

„CrysGaN – Grundlagenentwicklung HVPE, Substrattest und - charakterisierung“

Schlussbericht

Förderkennzeichen: 01BU0621

Laufzeit: 01.07.2007 – 30.06.2010

Direktor des Instituts: Prof. Dr. G. Tränkle

Projektleiter: Dr. M. Weyers

Autoren: Dr. E. Richter

Dr. M. Weyers

Kontakt:

Ferdinand-Braun-Institut
Leibniz-Institut für Höchstfrequenztechnik
Dr. E. Richter
Gustav-Kirchhoff-Str. 4
12489 Berlin

Telefon +49.30.6392-2704
Fax +49.30.6392-2685
E-Mail eberhard.richter@fbh-berlin.de
Internet www.fbh-berlin.de



Bearbeiter:

- Dr. E. Richter
- Dr. M. Gründer
- Dr. F. Brunner
- Dr. Ch. Hennig
- Dr. T. Wernicke
- Dr. S. Einfeldt
- M. Hartmann
- C. Neumann

Berlin, den 12.11.2010

Dr. Markus Weyers
- Projektleiter -

Anlage 1: Aufzählung der wichtigsten wissenschaftlich-technischen Ergebnisse und anderer wesentlicher Ereignisse

Innerhalb des Projektes „CrysGaN – Grundlagenentwicklung HVPE, Substrattest und – charakterisierung“ wurden folgende wichtige Ergebnisse erzielt:

- Entwicklung und Anwendung des WSiN-ELOG-Prozesses zur Herstellung freistehender GaN-Schichten mit einem Durchmesser von 50,8 mm
- Verringerung der Restverbiegung freistehender GaN-Schichten auf einen Bow von – 300 μm durch Anpassung der Maskengeometrie und der Ablösetemperatur
- Entwicklung einer in-situ SiN-ELOG-Maske zur Reduktion der Versetzungsdichte um 50%
- Erhöhung der Prozessausbeute von 10% auf über 60%
- Lieferung von über 30 freistehenden GaN-Schichten an Projektpartner
- Nachweis der Machbarkeit von freistehenden GaN-Schichten > 2 Zoll sowie 3 Zoll Keimschichten
- Nachweis von wartungsfreiem Betrieb von über 200 h bzw. Abscheidung von 20 mm GaN in vertikaler HVPE-Anlage
- Wachstumsprozess für 6,3 mm dicke undotierte 2" GaN-Boules
- Lieferung von 7 GaN-Boules an Projektpartner
- N-Dotierung mittels Dichlorsilan in vertikaler HVPE-Anlage demonstriert
- Mg-Dotierung von GaN-Schichten in horizontaler HVPE demonstriert
- HVPE-Wachstum von freistehendem 200 μm 2" m-plane GaN
- Untersuchung der Defektentstehung und -fortpflanzung in m-plane GaN-Schichten und Schlussfolgerung, dass nicht c-orientiertes dickes GaN-Wachstum wegen zunehmender Stapelfehlerdichten nicht aussichtsreich ist
- MOVPE und Bauelementprozesse von Laserdioden und LEDs zur Evaluierung von 2 Zoll c-planaren GaN-Substraten und kleinen (ca. 5 mm x ca. 10 mm) nicht-c-planaren GaN-Substraten (416 nm LED auf einem m-planaren GaN-Substrat (MCC), 405 nm LD auf c-planarem GaN-Substrat (Lumilog))

Veröffentlichungen in Zeitschriften und Konferenzbeiträge

mit Veröffentlichung in referierter Zeitschrift

- Ch. Hennig, E. Richter, M. Weyers, G. Tränkle, Self-separation of thick two inch GaN layers grown by HVPE on sapphire using epitaxial lateral overgrowth with masks containing tungsten, phys. stat. sol. (c) 4, No. 7, 2638 (2007).
- Ch. Hennig, E. Richter, M. Weyers, G. Tränkle "Freestanding two inch GaN layers using lateral overgrowth with HVPE", E-MRS 2007 Spring Meeting, 28.05. – 01.06.2007, Strasbourg, France, Symposium G "Good & cheap substrates of wide bandgap semiconductors: how far is the target?", J. Cryst. Growth 310, 911 (2008).
- E. Richter, U. Zeimer, F. Brunner, S. Hagedorn, M. Weyers, G. Tränkle, Vortrag: "Boule-like growth of GaN by HVPE", EMRS Spring Meeting, Strasbourg (France) June 8-12, 2009; phys. stat. sol. (c) 7, 28 (2010).

- E. Richter, U. Zeimer, S. Hagedorn, M. Wagner, F. Brunner, M. Weyers, G. Tränkle, "Hydride vapor phase epitaxy of GaN boules using high growth rates", 6. International Workshop of Bulk Nitride Semiconductors in Galindia (Polen) 24.08. - 28.08.09; J. Cryst. Growth 312, 2537 (2010).
- E. Richter, M. Gründer, U. Zeimer, C. Netzel, M. Weyers, G. Tränkle, „HVPE of GaN Boules“, eingeladener Vortrag, 3rd International Symposium on Growth of Nitrides (ISGN 3), Montpellier (Frankreich), 5.-7.07. 2010, mit: E. Richter, M. Gründer, B. Schineller, F. Brunner, U. Zeimer, C. Netzel, M. Weyers, G. Tränkle, „GaN boules grown by high rate HVPE“, accepted for publication in phys. stat. sol. (c)

ohne Veröffentlichung in referierter Zeitschrift

- E. Richter, "Wachstum mm-dicker GaN-Schichten mit hoher Rate mittels HVPE", DGKK-Arbeitskreis „Herstellung und Charakterisierung von massiven Verbindungshalbleitern“, 12./13.09.2007, Freiberg, Vortrag
- E. Richter, F. Brunner, Ch. Hennig, U. Zeimer, C. Netzel, M. Herms, M. Weyers, G. Tränkle "Growth of boule-like GaN layers using a commercial HVPE system", 5th International Workshop on Bulk Gallium Nitrides (IWBNS 5), 24.-29.09.2007, Itaparica (Brazil), Vortrag
- S. Hagedorn, E. Richter, M. Weyers, G. Tränkle, „Herstellung dicker 2“ GaN-Schichten mittels HVPE in vertikaler Reaktorgeometrie: Optimierung des Wachstumsprozesses“, 22. DGKK Workshop III-V-Epitaxie, 6. – 7.12.2007 Marburg, Vortrag
- M. Weyers, E. Richter, Ch. Hennig, S. Hagedorn, T. Wernicke, G. Tränkle, Photonics-West, Proc. SPIE, Vol. 6910, 69100I (2008), eingeladener Vortrag
- E. Richter, Ch. Hennig, S. Hagedorn, U. Zeimer, C. Netzel, M. Weyers, G. Tränkle, 23. DGKK-Workshop „Epitaxie von III/V-Halbleitern“, Braunschweig 2008, Vortrag
- M. Weyers, E. Richter, Ch. Hennig, G. Tränkle, China Solid State Lighting Conference and Exhibition, Shenzen (China), 24.7. – 26.07.2008, Vortrag
- E. Richter, "Prozesssimulation zur Optimierung des Wachstums von GaN in der HVPE", 10.Kinetikseminar und 6. Workshop Angewandte Simulation in der Kristallzüchtung, Griebnitzsee bei Berlin, 1.-3.04. 2009, Vortrag

Patente:

- „Verfahren zur Herstellung von c-plane orientierten GaN- und $Al_xGa_{1-x}N$ -Substraten“, PCT/EP2006/050272
- „Halbleitersubstrat sowie Verfahren und Maskenschicht zur Herstellung eines freistehenden Halbleitersubstrats mittels Hydrid-Gasphasenepitaxie“, PCT/EP2006/065650

Fachlicher Bericht "Grundlagenentwicklung HVPE, Substrattest und -charakterisierung"

Zeitraum 01.07.2006 - 30.06.2010

E. Richter

Zusammenfassung:

Das Projekt hatte zum Ziel, einen Beitrag zur Entwicklung einer Technologie für die Herstellung hochwertiger GaN-Substrate zu leisten. Die Arbeiten wurden in enger Zusammenarbeit mit Projektpartnern, insbesondere Freiburger Compound Materials (FCM) und der Aixtron AG, durchgeführt. Für das Wachstum des GaN-Substratmaterials wurde die Hydridgasphasenepitaxie gewählt, da hier hohe Wachstumsraten erreicht werden können und durch die Verwendung eines Ausgangssubstrates eine Skalierbarkeit des Verfahrens von vornherein gegeben ist. In einem horizontalen Reaktor wurde ein als WSiN-ELOG-Verfahren bezeichnet Prozess entwickelt, der das Wachstum einzelner freistehender GaN-Schichten von 2 Zoll Durchmesser gestattet. Solche Schichten und in der MOVPE gewachsene GaN/Saphir Templates dienten als Substrate für das Wachstum von GaN Boules. Dazu wurde eine vertikale HVPE-Anlage in enger Kooperation entwickelt und von Aixtron gebaut. Es wurde nachgewiesen, dass sich in dieser Anlage ohne Wartungsarbeiten GaN-Schichten mit einer Gesamtdicke von 20 mm abscheiden lassen. Im Ergebnis der Prozessentwicklung wurden undotierte 2" GaN-Kristalle bis zu einer Länge von 6,3 mm realisiert. Dabei reduziert sich die Versetzungsdichte an der GaN-Oberfläche von $2 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ auf $6 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Die Arbeiten haben gezeigt, dass das Wachstum dieser Boules eine Vertiefung des Verständnisses der dabei auftretenden Defekte und Verspannungszustände sowie der Prozesse im Reaktor und an der GaN-Oberfläche erfordert. Für die Weiterentwicklung des Prozesses zu größeren Längen oder Durchmessern und im Zusammenhang mit der Einführung von Dotierstoffen müssen weitere grundlegende Optimierungsarbeiten angeschlossen werden. In diesem Projekt wurde der Einbau von Silizium und von Magnesium als Dotierstoff näher untersucht. Ausgehend von dem entwickelten Prozess für undotierte GaN-Boules lassen sich durch Dotierung mit Eisen semiisolierende GaN-Substrate mit geringer Defektdichte gewinnen, die vorteilhaft zur Herstellung von Mikrowellentransistoren höherer Lebensdauer genutzt werden könnten. Für eine solche Anwendung ist insbesondere der Befund interessant, dass die für Herstellung von Substraten gewonnen GaN-Kristalle mit 294 W/mK eine deutlich höhere Wärmeleitfähigkeit aufweisen, als nach dem bisherigen Stand von Wissenschaft und Technik bekannt war.

Substrate zur Bulk-Züchtung

Das Wachstum von GaN-Volumenkristallen mit Hilfe der Hydridgasphasenepitaxie erfordert ein Startsubstrat, das das wachsende Gitter, dessen Orientierung und die laterale Ausdehnung des Volumenkristalls bestimmt. Weitere Eigenschaften wie z.B. die Dichte und Art der Versetzungen werden auf die wachsende Schicht übertragen. Für das Wachstum dicker GaN-Schichten (auch „Bulk“ oder „Boule“) erscheinen freistehende GaN-Schichten mit reduzierten Versetzungsdichten besonders vorteilhaft, da in einem fortgeschrittenen Stadium der Technologie ein aus einem GaN-Boule gewonnener GaN-Wafer als Substrat für den nächsten GaN-Boule eingesetzt werden soll. Dadurch soll dann eine kontinuierliche Reduktion der Versetzungsdichte erreicht werden.

Dementsprechend wurde ein Prozess zur Herstellung freistehender GaN-Schichten mit einem Durchmesser von 50,8 mm (2 Zoll) entwickelt. Hierzu werden zunächst in einem MOVPE-Multi-Wafer-Reaktor ca. 1,5 μm dicke GaN-Schichten auf Saphirsubstrate aufgewachsen. Diese Templates werden mit einer WSiN-Schicht besputtert. Durch Fotolithografie und durch trockenchemisches Ätzen entstehen daraus Masken mit kreisförmigen Öffnungen. Die so gewonnenen Templates werden in einer horizontalen HVPE mit einer Wachstumsrate von ca. 150 $\mu\text{m}/\text{h}$ überwachsen und die entstehenden Schichten lösen sich dann beim Wachstum oder bei der Abkühlung spontan ab. Dieser am FBH entwickelte und patentierte Prozess wird WSiN-ELOG-Verfahren genannt.

Es wurden Optimierungen bezüglich der Versetzungsdichte, der Restverbiegung der freistehenden GaN-Scheiben und der Ausbeuteerhöhung durchgeführt. Zur Verringerung der Versetzungsdichte wurde die in-situ Abscheidung von SiN_x -Schichten in der HVPE etabliert (Abb. 1), deren Einsatz zu schmalere Halbwertsbreiten der Rockingkurven und ungefähr zu einer Halbierung der Versetzungsdichte führte.

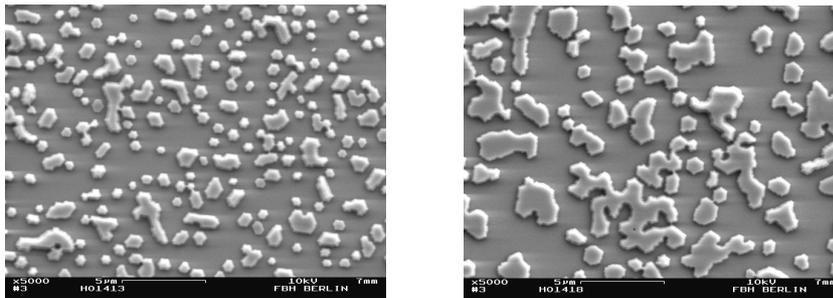


Abb. 1 REM-Aufnahmen von SiN_x -Schichten, die in-situ bei unterschiedlichen Temperaturen abgeschieden wurden. Um Größe und Verteilung der Öffnungen beurteilen zu können, wurden sie durch ein kurzes GaN-Wachstum dekoriert.

Eine markante Eigenschaft der freistehenden Schichten besteht darin, dass sie nach der Ablösung vom Saphirsubstrat eine ungefähr sphärische, konkave, plastische Restverformung aufweisen. Durch die Variationen der Maskengeometrie wurde es möglich, dünnere GaN-Schichten bei tieferen Temperaturen abzulösen, die eine geringere Verbiegung zeigten, als solche, die sich während des Wachstums oder bei höheren Temperaturen abgelöst haben. Bei Schichten, die sich unterhalb von 1000°C (also nach dem Wachstum) abgelöst haben, zeigte sich jedoch eine nahezu konstante Restverbiegung um einen Bow von $-450 \mu\text{m}$ (Ra-

dius $\sim + 0,7$ m). Die Verwendung dünnerer Saphirsubstrate führte zu leicht stärkeren Verbiegungen, die Verwendung von SiC basierten Templates zu tendenziell weniger stark verbogenen, freistehenden GaN-Schichten. Beim Überwachsen letzterer zeigte sich jedoch sowohl in der vertikalen HVPE als auch in der horizontalen HVPE, dass die von SiC abgelösten freistehenden Schichten unter Spannung standen und während des Überwachsens mit einer nur 50 μm dicken weiteren GaN-Schicht zerplatzten. Schließlich wurde auf Grund der gemachten Erfahrungen auch eine neue Maskengeometrie mit kleineren Motiven eingeführt (Abb. 2), mit der dann die Ablösung ganzer 2" GaN-Schichten mit reduzierter Durchbiegung von ca. $- 300$ μm (Radius $\sim + 1$ m) gelang (Abb. 3).

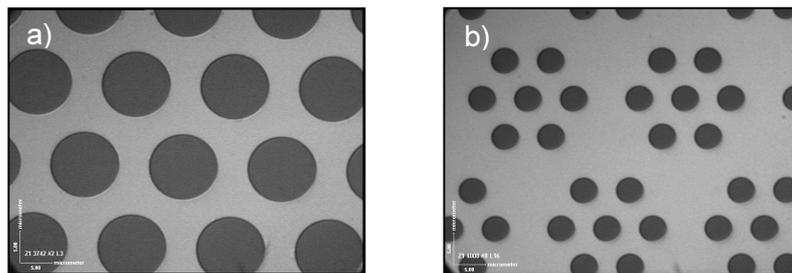


Abb. 2 Ursprüngliche Maskengeometrie (a) und neue, verfeinerte Maskengeometrie (b).

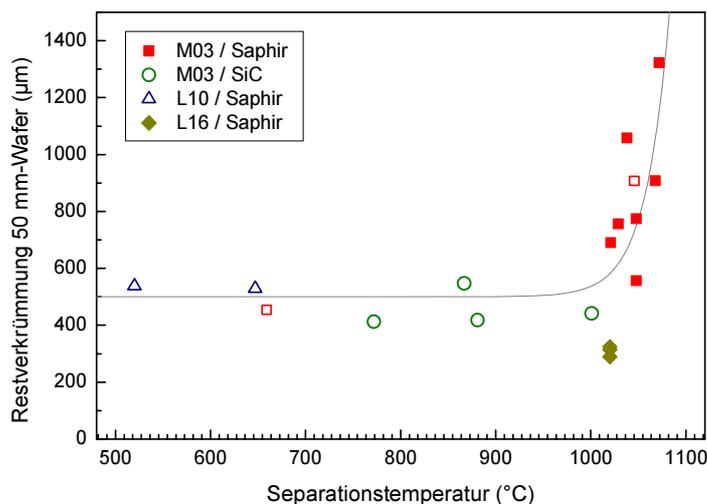


Abb. 3 Verhalten der Restverkrümmung in Abhängigkeit von der Ablösungstemperatur. Geschlossene Symbole beziehen sich auf Ablösung während des Wachstums und offene Symbole auf Ablösung während der Abkühlphase. Die grünen Datenpunkte (Rauten) mit verringertem Bow wurden durch den Einsatz der neuen Maskengeometrie aus Abb. 2. b) gewonnen.



Abb. 4 Freistehende GaN-Wafer mit 2 Zoll Durchmesser aus dem WSiN-ELOG-Prozess.

Im Projekt wurde die Ausbeute bei der Herstellung von freistehenden 2" GaN-Schichten mittels Selbstablösung durch fotolithografisch erzeugte WSiN-ELOG-Masken von unter 10% auf zuletzt über 60% erhöht. Diese GaN-Substrate (Abb. 4) weisen eine gute mechanische Stabilität und strukturelle Qualität mit Versetzungsdichten von ca. $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ auf. Im Projektzeitraum wurden insgesamt 31 solcher 2" GaN-Substrate als Startsubstrate an Projektpartner geliefert.

Optimierung des Bulk-Wachstum

Das Bulk-Wachstum wurde in einer vertikalen HVPE-Anlage der Firma Aixtron durchgeführt. Dabei führte die Zusammenarbeit ausgehend von einem Anlagen-Prototypen zu einer weitgehend ausgereiften vertikalen HVPE-Anlage. Wachstumsversuche wurden sowohl auf GaN/Saphir-Templates als auch auf freistehenden GaN-Schichten aus dem WSiN-ELOG-Prozess durchgeführt. In Abb. 5 sind Fotos einer Reihe von GaN-Schichten mit zunehmender Dicke gezeigt, die mit einer Wachstumsrate von $475 \mu\text{m/h}$ und einer Ratenuniformität von 5% auf Templates abgeschieden wurden.



Abb. 5 Fotografien von GaN-Schichten bis 4,5 mm Dicke.

Dem erfolgreichen Wachstum von GaN-Boules stehen zunächst verschiedene Formen der Rissbildung, die Bildung von inversen Pyramiden auf der Oberfläche (V-Pits) sowie die Bildung fehlorientierter Kristallite auf der Oberfläche bis hin zum Übergang zu polykristallinem Wachstum entgegen. Eine deutliche Verbesserung der Morphologie und der Kristalleigenschaften wurde durch dreimaliges Wachsen von 1 mm dicken GaN-Schichten auf einem GaN-Substrat aus dem WSiN-ELOG-Prozess erzielt (Abb. 6). Die strukturellen Eigenschaften dieses 3,5 mm langen GaN-Kristalls charakterisiert durch die Halbwertsbreiten der Röntgen-Rockingkurven waren mit 530 arcsec am 002 Reflex und zu 930 arcsec am 302 Reflex aber noch nicht zufriedenstellend.



Abb. 6 Foto eines bei 200 hPa gewachsenen, 3,5 mm dicken GaN-Boules.

Die Materialdegradation wurde auf die Ausbildung feiner innerer Rissnetzwerke und die Herausbildung von V-Pits zurückgeführt, deren Auftreten auch schon beim Wachstum auf den GaN/Saphir-Templates beobachtet wurde.

Unter den durch die neue vertikale HVPE-Anlage (Abb. 7) verbesserten Bedingungen wurde das Wachstum systematisch untersucht.



Abb. 7 Neue vertikale HVPE-Anlage mit dem ca. 4 m hohen Reaktorturm, der substratseitig (oben) und quellenseitig (unten) mit stickstoffgespülten Handschuhboxen ausgerüstet ist.

Es wurde gefunden, dass der Einfluss der Wachstumsbedingungen auf die Ausbildung interner Risse und V-Pits entscheidend ist. Anhand von Parameterstudien mit 10 μm dicken GaN-Schichten auf gleichartigen GaN/Saphir-Templates wurde gefunden, dass sich für die verwendete Reaktorgeometrie bei 200 hPa die niedrigsten V-Pitdichten bei relativ hohen Wachstumsraten von 450 $\mu\text{m}/\text{h}$ ergeben. Unter Verwendung geeigneter GaN/Saphir-Templates konnten zunehmend dicke GaN-Kristalle von 2" Durchmesser hergestellt werden. Die GaN-Kristalle (Abb. 8) zeigten zunächst noch lokal interne Risse, die makroskopisch zum Teil zu lokalen schwärzlichen Verfärbungen durch metallisches Gallium führen (Abb. 8 links und Mitte).



Abb. 8 Fotos freistehender 2" GaN-Boules mit Dicken von 3,7 mm (links), 3,9 mm (mitte) und 2,6 mm (rechts). Der letzte Boule rechts hat keine internen Rissnetze.

Die Optimierung der Wachstumsbedingungen anhand solcher GaN-Boules führte zur Verbesserung der Qualität (Abb. 8 rechts) und erlaubte schließlich die weitere Erhöhung der Schichtdicke der GaN-Kristalle auf 6,3 mm (Abb. 9).



Abb. 9 Foto eines 2“ GaN-Boules mit einer Dicke von 6,3 mm, der mit 450 $\mu\text{m}/\text{h}$ in 14 Stunden gewachsen wurde. Die Versetzungsdichte an der Oberfläche ist $6 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$.

Qualitativ vergleichbare 2 Zoll GaN-Kristalle wurden bisher nur von Mitsubishi Chemical Corporation (MCC) veröffentlicht [K. Fujito, S. Kubo, H. Nagaoka, T. Mochizuki, H. Namita, S. Nagao, J. Cryst. Growth 311 (2009) 3011]. MCC benötigte eine Wachstumszeit von 55 Stunden für eine Länge von 5,8 mm (Wachstumsrate 105 $\mu\text{m}/\text{h}$). Im vorliegenden Projekt wurde die Konstruktion einer HVPE-Anlage erreicht, die technisch das Wachstum von 20 mm langen GaN Boules ermöglicht, und es wurde ein Prozess entwickelt, der das Wachstum solcher Boules mit ökonomisch sinnvollen Wachstumsraten von 450 $\mu\text{m}/\text{h}$ derzeit bis zu einer Länge von 6,3 mm zulässt. Es wurden sieben 2“ GaN-Boules an Projektpartner geliefert.

Ausgewählte Eigenschaften

Es sollen beispielhaft die Eigenschaften des GaN-Kristallmaterials wie in Abb. 9 dargestellt werden, das bei einer Rate von 450 $\mu\text{m}/\text{h}$ im vertikalen Reaktor auf GaN/Saphir-Templates ohne Zugabe eines Dotierstoffes gewachsenen wurde.

Optische Eigenschaften

Ein typisches bandkantenahes Photolumineszenz-Spektrum ist in Abb. 10 dargestellt.

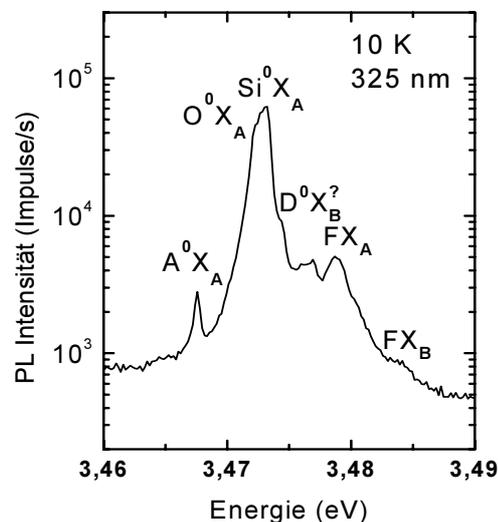


Abb. 10 Bandkantenahes Photolumineszenzspektrum an der Oberfläche eines 2,6 mm dicken GaN-Boule.

Das Spektrum zeigt gut aufgelöste und schmale Exzitonenübergänge und ist gut mit den besten veröffentlichten Ergebnissen vergleichbar [J. A. Freitas Jr., W. J. Moore, B. V. Shanabrook, G. C. B. Braga, S. K. Lee, S. S. Park, J. Y. Han, D. D. Koleske, J. Cryst. Growth 246 (2002) 307.]. Das Verhältnis der Emission von an neutralen Donatoren gebundenen Exzitonen $O^{\circ}X_A$ zu $Si^{\circ}X_A$ weist auf eine niedrige Sauerstoffkonzentration hin. Die Beobachtungen der freien Exzitonen FX_A und FX_B weisen auf die sehr gute optische Qualität des gewonnenen Materials hin. Die Lage der Exzitonenpeaks lässt auf unverspanntes GaN schließen. Niederenergetisch wurden erwartungsgemäß 2-Elektron Satelliten-Emission, 1LO-, 2LO-, 3 LO- Phononenreplika, und sehr schwache Defektlumineszenzen bei 2.43 eV (grünes Band) und bei 2.25 eV (gelbes Band) beobachtet, die hier im einzelnen nicht dargestellt sind.

Elektrische Transporteigenschaften

Zur Evaluierung der Transporteigenschaften wurden temperaturabhängige Hall-Effekt- und Leitfähigkeitsmessungen an vergleichbarem Probenmaterial durchgeführt. Die Messergebnisse sind in Abb. 11 dargestellt. Es wurde bei Raumtemperatur eine Ladungsträgerkonzentration von $1.1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ mit einer Elektronenbeweglichkeit von $960 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ gemessen. Das Maximum der Beweglichkeit liegt bei 120 K. Außerdem wurden die Aktivierungsenergien für zwei Störstellenniveaus zu $23 \pm 1 \text{ meV}$ und $40 \pm 1 \text{ meV}$ ermittelt, die in guter Übereinstimmung mit Literaturangaben den Donatoren Si_{Ga} und O_N entsprechen.

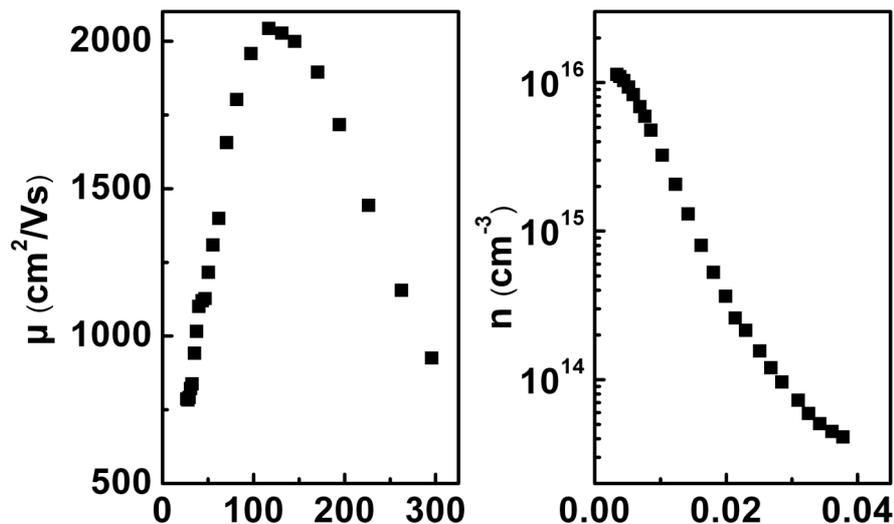


Abb. 11 Ergebnisse aus Hall-Effekt- und Leitfähigkeitsmessungen für die Beweglichkeit μ und die Ladungsträgerkonzentration n .

Strukturelle Eigenschaften

Zur Erfassung der strukturellen Eigenschaften wurden vor allem die Röntgendiffraktometrie (XRD) und die Kathodolumineszenz (KL) eingesetzt. Die KL erlaubt eine sehr zuverlässige Bestimmung der Dichte der an der Oberfläche durchstoßenden Versetzungen (TDD) durch plan-view Aufnahmen (Abb. 12 links). Die Auftragung über die Schichtdicke (Abb. 12 rechts) zeigt die natürliche Reduktion der Versetzungsdichte mit zunehmender Kristalldicke auf unter 10^6 cm^{-2} .

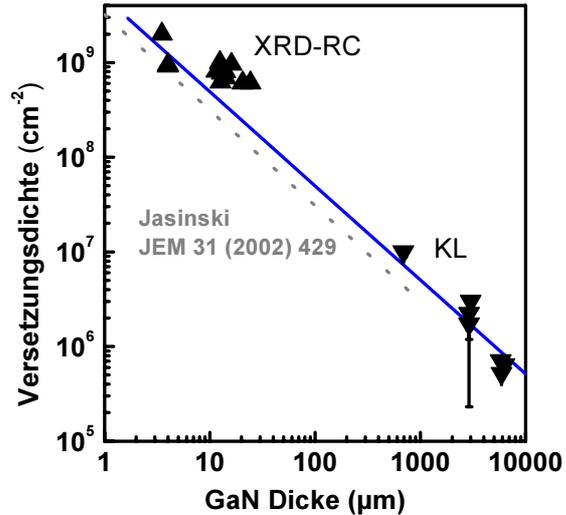
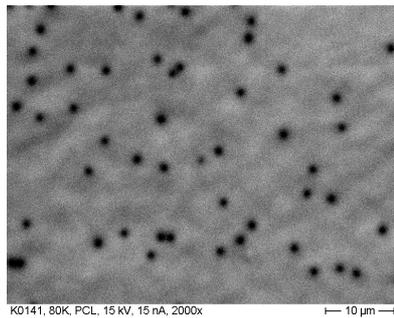


Abb. 12 links: Plan-view Kathodolumineszenzaufnahme an der Oberfläche eines 2,6 mm dicken GaN-Boules mit einer Versetzungsdichte von $2 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$. rechts: Reduktion der Versetzungsdichte mit zunehmender Schichtdicke des GaN. Die graue Kurve ist ein Fit zu berichteten Daten von Jasinski et al.

Die Halbwertsbreiten (FWHM) der XRD-Rockingkurven (RC) werden regelmäßig zur Bewertung der strukturellen Qualität des Materials herangezogen. Z.B. wurden für den 6,3 mm dicken GaN Kristall aus Abb. 9 ($\text{TDD} = 6 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$) ein geringer Verbiegungsradius der c-Gitterebene von -5 m und sehr geringe FWHM von 51 arcsec am 002 Reflex und 56 arcsec am 302 Reflex bestimmt.

Thermische Transporteigenschaften

Die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit mit Hilfe des Laserpulsverfahrens erfolgte in Kooperation mit dem Projektpartner FCM und dem Fraunhofer Institut IKTS Dresden.

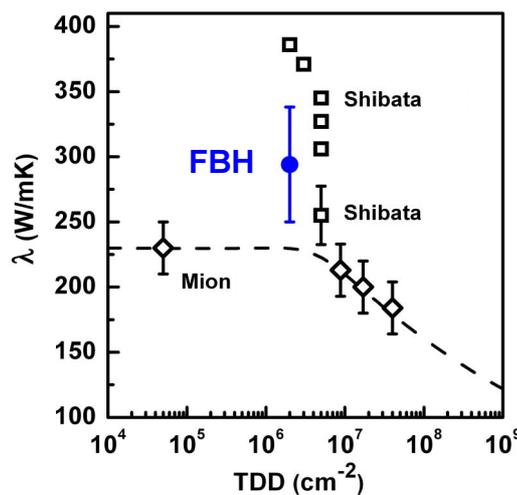


Abb. 13 Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von GaN von der Versetzungsdichte mit Daten von einem 3,6 mm dicken GaN-Kristall vom FBH und Daten für Material von KYMA [C. Mion, J. F. Muth, E. A. Preble, D. Hanser, Appl. Phys. Lett. 89, 092123 (2006)] und MCC [H. Shibata, Y. Waseda, H. Ohta, K. Kiyomi, K. Shimoyama, K. Fujito, H. Nagaoka, Y. Kagamitani, R. Simura, T. Fukuda, Materials Transactions 48, 2782 (2007) und H. Shibata, Y. Waseda, K. Shimoyama, K. Kiyomi, H. Nagaoka, US 2009/0081110 A1, (2009) (ohne Fehlerbalken)].

Der gemessene hohe Wert der Wärmeleitfähigkeit von 294 W/mK zeigt, dass strukturell gutes GaN eine bessere Wärmeleitfähigkeit aufweist, als allgemein oft angenommen wird (Abb. 13). Nach theoretischen Abschätzungen könnte perfektes GaN demnach sogar eine Wärmeleitfähigkeit von bis zu 410 W/mK [A. Witek, Diamond and Related Materials 7, 962 (1998)] aufweisen.

Weiterführende Arbeiten

Es wurden eine Reihe weiterer Fragestellungen bearbeitet, wie z.B. die Dotierung von GaN, die Erweiterung auf 75 mm Durchmesser (3 Zoll), das Wachstum auf polaren, semi- und nicht-polaren GaN-Substraten und die Herstellung von LEDs und Laserdioden als Antest für solche Substrate.

GaN-Boules lassen sich durch das Einbringen von Dotierstoffen mit verschiedenen elektrischen Eigenschaften herstellen. Um eine gezielte Dotierung reproduzierbar einstellen zu können, benötigt man zunächst einen ausreichend niedrigen Dotierungshintergrund wie er hier für die GaN-Kristalle (Abb. 9) gezeigt wurde. Für die zukunftsorientierte Anwendung von GaN-Substraten in der Mikrowellentransistortechnik benötigt man semiisolierendes GaN, das durch Dotierung mit Eisen erzeugt wird [J.-H. Ryou, J. P. Liu, Y. Zhang, C. A. Horne, W. Lee, S.-C. Shen, R. D. Dupuis, phys. stat. sol. (c) 5 (2008) 1849]. Die Dotierung mit Eisen wurde in einem parallelen Projekt an der Universität Ulm untersucht. GaN lässt sich mit dem Akzeptor Magnesium p-dotieren, wobei in der HVPE der Anteil von Stickstoff im Trägergas minimiert werden muss, um die Bildung von Magnesiumnitrid Mg_3N_2 zu unterdrücken. Im horizontalen HVPE-Reaktor wurde hier eine Magnesium-Konzentration von $2,5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ erreicht. Für die n-Leitung kann die Dotierung mit Silizium genutzt werden, wobei im vertikalen HVPE-Reaktor bei einer Wachstumsrate von $450 \mu\text{m/h}$ morphologisch ungestörte GaN-Oberflächen bis zu einer Elektronendichte von $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ mit einer Beweglichkeit $> 150 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ erreicht wurden. N-dotierte GaN-Substrate sind für optoelektronische Anwendungen wie Laserdioden vorteilhaft, da auf ihnen vertikaler Stromfluss mit Rückseitenkontakt möglich ist.

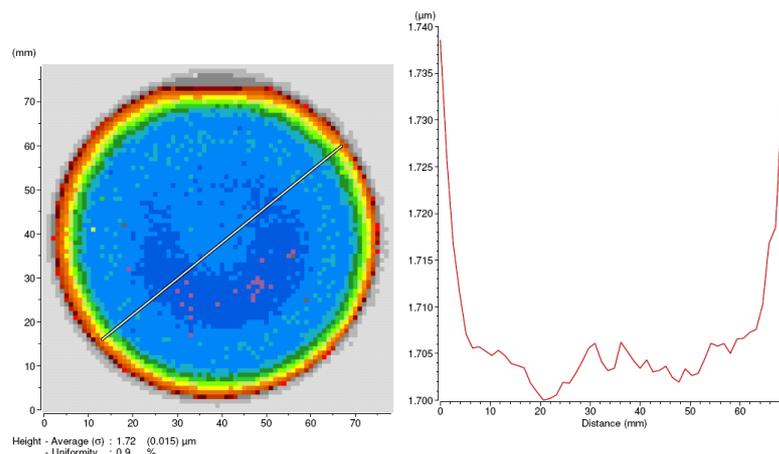


Abb. 14 Schichtdickenmap eines 75 mm GaN/Saphir-Templates mit einer Schichtdicke von 1,7 μm und einer Uniformität von 1%.

Für solche Anwendungen ist auch die Minimierung des Quantum Confined Stark Effekts interessant, die z.B. durch den Einsatz nicht c-planar orientierter GaN-Substrate erreicht werden kann. Im Rahmen des Projektes wurde gefunden, dass bei fortgesetztem Wachstum auf der unpolaren m-Fläche die Dichte basaler Stapelfehler zunimmt, wodurch die Herstellung von nicht-c-planar orientierten GaN-Substraten wahrscheinlich nur durch orientiertes Sägen aus GaN-Boules sinnvoll ist. Von besonderem Interesse für mikroelektronische Anwendungen, ist die Vergrößerung des verwendbaren Substratdurchmessers auf >2 Zoll bzw. 3 Zoll. Dazu wurde ein 3" Templateprozess in der MOVPE etabliert. Die Abb. 14 zeigt einen Schichtdickenmap eines solchen Templates mit einer Schichtdicke von 1,7 μm GaN und einer Uniformität über die 3" Scheibe von 1%. Die Herstellung freistehender GaN-Schichten im WSiN-ELOG-Verfahren mit einem Durchmesser größer 2 Zoll wurde untersucht.

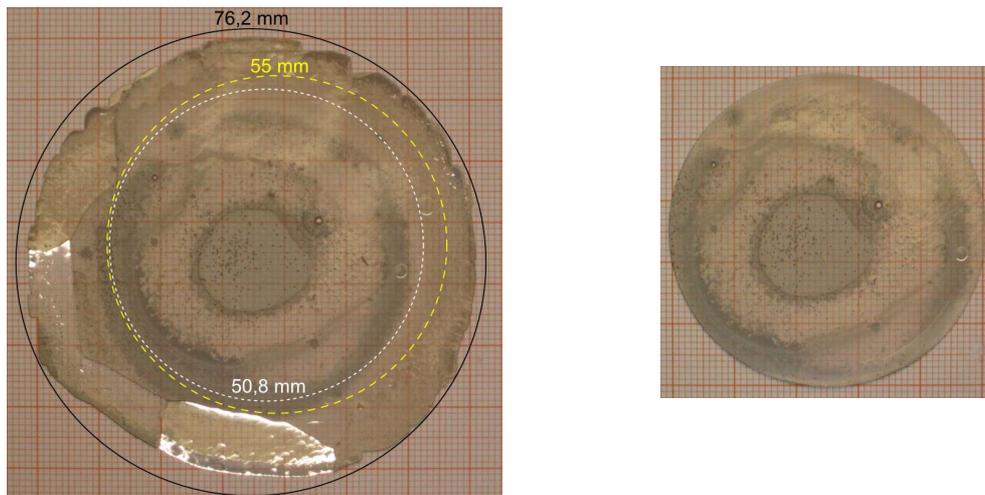


Abb. 15 Selbstablösung nach dem Wachstum auf einem 3"-GaN/Saphir-Template mit ELOG-Maske aus WSiN (links) und mittels Laserstrukturierung ausgeschnittener GaN-Wafer mit 50,8 mm Durchmesser (rechts).

Dabei zeigte sich, dass sich im horizontalen Reaktor freistehende GaN-Schichten mit einem Durchmesser größer als 2 Zoll (Abb. 15) herstellen lassen, dass jedoch für Durchmesser von 3 Zoll die Wachstumsrate im Außenbereich zu gering ist. Da der vertikale Reaktor für 3 Zoll geeignet ist, ließe sich jedoch mit der Verwendung von 3 Zoll GaN/Saphirtemplates an die Ergebnisse des 2 Zoll GaN-Boulewachstums (Abb. 9) anschließen.