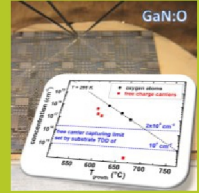
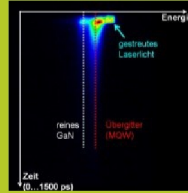
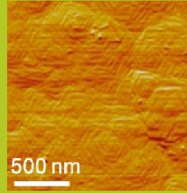


# Research at

# namlab



**Plasmaunterstützte Molekularstrahlepitaxie von AlGaN/GaN-Heterostrukturen – Substrateinfluss auf die strukturellen, optischen und elektrischen Eigenschaften epitaktisch gewachsener Strukturen**

**Felix Schubert**



Technische Universität Dresden

**Plasmaunterstützte Molekularstrahlepitaxie von AlGaIn/GaN-Heterostrukturen – Substrateinfluss auf die strukturellen, optischen und elektrischen Eigenschaften epitaktisch gewachsener Strukturen**

**Dipl.-Ing. Felix Schubert**

der Fakultät Elektrotechnik und Informationstechnik der Technischen Universität Dresden

zur Erlangung des akademischen Grades eines

**Doktoringenieur**

**(Dr.-Ing.)**

vorgelegte Dissertation

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. habil. Mayr

Prüfer: Prof. Dr.-Ing. Thomas Mikolajick

Prof. Dr. Helm

Prof. Dr.-Ing. Richter

Tag der Einreichung: 18.12.2015

Tag der Verteidigung: 18.05.2016

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:  
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen  
Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über  
<http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

© 2016 Felix Schubert

Alle Rechte vorbehalten  
Herstellung und Verlag:  
BoD - [Books on Demand](#), Norderstedt

ISBN 978-3-7412-4506-0

## Kurzzusammenfassung

Ziel dieser Arbeit ist die Herstellung hochqualitativer AlGaIn/GaN-Heterostrukturen mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE) für die Anwendung in Transistoren mit hoher Elektronenbeweglichkeit (HEMTs). Eingangs wird das verwendete MBE-System V80H der Firma VG Semicon systematisch charakterisiert. Dabei werden technisch relevante Parameter wie die Schichtdickeninhomogenität untersucht. Der Einbau optimierter Komponenten reduziert diese auf  $\pm 4,8\%$  über einen Wafer mit 3" Durchmesser. Davon ausgehend wird der Einfluss der Wachstumsbedingungen auf die Morphologie und Kristallqualität der gewachsenen GaN-Schichten untersucht. Im gesamten betrachteten Temperaturbereich von 580 bis 665 °C führen ein galliumflussäquivalenter Druck von  $2,3 \cdot 10^{-5}$  Pa und Plasmabedingungen von 250 W Vorwärtsleistung bei 0,6 sccm Stickstofffluss zu zweidimensionalem Wachstum mit 250 nm/h. Die wachsenden kristallinen Schichten zeichnen sich dabei durch atomar glatte Oberflächen und beste Kristallqualität aus. Anschließend steht die Entwicklung hochpräziser und ultrareiner Heterostrukturen im Fokus. Dazu werden kurzperiodische AlGaIn/GaN-Übergitter als vielseitige Teststruktur etabliert. Hochaufgelöste Röntgenbeugung an diesen Übergittern erlaubt Zugriff auf relevante Strukturparameter wie Aluminiumgehalt, Schichtdicke, Kristallqualität und Grenzflächenperfektion. Dabei können theoretisch vorhergesagte, intensive Satellitenpeaks bis hin zur -11. Ordnung und ausgeprägte Grenzflächeninterferenzen beobachtet werden. Diese zeigen das Erreichen extrem scharfer Grenzflächen, exakter Schichtdickenkontrolle und hoch-präziser Periodizität in den Heterostrukturen an. Die Substratqualität stellt sich dabei als limitierender Faktor für die strukturelle Perfektion der MBE-gewachsenen Strukturen heraus. Zeitaufgelöste Photolumineszenzmessungen an ausgewählten Übergittern zeigen zudem, dass die Exzitonenlebensdauer analog zur strukturellen Qualität mit zunehmender Versetzungsdichte im verwendeten Substrat abnimmt. Untersuchungen zur Reinheit des gewachsenen GaNs mittels Sekundärionenmassenspektroskopie und C(U)-Messungen haben ergeben, dass Sauerstoff, der als Donator wirkt, die dominierende Hintergrundverunreinigung ist. Es zeigt sich, dass unter optimaler Wachstumsstöchiometrie die Wachstumstemperatur der Schlüsselparameter für die Kontrolle seines Einbaus ist. Mit steigender Wachstumstemperatur reduziert sich alle 50 K die Konzentration an eingebautem Sauerstoff um eine Größenordnung. Bei einer Wachstumstemperatur von 665 °C beträgt die ermittelte Hintergrundladungsträgerdichte weniger als  $10^{15} \text{ cm}^{-3}$ , was zu isolierendem Verhalten des gewachsenen GaN führt. Diese Materialreinheit ist die Grundvoraussetzung für ein präzises Schaltverhalten aufgebauter HEMT-Teststrukturen, bei denen ein zweidimensionales Elektronengas (2DEG) den leitfähigen Kanal darstellt. Hallmessungen bei tiefen Temperaturen um 4 K zeigen gleichzeitig eine Zunahme der Ladungsträgermobilität im 2DEG-Kanal mit sinkender Sauerstoffkonzentration bis hin zu  $6600 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ . Dieser Wert stimmt gut mit Abschätzungen zur maximal erreichbaren Elektronenbeweglichkeit bei der Versetzungsdichte des Substrats überein. Ausgeprägter Quantentransport bei tiefen Temperaturen belegt bereits bei moderaten Magnetfeldern von 2,5 T das Erreichen des Quantenlimits. Diese Ergebnisse zeigen die hohe Qualität der hergestellten aktiven Strukturen und ihre Anwendbarkeit in Transistoren mit hoher Elektronenbeweglichkeit.

## Abstract

The aim of this work is the growth of high-quality AlGaIn/GaN heterostructures by molecular beam epitaxy (MBE) for application in high-electron-mobility transistors (HEMTs). In a first step, the MBE system VG Semicon V80H is systematically characterized. Thereby technically relevant parameters as the inhomogeneity of the layer thickness are investigated. A reduction to  $\pm 4.8\%$  over a 3" wafer is achieved by the installation of optimized components. Based on these results the influence of the growth conditions on the morphology and crystal quality of GaN layers is studied. Within the investigated temperature range of 580 °C to 665 °C two-dimensional growth with 250 nm/h can be achieved for a gallium beam equivalent pressure of  $2.3 \cdot 10^{-5}$  Pa and nitrogen plasma conditions of 250 W forward power and 0.6 sccm nitrogen flow. The grown crystal layers are distinguished by atomically flat surfaces and highest crystal quality. Subsequently, high-precise and ultra-pure heterostructures are developed. Therefore, short-period AlGaIn/GaN superlattices are established as versatile test structures. High-resolution X-ray diffraction data of the investigated superlattices allow access to relevant structural parameters such as the aluminum mole fraction, layer thicknesses, crystal quality and interface perfection. Thereby, theoretically predicted intense satellite peaks up to the  $-11^{\text{th}}$  order and well pronounced interface fringes occur. This reflects the achievement of atomically sharp interfaces, accurate layer thickness control and high-precise periodicity in the heterostructures. It is emphasized that the structural perfection of MBE grown structures is solely limited by the substrate quality. In addition, time resolved photoluminescence measurements of selected superlattices indicate a significant reduction of the exciton lifetime with increasing dislocation density in the substrate. Regarding the purity of the grown GaN, investigations by secondary ion mass spectroscopy and C(U)-measurements identified oxygen as the main impurity and point out its donor character. It is found that the growth temperature is the key parameter to control its incorporation under optimal growth stoichiometry. The incorporated oxygen concentration decreases with increasing growth temperature by one order of magnitude every 50 K. For a growth temperature of 665 °C, the background carrier concentration is lower than  $10^{15} \text{ cm}^{-3}$  leading to insulating behavior of the grown GaN. It is emphasized that this material purity is a prerequisite for precise switching behavior of produced HEMT test structures. Additionally, Hall measurements at 4 K show an increase of the carrier mobility in the two-dimensional electron gas channel up to  $6,600 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  with decreasing oxygen concentration. This value matches the theoretically predicted maximum in electron mobility which is limited by the substrate dislocation density. Well pronounced quantum transport at low temperatures at moderate magnetic fields of 2.5 T indicates the achievement of quantum limits. These results attest the high quality of the fabricated active structures and its applicability for high-electron-mobility transistors.







# Inhaltsverzeichnis

Kurzzusammenfassung.....	III
Abstract .....	IV
Formelzeichen- und Symbolverzeichnis .....	XI
1 Einleitung .....	1
2 Grundlagen .....	3
2.1 Nitrid-Halbleiter .....	3
2.1.1 Physikalische Eigenschaften .....	3
2.1.2 Optische Eigenschaften .....	6
2.1.3 Elektronische Eigenschaften .....	7
2.1.4 Metall-Isolator-Übergang im GaN .....	9
2.1.5 Polarisierung und piezoelektrische Eigenschaften ternärer III-Nitride .....	10
2.1.6 Heterostrukturen und zweidimensionale Elektronengase .....	12
2.1.6.1 Strukturabhängige Ladungsträgerdichte .....	15
2.1.6.2 Transporteigenschaften und Streumechanismen .....	18
2.2 Kurzperiodische Übergitter als vielseitige Teststruktur .....	20
2.2.1 Künstlicher Kristall – Röntgenbeugung an kurzperiodischen Übergittern .....	20
2.2.2 Multiquantentopf – der Quantum-Confined-Stark-Effekt .....	23
2.3 Wachstumsverfahren für die Herstellung der Gruppe-III-Nitride .....	25
2.3.1 Ammonothermalverfahren .....	25
2.3.2 Hydridgasphasenepitaxie .....	25
2.3.3 Metallorganische chemische Gasphasenabscheidung .....	26
2.3.4 Molekularstrahlepitaxie .....	26
2.3.4.1 Teilchentransport im Ultrahochvakuum .....	29
2.3.4.2 Kammerdesign und Zellkonzepte .....	29
2.3.4.3 Wachstum von Gruppe-III-Nitriden .....	31

---

3	Charakterisierungsmethoden .....	32
3.1	Rasterkraftmikroskopie .....	32
3.2	Reflektometrie .....	33
3.3	Hochaufgelöste Röntgenreflektometrie und Röntgendiffraktometrie .....	33
3.4	Hochenergetische Elektronenbeugung .....	34
3.5	Photolumineszenzmessungen .....	35
3.6	Kapazität-Spannungs-Messungen .....	36
3.7	Spannung-Strom-Messungen .....	37
3.8	Tieftemperatur-Magnetotransport-Messungen.....	37
3.8.1	Klassischer Hall-Effekt .....	38
3.8.2	Quanten-Hall-Effekt .....	38
3.8.3	Shubnikov-de Haas-Oszillationen.....	39
4	Experimentelle Resultate.....	40
4.1	Kalibrierung des Molekularstrahlepitaxie-Systems .....	40
4.1.1	Justierung der Wachstumsrate und des III/V-Verhältnisses .....	40
4.1.2	Schichtdickenhomogenität und Aluminiumverteilung .....	43
4.1.3	Kalibrierung des Aluminiumgehaltes in AlGaN-Schichten.....	46
4.2	Wachstum und strukturelle Eigenschaften epitaktischer GaN- und AlGaN-Schichten .	47
4.2.1	Einfluss des III/V-Verhältnisses während des Wachstums.....	47
4.2.2	Substrateinfluss auf die strukturelle Perfektion MBE-gewachsener GaN- und AlGaN-Schichten .....	50
4.3	Photolumineszenzuntersuchungen an MBE-gewachsenen GaN- und AlGaN-Schichten .....	57
4.3.1	Photolumineszenzuntersuchungen an AlGaN/GaN-Heterostrukturen.....	57
4.3.2	Photolumineszenzuntersuchungen an GaN-Volumenmaterial.....	61
4.4	Elektrische Charakterisierung von GaN und AlGaN/GaN-Heterostrukturen .....	65
4.4.1	Teststrukturen.....	66
4.4.1.1	Entwicklung eines schnellen schattenmaskenbasierten Prozesses für die elektrische Charakterisierung .....	66
4.4.1.2	Testchipdesign und Prozessfluss für die Bauelementherstellung mittels lithographischer Strukturierung.....	70

---

4.4.2 I(U)- und C(U)-Resultate MBE-gewachsener Strukturen.....	73
4.4.2.1 Untersuchung von Transistorstrukturen und Bestimmung der Hintergrundladungsträgerdichte in GaN und AlGaN.....	73
4.4.2.2 Einfluss der Wachstumsbedingungen auf die Hintergrundverunreinigung.....	81
4.4.2.3 Elektrische Eigenschaften von 2DEG-Strukturen mit reduzierter Hintergrundsauerstoffkonzentration.....	86
4.4.3 Tieftemperatur-Magnetotransport-Eigenschaften .....	90
5 Zusammenfassung und Ausblick .....	95
Anhang .....	99
Anhang I.....	99
Anhang II.....	100
Anhang III .....	101
Zweites Maskendesign für UV-Lithographie-basierten Prozessfluss .....	103
Literaturverzeichnis.....	105
Abbildungsverzeichnis .....	111
Tabellenverzeichnis.....	117
Publikationen.....	118
Danksagung	



## Formelzeichen- und Symbolverzeichnis

a ...	a-Kristallgitterparameter	$m_e^*$ ...	effektive Elektronenmasse
A ...	Fläche	$m_0$ ...	Ruhemasse des Elektrons
Al ...	Aluminium		( $\approx 9,1 \times 10^{-31}$ kg)
$Al_xGa_{1-x}N$ ...	Aluminiumgalliumnitrid	N ...	Stickstoff
$\beta$ ...	Dehnungsparameter	N ...	Volumenladungsträgerdichte
c ...	c-Kristallgitterparameter	$n_s$ ...	Flächenladungsträgerdichte
C ...	elektrische Kapazität	$P_{SP}$ ...	spontane Polarisation
$C_{ij}$ ...	Tensor der elastischen Konstanten	$P_{PZ}$ ...	piezoelektrische Polarisation
d ...	Dicke	$\theta$ ...	Beugungswinkel
$d_w$ ...	GaN-Schichtdicke	R ...	Widerstand
$d_b$ ...	$Al_xGa_{1-x}N$ -Schichtdicke	$R_H$ ...	Hallwiderstand
$d_{ij}$ ...	Dehnungstensor	$R_{xx}$ ...	Längswiderstand
e ...	Elementarladung	$r_B$ ...	Bohrscher Radius
E ...	Energie	RL ...	Rotlumineszenzbande
$\epsilon_0$ ...	elektrische Feldkonstante	$R_c$ ...	Kontaktwiderstand
$\epsilon_r$ ...	dielektrische Konstante	$R_S$ ...	Schichtwiderstand
Ga ...	Gallium	$\sigma$ ...	Stresstensor
GaCl ...	Galliumchlorid	t ...	Zeit
GaN ...	Galliumnitrid	$t_0$ ...	Startzeit
GL ...	Grünlumineszenzbande	$\tau_1$ ...	Stoßzeit
HCl ...	Chlorwasserstoffsäure	$\tau$ ...	Zeitkonstante
$\hbar$ ...	reduziertes Plancksches Wirkumsquantum	U ...	Spannung
I ...	Strom	$U_{DS}$ ...	Drain-Source-Spannung
I(t) ...	zeitabhängige Intensität	$U_{DS}$ ...	Drain-Source-Spannung
$I_0$ ...	Ausgangsintensität	$U_{GS}$ ...	Gate-Source-Spannung
In ...	Indium	$U_{th}$ ...	Einsatzspannung
k ...	Betrag des Wellenvektors	$\nu$ ...	Poissonverhältnis
l ...	Abstand	x ...	molarer Anteil an Aluminiumatomen
$\lambda$ ...	Wellenlänge	$\zeta^+$ ...	Polarisationsladung
$\Lambda$ ...	Periodenlänge	YL ...	Gelblumineszenzbande
		z ...	Richtungskoordinate

