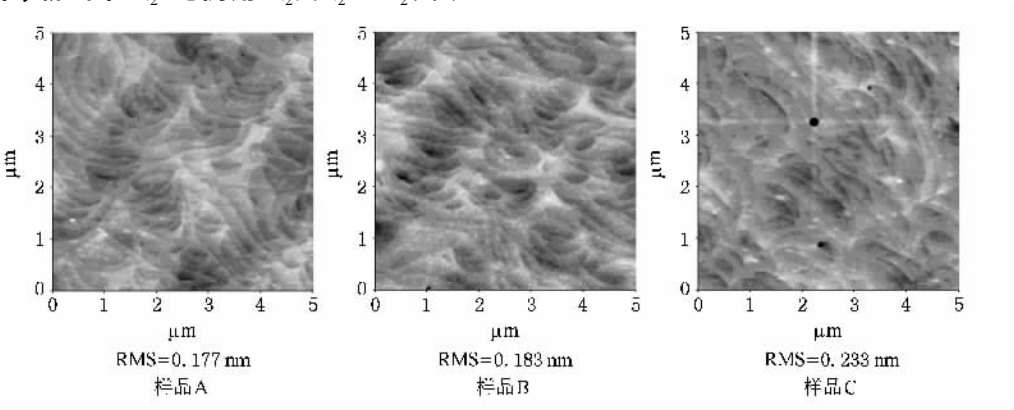

图2 三个样品表面形貌比较

我们对样品 A 和样品 C 作了 C，O 杂质的 SIMS 深度剖析，结果如图 3 所示．可以看到，两个样品的厚度略有差别，均略小于名义厚度 3 μm．值得注意的是，两个样品 GaN 薄膜内的 C，O 杂质浓度分布基本相同．也就是说，随着载气中 N_2 比例的增加，GaN 薄膜内的 C，O 杂质浓度并没有明显变化．因此我们认为，载气中 N_2 比例增加引起的电阻率急剧变大与 GaN 薄膜内的 C，O 杂质的补偿机理无直接关系．

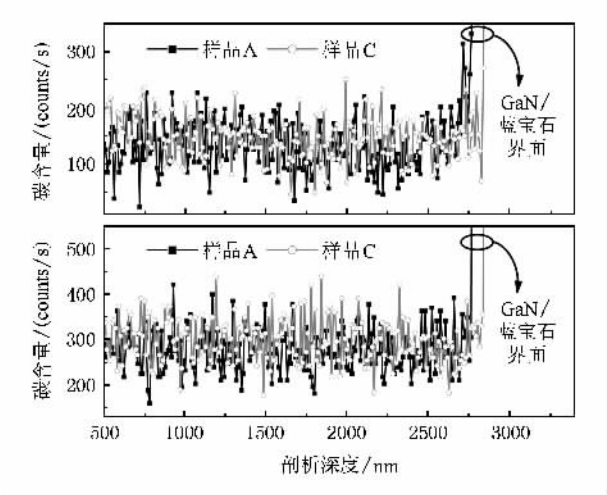

图 3　二次离子质谱深度剖析结果

我们采用高分辨 XRD 测量了三个 GaN 薄膜样品的残余双轴应力，结果如图 4 所示．残余双轴应力可以表示为

$$\frac{\Delta a}{a_0} = \frac{(a - a_0)}{a_0}, \tag{2}$$

其中 a 和 a_0 分别表示面内晶格常数测量值和理论值．另外，六方 GaN 晶格常数存在下述关系：

$$\frac{(c - c_0)}{c_0} = -2\frac{C_{13}}{C_{33}}\frac{(a - a_0)}{a_0}, \tag{3}$$

其中 c 和 c_0 分别表示面间晶格常数测量值和理论值．C_{13} 和 C_{33} 分别为材料的弹性常数，取值为 103 和 405[14]．采用 XRD 测量 ω-2θ 模式(002)面摇摆曲线，得到面间晶格常数 c，然后根据(2)，(3)式可得到 GaN 薄膜残余双轴应力．结果表明，随着载气中 N_2 比例的增加，GaN 薄膜内部残余双轴应力逐渐减小．

为了进一步分析材料内部的缺陷特性，我们对三个样品进行了 ω 模式 XRD 测量，得到(002)和(102)面衍射峰的 FWHM 与载气中 N_2 的比例关系，如图 5 所示．实验结果显示，随着载气中 N_2 比例的增加，(002)面衍射峰的 FWHM 无明显变化，而(102)面衍射峰的 FWHM 明显增大．一般认为(002)面 ω

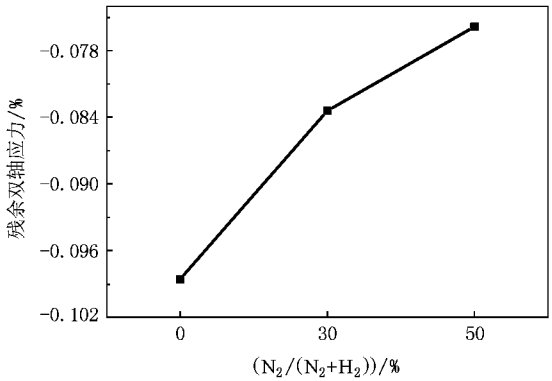

图 4　三个样品残余双轴应力与载气中 N_2 比例的关系

模式双晶摇摆曲线的 FWHM 反映材料螺型位错和混合位错密度，(102)面的 FWHM 反映材料刃型位错和混合位错密度[15]．因此上述结果意味着，随着载气中 N_2 比例的增加，GaN 薄膜内的螺型位错相关缺陷密度无明显变化，而刃型位错相关缺陷密度明显增大．由于位错缺陷通常可以释放内部应力[16]，所以 GaN 薄膜内部刃型位错相关缺陷增加可能是导致 GaN 薄膜内部双轴应力释放的原因之一．需要指出的是，由于 GaN 材料中混合型位错为非导电性或弱导电性缺陷[17—19]，而刃型位错可以起到受主补偿作用[17,20]，同时考虑到 SIMS 结果表明载气中 N_2 比例增加时 C，O 杂质并无明显差别，因此我们认为，随着载气中 N_2 比例的增加，刃型位错的增加是导致 GaN 薄膜电阻增大的主要原因．

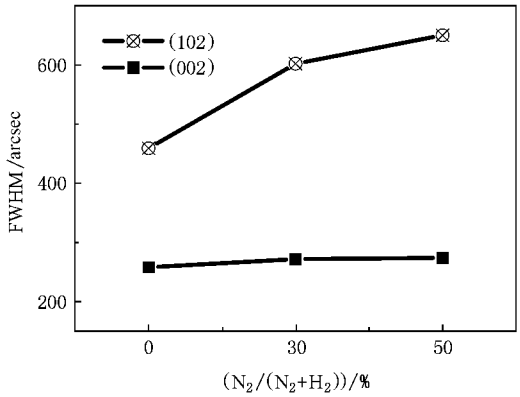

图 5　(002)和(102)面 FWHM 与载气中 N_2 比例的关系

4．结　　论

本论文研究了 MOVPE 生长的 GaN 薄膜的方块电阻与载气中 N_2 比例的关系．研究发现，随着载气

中 N_2 比例的增加，GaN 薄膜方块电阻急剧增加. 当载气中 N_2 比例为 50% 时，GaN 薄膜方块电阻达 $1.1\times10^8\Omega/sq$，且表面平整. SIMS 分析发现，载气中 N_2 比例不同的样品中碳、氧杂质含量无明显差别. XRD 分析发现，随着载气中 N_2 比例的增加，GaN 薄膜内部残余双轴应力逐渐减小，螺型位错相关缺陷密度无明显变化，而刃型位错相关缺陷密度明显增加. 结果表明，随着载气中 N_2 比例的增加，刃型位错的增加是导致 GaN 薄膜方块电阻增加的主要原因.

感谢美国 Freescale 半导体公司的姜志雄博士和清华大学电子工程系的查良镇教授在 SIMS 测量方面的大力帮助.

[1] Lee C, Saunier P, Yang J W, Khan M A 2003 *IEEE Electron Device Lett*. **24** 616

[2] Kikkawa T 2005 *Jpn*. *J*. *Appl*. *Phys*. **44** 4896

[3] Guo L L, Feng Q, Ma X B, Hao Y, Liu J 2007 *Acta Phys*. *Sin*. **56** 2900 (in Chinese) [郭亮良、冯 倩、马香柏、郝 跃、刘杰 2007 物理学报 **56** 2900]

[4] Zhou Z T, Guo L W, Xing Z G, Ding G J, Tan C L, Lü L, Liu J, Liu X Y, Jia H Q, Chen H, Zhou J M 2007 *Acta Phys*. *Sin*. **56** 6013 (in Chinese) [周忠堂、郭丽伟、刑志刚、丁国建、谭长林、吕 力、刘 建、刘新宇、贾海强、陈 弘、周钧铭 2007 物理学报 **56** 6013]

[5] Poblenz C, Waltereit P, Rajan S, Heikman S 2004 *J*. *Vac*. *Sci*. *Technol*. B **22** 1145

[6] Heikman S, Keller S, DeenBaars S P, Mishira U K 2002 *Appl*. *Phys*. *Lett*. **81** 439

[7] Wickenden A E, Koleske D D, Henry R L, Twigg M E, Fatemi M 2004 *J*. *Crys*. *Growth* **260** 54

[8] Grzegorczyk A P, Macht L, Hageman P R, Weyher J L, Larsen P K 2005 *J*. *Crys*. *Growth* **273** 424

[9] Zhou Z T, Xing Z G, Guo L W, Chen H, Zhou J M 2007 *Chin*. *Phys*. *Lett*. **24** 1645

[10] Hubbard S M, Zhao G, Pavlidis D, Sutton W, Cho E 2005 *J*. *Crys*. *Growth* **284** 297

[11] Yu H B, Ozturk M K, Ozcelik S, Ozbay E 2006 *J*. *Crys*. *Growth* **293** 273

[12] Gurusinghe M N, Davidsson S K, Andersson T G 2005 *Phys*. *Rev*. B **72** 045316

[13] Yu E T, Manasreh M O 2003 III-V *Nitride Semiconductors*: *Application & Devices* (New York and London: Taylor & Rrancis Book, Inc.) p17—19

[14] Ambacher O, Smart J, Shealy J R, Weimann N G, Murphy M, Schaff W J, Eastman L F, Dimitrov R, Wittmer L, Stutzmann, Rieger W, Hilsenbeck J 1999 *J*. *Appl*. *Phys*. **85** 3222

[15] Heinke H, Kirchner V, Einfeldt S, Hommel D 2000 *Appl*. *Phys*. *Lett*. **77** 2145

[16] Wu T, Zurbuchen M A, Saha S, Wang R V, Streiffer S K, Mitchell J F 2006 *Phys*. *Rev*. B **73** 134416

[17] Cho H K, Kim K S, Hong C H, Lee H J 2001 *J*. *Crys*. *Growth* **223** 38

[18] Brazel E G, Chin M A, Narayanamurti V 1999 *Appl*. *Phys*. *Lett*. **74** 2367

[19] Simpkins B S, Yu E T, Waltereit P, Speck J S 2003 *J*. *Appl*. *Phys*. **94** 1448

[20] Weimann N G, Eastman L F, Doppalapudi D, Ng H M, Moustakas T D 1998 *J*. *Appl*. *Phys*. **83** 3656

Dependence of GaN film sheet resistance on the N_2 carrier gas percentage*

Xi Guang-Yi　Hao Zhi-Biao†　Wang Lai　Li Hong-Tao　Jiang Yang　Zhao Wei
Ren Fan　Han Yan-Jun　Sun Chang-Zheng　Luo Yi
(*Tsinghua National Laboratory for Information Science and Technology/ State Key Laboratory on Integrated Optoelectronics*, *Department of Electronic Engineering*, *Tsinghua University*, *Beijing*　100084, *China*)
(Received 29 February 2008; revised manuscript received 11 April 2008)

Abstract

In this paper, GaN films are grown by metal organic vapor phase epitaxy. Different N_2 carrier gas percentages were used in the high-temperature growth process of the bulk GaN, and the dependence of sheet resistance on N_2 carrier gas percentage is studied. It is found that the sheet resistance of the GaN film increases dramatically with N_2 carrier gas percentage. When N_2 carrier gas percentage is 50%, the sheet resistance of the GaN film is $1.1 \times 10^8\,\Omega/\mathrm{sq}$, and the surface root-mean-square roughness is as small as 0.233 nm. Secondary ion mass spectroscopy measurements reveal that the concentration of carbon and oxygen impurities is almost the same in the samples with different N_2 carrier gas percentage. The density of edge-dislocation-related defects increases with N_2 carrier gas percentage, while the density of screw-dislocation-related defects shows no obvious difference for all the samples. Our results indicate that the increase of the sheet resistance of GaN film is mainly due to the increase of edge threading dislocations, which act as acceptor centers in the GaN material.

Keywords: semi-insulating GaN film, carrier gas, metal organic vapor phase epitaxy, dislocation
PACC: 7360H, 7280E, 6170

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 60536020 and 60723002), the State Key Development Program for Basic Research of China (Grant Nos. 2006CB302801, 2006CB302804, 2006CB302806 and 2006CB921106), the National High Technology Research and Development Program of China (Grant No. 2006AA03A105), and Major Project of Beijing Municipal Science and Technology Commission (Grant No. D0404003040321).

† E-mail: zbhao@tsinghua.edu.cn