

OTKA 75735 IVM zsűri „Széles tiltottsávú félvezető rétegek és eszközök”

Zárójelentés

Témavezető: Pécz Béla

Résztvevők: Dr. Barna Árpád, Dr. Radnóczy György, Dr. Lábár János, Dr. Tóth Lajos,
Dr. Dobos László, Dr. Radnóczy György Zoltán

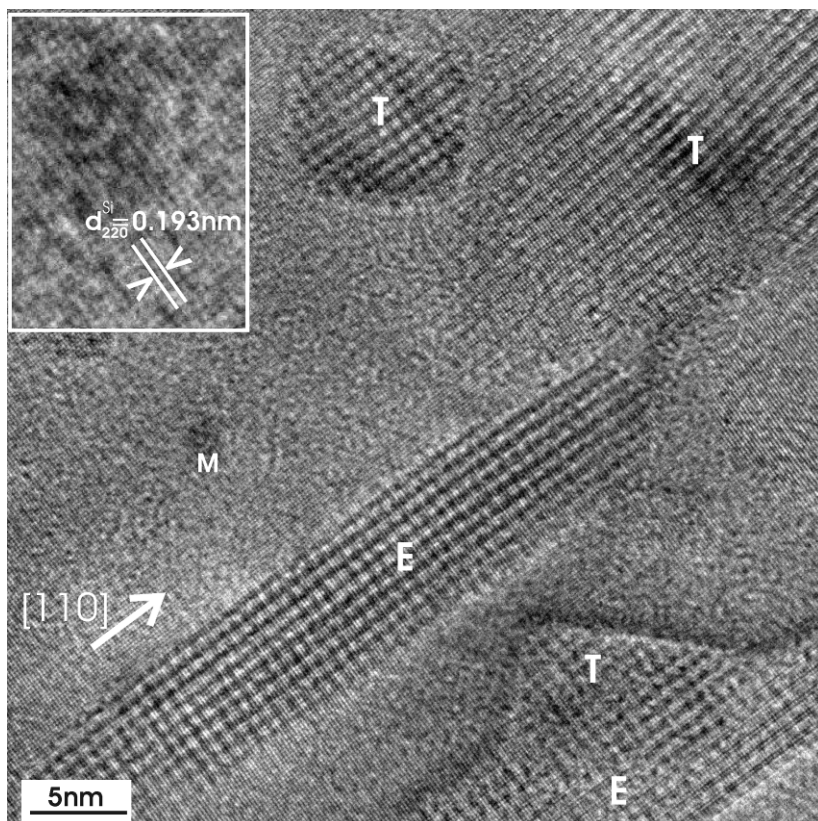
2009-2013

Támogatás: 17,363 millió Ft

Főbb elért eredmények:

SiC témakörben:

SiO₂-dal borított Si szeletet CO gázban magas hőmérsékleten hőkezelve a határfelületnél epitaxiás, köbös SiC szemcsék keletkeznek. Ámde a felület boritottságát kívánatos lenne megnövelni és ezzel párhuzamosan a kisebb SiC szemcsék kialakításának lehetősége is érdekelt bennünket. Mindezek érdekében (SiO₂/Si) mintáinkat szénnel implantáltuk (40 kV), hogy nukleációs centrumokat keltsünk. Kísérleteink mindkét szempontból sikeresnek mondhatóak. A SiC szemcsék átlagos méretét 18 nm-ről 10-11 nm-re sikerült csökkenteni, míg a felület fedettsége 24%-ról 32%-ra nőtt. Morfológiailag kétfajta SiC szemcsét azonosítottunk, egy tetragonálisat (100) oldalfalakkal és elnyújtott téglalap alakúakat (síkmetszetben) amelyek oldala az (110) iránnyal párhuzamos. Utóbbiak keletkezését az implantálás egyik eredményéhez a Si-C komplexekhez kötöttük.



$4 \times 10^{15} / \text{cm}^2$ C ion
implantálása 550 °C-on:

A tetragonális nano-kristallitokat T, míg az elnyújtottakat E jelöli a síkminta nagyfelbontású felvételén.

A nagyon szabályos D220 moiré rács jelzi a szemcsék tökéletességét. Az M-el jelölt terület kinagyított része az inzerten nagyobb nagyításban mutatja a SiC 220 rácssíkokat.

Eredményeinket két folyóiratcikkben (*JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, 105, 083508, 2009, és *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 267 (2009) 1364–1367, 2009) és egy konferencia közleményben (*Journal of Physics: Conference Series* 209, 012045, 2010) publikáltuk.

2012-ben megjelent egy cikkünk a *Surface Science*-ben, (*Surface Science*, Volume: 606, Issue: 7-8 Pages: 697-701) amiben francia partnerekkel közösen leírtuk, hogy sikerült a SiO₂/Si

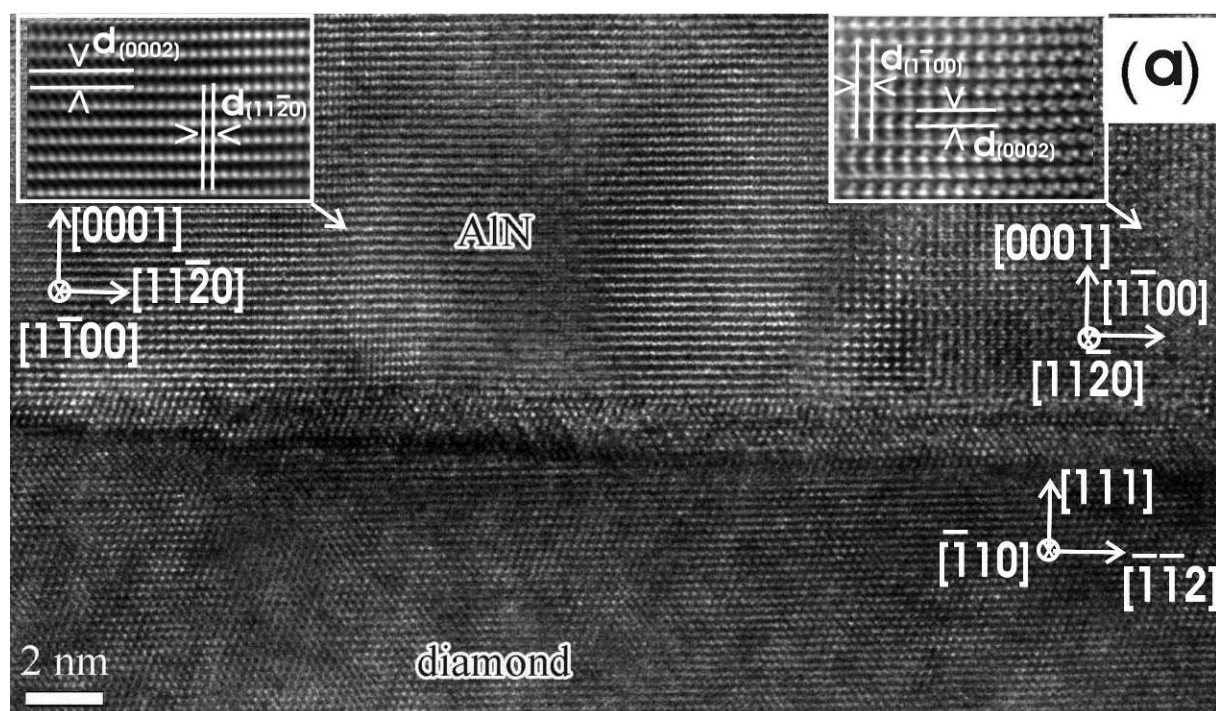
rendszerben magas hőmérsékleten (~1100°C) CO-dal történő reakcióban SiC-ot előállítunk és mikroszkópiával igazolunk, hogy az előállított nanokristályok köbös (3C) SiC szemcsék. A szilícium (220) és a SiC (111) síkok átfedéséből adódó Moiré rácsot elemezve megállapítottuk, hogy általában 10 darab (220) Si rács illeszkedik 13 darab (111) SiC-hoz és akkor a maradék misfit a rendszerben mindössze 0,5%.

Több eredményt publikáltunk a Si-ra CBr₄ prekursorból növesztett SiC szemcsékről. Ebben a VPE növesztési folyamatban a köbös SiC 3D szemcsékben nő, meghatározott kristálytani lapokkal határolva, ugyanakkor (nagyon fontos) void mentesen. 1200°C-os növesztés során (111) Si hordozóra homogén vastagságú SiC réteg növeszhető. Alacsonyabb hőmérsékleten (1000°C) 3D szemcsék is keletkeznek, amelyeknek az orientációját és krisztallográfiai oldallapjait leírtuk. (3 konferencia és egy folyóiratcikk: *CRYSTAL RESEARCH AND TECHNOLOGY* Volume: 45 Issue: 6 Pages: 583-588, 2010)

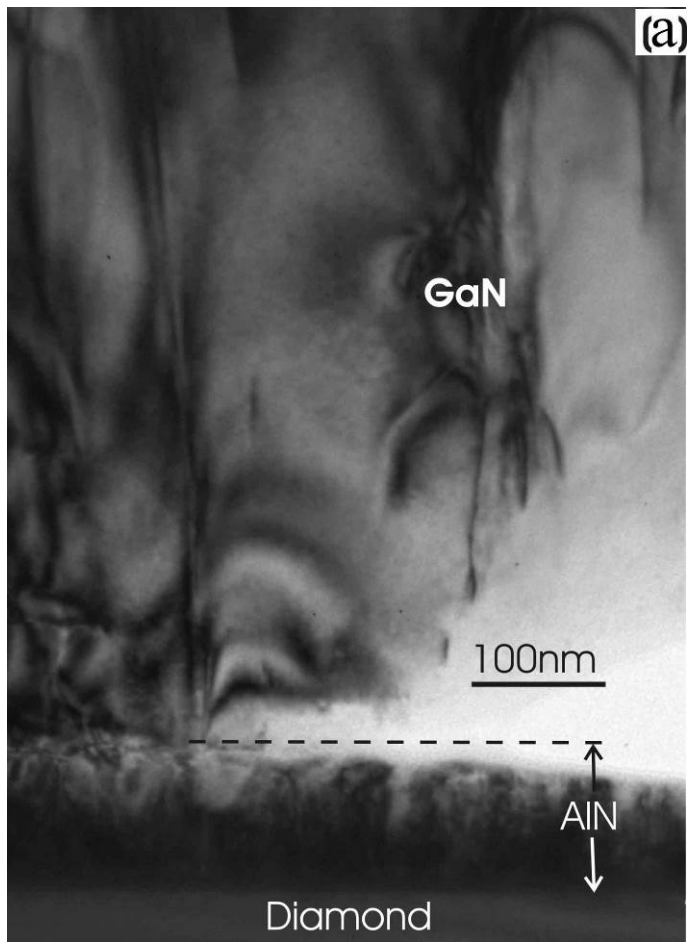
Egy 2013-as munkánkban megmutattuk, hogy amikor a SiC-ot SiH₄ és C₃H₈ forrásokból növesztik, akkor egy kis mennyiségű methyltrichlorosilane (MTS) hozzáadása jelentősen megnöveli a 3C-SiC növekedési sebességét, miközben a növesztett réteg minősége nem romlik. (kézirát bírálat alatt a *J. of Crystal Growth*-ban).

GaN témakörben:

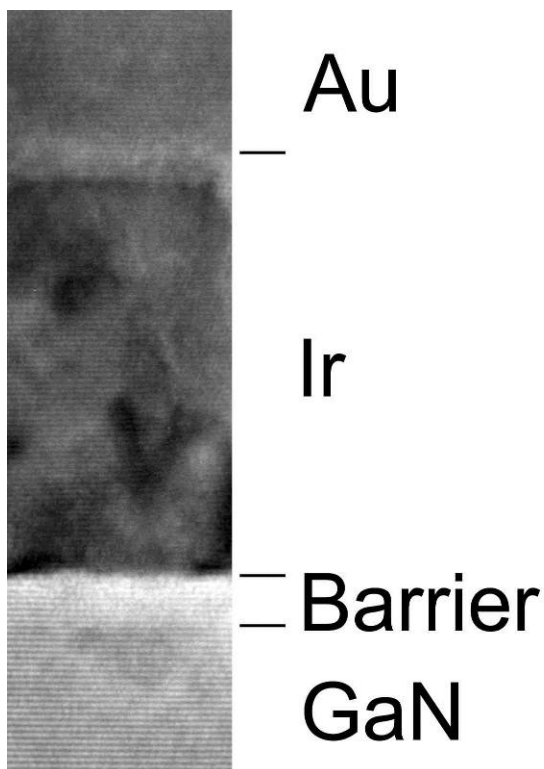
Nagyon sok munkát végeztünk a gyémántra növesztett GaN terén. Ezek a rétegek MBE-vel készültek általában egykristály, mesterséges gyémánt szeletkéken. Az összes rendelkezésre álló hordozó orientáció esetén (111, 100, 110) meghatároztuk a GaN réteg (egykristály) és a hordozó közti orientációs összefüggéseket. Ugyanakkor rámutattunk, hogy a növesztés során a rétegben rengeteg inverziós domén (ID) keletkezik. A továbbiakban megmutattuk, hogy ezek már az AlN puffer rétegben jelen vannak. Az (111) gyémántra, nemcsak egykristály réteget sikerült növesztetni, hanem az abban kristálytani hibaként megjelenő nagyszámú inverziós domén (ID) keletkezését egy u.n. nitridálási lépéssel elkerülni. A gyémánt felület nitridálása tisztította a felületet a puffer réteg leválasztása előtt. A tisztítás egyben a felületi lépcsős szerkezetet is módosította és az arra növesztett AlN pufferben nem alakultak ki az inverziós domének (ezek általában egymás melletti lépcsőkön különböző polaritással nukleálódnak).



A gyémántra növesztett puffer réteg, amely már inverziós doménektől mentes.



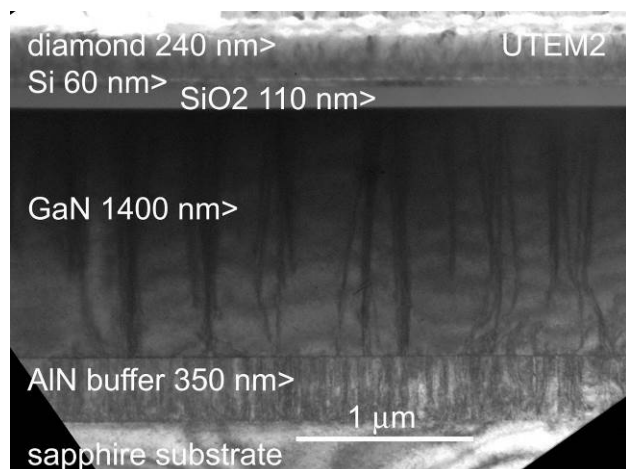
A puffer rétegre növesztett GaN már nemcsak ID mentes, de még a threading diszlokációk sűrűsége is lecsökkent kb. az $1 \times 10^9 / \text{cm}^2$ értékre. A növesztett GaN polaritása nitrogén polárosnak bizonyult a transzmissziós mikroszkópban elvégzett konvergens sugaras elektron diffrakciós (CBED) vizsgálatok szerint. (*DIAMOND AND RELATED MATERIALS*, 2013, 34: pp. 9-12., 2013)



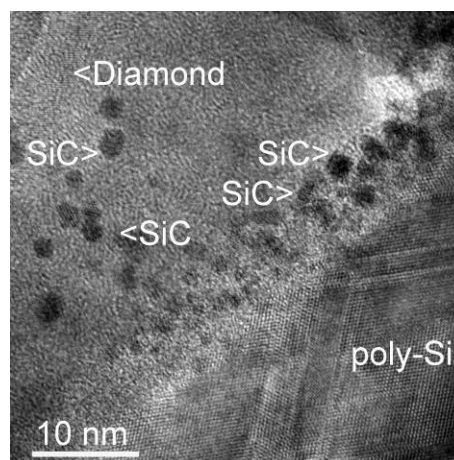
A mindössze 2-nm vastag $\text{In}_{0.17}\text{Al}_{0.83}\text{N}/\text{AlN}$ barrierrel rendelkező HEMT mikroszkópiájával megállapítottuk, hogy egy oxigén tartalmú réteg képződik a gate fémezés (irídium) és InAlN közt, mivel hőkezelés hatására oxigén diffundál az irídiumba. 700°C alatt ez a diffúzió inhomogén és valószínűleg a szemcsehatárok mentén történik. (*Appl. Phys. Lett.* 96, 263515, 2010 és *Jpn. J. Appl. Phys.* 49, 116506, 2010)

A mikrohullámú frekvenciák tartományában működő nagyteljesítményű GaN eszközök legnagyobb korlátja önmaguk fűtése a működés közben. Ezt a hőt kell elvezetnünk,

amire a gyémánt hordozóra való növesztés mellett azt a módszert is alkalmazhatjuk, hogy az eszköz szerkezetek, rétegek tetejét vonjuk be nagyon jó hővezető képességű gyémánttal. InAlN/GaN HEMT tranzisztor rétegek tetejére partnereink CVD gyémántot választottak le (750°C-on), amit aztán mi transzmissziós elektronmikroszkópiával vizsgáltunk.



A gyémánttal fedett szerkezet átnézeti képe.



A Si/gyémánt átmenet nagyfelbontású képe.

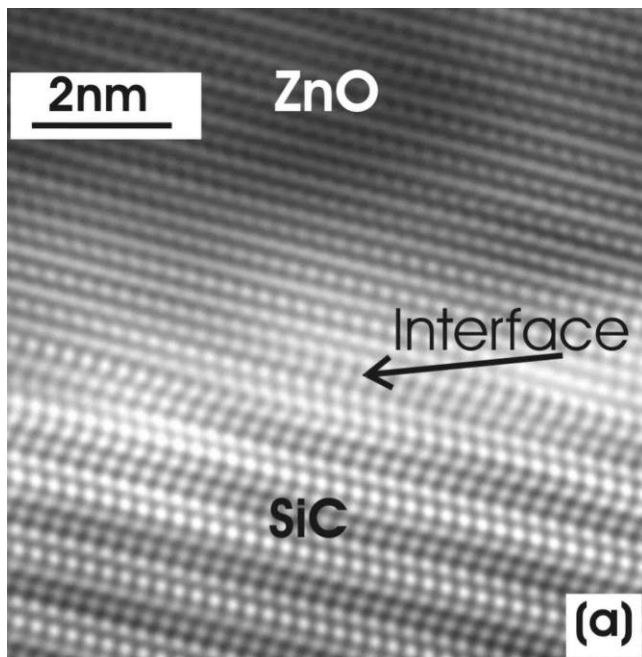
A HEMT rétegek tetejére porlasztott amorf Si réteg, a CVD gyémántleválasztás alatt átkristályosodott. E fölött találtunk köbös SiC szemcséket és gyémántot csak ezen vékony átmeneti zóna felett, oszlopos szerkezettel. A létrejött polikristályos gyémánt réteg szemcsemérete biztosítja az eszköz működése közben a jó hővezetést. (*Diamond and Related Materials*, 20(4) 604-608, 2011).

Megjelent az a cikkünk is, amely InAlN rétegek termikus oxidációjával foglalkozik. Ezek a rétegek (kb. 17%-nyi indiummal) rácsillesztetten növeszthetők GaN-re. Igazoltuk, hogy homogén oxid réteg hozható létre egyszerű oxidációval és meghatároztuk az oxid vastagságát. (*Phys. Status Solidi C* 7, No. 1, 13–16, 2010)

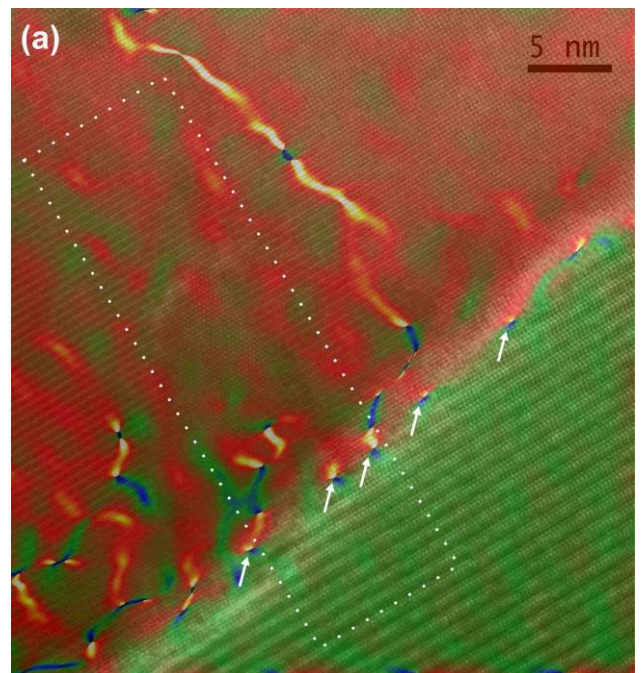
Az AlGaIn rétegek továbbra is fontos szerepet töltenek be a HEMT tranzisztorokban (2 dimenziós elektrongáz). Igen fontos egyrészt a polaritásuk kontrolálása, másrészt a hibasűrűség csökkentése. Erre a célra orosz kutatókkal (Novoszibirszk) együttműködésben molekulásugaras epitaxiával olyan rétegszerkezeteket növesztettünk, melyben egyrészt a III/V aránnyal kontrolláltuk a polaritást, másrészt AlGaIn/GaN szuperrácsok közbeiktatásával próbáltuk a diszlokáció sűrűségét a felület közelében csökkenteni. Vizsgálataink szerint a szuperrácsok valóban képesek effektíven szűrni, csökkenteni a diszlokációkat és $10^9/\text{cm}^2$ sűrűség érhető el zafírra való növesztés során. (*Journal of Crystal Growth*, 338 (2012) 30-24, 2012 és *Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics*, 2013, Vol. 77, No. 9, pp. 1147–1150, 2013)

ZnO témakörben:

Egy hosszú JAP cikkben közöltük az MOCVD-vel SiC-ra növesztett ZnO szemcsék növekedési mechanizmusának tanulmányozása során elért eredményeinket (*JOURNAL OF APPLIED PHYSICS Volume: 109, Issue: 4 Article Number: 043507, 2011*). Nemcsak 4H-SiC-on, hanem összehasonlításképpen oxiddal fedett Si-on is elvégeztük a kísérletet. A hexagonális SiC teraszain (miscut hordozó) epitaxiális ZnO nano-oszlopok nőttek, amelyek közti tartományokat egy nagyon vékony (kb. 2 nm vastag), epitaxiális (és erősen hibás) ZnO réteg borította be. Mindez Stranski-Krastanov növekedési mechanizmusra utal. Mind a nano-oszlopokban, mind a vékony rétegben tanulmányoztuk a beépült feszültséget Moiré analízissel és atomi felbontású képeken geometriai fázis analízissel. A SiO₂/Si hordozóra leválasztott ZnO réteg polikristályosnak bizonyult.

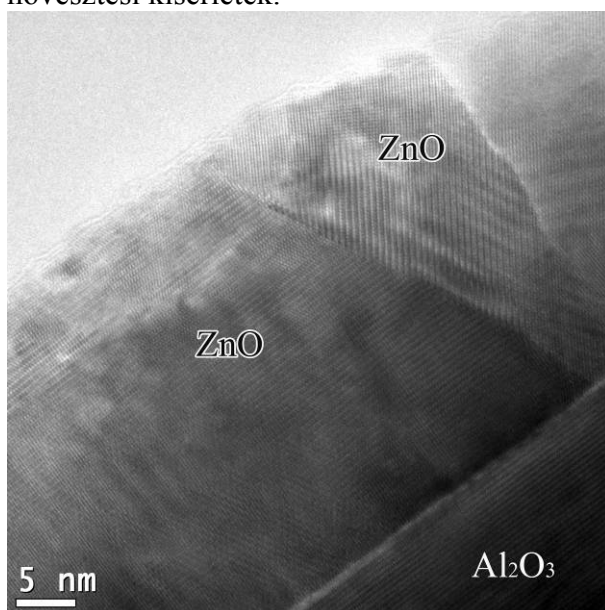


A ZnO/SiC nagyfelbontású keresztmetszeti képe.

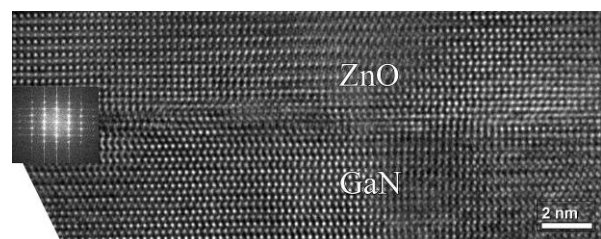


A feszültség térkép egy nagyfelbontású képre vetítve. A nyilak jelölik a misfit diszlokációkat, melyeket a strain field térkép kiemel.

Igen intenzíven és sikeresen használtuk intézetünk ALD (Atomic Layer Deposition) berendezését, hogy azzal kristályos ZnO réteget állítsunk elő különböző egykristály hordozókon. A módszer jellegénél fogva egy ciklusban egy atomi réteget tesz le, majd az öblítési ciklus után ismételi. ZnO-hoz a megfelelő források (Diethyl Zinc, DEZ) rendelkezésre állnak. Változtattuk a növesztés hőmérsékletét és különféle egykristály hordozókat használtunk. Egykristály SiC-ra sikerült kristályos ZnO réteget növesztenünk, míg a párhuzamos kísérlet a grafénnel fedett SiC-on teljesen sikertelen volt. A munka legeredményesebb része a GaN-re és zafírra végzett növesztés volt, ahol a kisebb rácsparaméter különbség esetén sikerült egykristály ZnO-ot növesztenünk, a másik esetben a ZnO réteg polikristályos lett. Ugyancsak igen biztatóak az első gyémánton végrehajtott növesztési kísérletek.



Polikristályos ZnO zafíron.



Kis misfit - epitaxiális ZnO nőtt a GaN-re.

(*Journal of Physics: Conference Series* 471 (2013) 012015, 4 oldal)

Kontaktusok témakörében:

A munkatervvel összhangban Al és Al/Ti kontaktusokat készítettünk GaN egykristály szeleteken párologtatással, majd ezeket 900°C-ig hőkezelve a keletkező fázisokat vizsgáltuk a hőmérséklet függvényében és az elektromos paraméterekből következtettünk a kontaktusok stabilitására. Az Al kontaktusok magas hőmérsékleten hőkezelve is egyenirányító jellegűek maradnak, míg az Al/Ti kontaktusok áram-feszültség görbéje lineáris marad egészen 700°C-ig (900°C-on mindkét kontaktus degradálódik). (*Vacuum* 84/1(2009) 228-230, 2009) Laterális Al/GaN/Al kontaktus ellenállását elemeztük egy másik cikkben (*Applied Surface Science* 256, 5614–5617, 2010). Eredményeink szerint a Cr/Au kontaktusok a GaN-den egyenirányító jellegűek egészen 600°C-ig, de 700°C-os hőkezeléssel lineáris áram-feszültség karakterisztikát kapunk (*Vacuum*, 86 (6) 769-772, 2012).

Egyéb félvezetők témakörben:

Régóta ismert, hogy pl. a nem rácsillesztett InAs/GaAs multirétegek növesztésekor önszervező módon tudnak kialakulni kvantumpöttyök a rétegek között fellépő mechanikai feszültség hatására. A spontán kialakuló kvantumpöttyök elektromos paraméterei erősen függenek azok összetételétől és pontos alakjától. A lokális „droplet-etching” és azt követő lyuk-feltöltés nevű eljárással önszerveződő kvantumpötty halmaza sikerült előállítani rácsillesztett AlAs/GaAs multirétegekben. A molekulásugaras epitaxiával növesztett mintákon nagyfeloldású transzmissziós elektronmikroszkópiával vizsgáltuk a kvantumpöttyök lokális összetételét és nanoszerkezetét keresztmetszetben. Ezzel és a mikroszkópban felvett elemi térképek alapján sikerült igazolni, hogy a nanolyukakat körülvevő gyűrűszerű falak lényegében AlAs összetételűek és így optikailag inaktívak. A továbbiakban AlGaAs hordozón létrehozott GaAs kvantumpöttyök mikroszerkezeti tulajdonságait vizsgálva megállapítottuk, hogy a GaAs kristályok oldalfala nem sima, hanem lépcsőzetes (faceted): a gömbszerűhöz közeli felületet valójában kristálytani síkok szabályos váltakozása közelíti meg. A növekedési kinetika modellezésével megmutattuk, hogyan alakulhat ki ez a jellegzetes felületi szerkezet a „droplet-epitaxiás” növekedés, a folyadéksepp kristályosodása során. Az *in-situ* RHEED képeken észlelt V-alakú kiszélesedések (chevron-tail) szintén megmagyarázhatóak ezzel fazetta-szerű felülettel. Az eredményekről két folyóiratcikkben számoltunk be (*Journal of Crystal Growth* 335 (2011) 58–61, 2011 és *Microelectronics Reliability* 51(5): 927-930, 2011).

Publikáltunk egy cikket amely a csillagközi porban megtalálható nagymennyiségű szilikát (pl. forsterit) amorfizálódásával foglalkozik. Korábban vegyületfélvezetőkben, InSb-ban és GaSb-ban vizsgáltuk igen nagy energiájú ionok által keltett nyomok méretét. Most ugyanezt a módszert alkalmaztuk a forsteritre, ennyiben ez a korábbi félvezetős munka folytatása. (*Astrophysical Journal* 708, 288-292, 2010)

Feltártuk azon ezüst szemcsék morfológiáját, amelyek, mint katalizáló részecskék segítségével akár zig-zag alakú Si nanoszálak is kimaradhatnak egykristály Si-ból. (*J. Phys. Chem. C*, 2010, 114 (9), pp 3798–3803, 2010)

Kísérletsorozatot kezdeményeztünk és szerveztünk külföldi (részben ipari) partnerekkel GaN réteg növesztésére grafénnel borított SiC-on. Ez a kezdeti sikertelenség után az elektronsugár litográfiával strukturált mintán értékes eredményeket hozott. A SiC felületen nukleálódott GaN felülnötte a grafén csíkok feletti részt. Néhány mikrométeres vastagságú réteg felülete már alkalmazásokra alkalmasan sík. Publikációnk benyújtása 2014-re húzódott át.

A munka során 34 közlemény született, melyek adatait mellékletben feltöltöttük (a konferencia előadásokat csak akkor, ha a kiadványban megjelentek). Ebben a jelentésben csak az egyes eredményekhez tartozó legfontosabb cikkek adatait tüntettük fel.