



Projekt-Abschlussbericht

Projekt FBH 9112

GaN-HVPE

Projekttitel:

Herstellung von GaN-Substraten durch Hydrid-Gasphasenepitaxie

Auftraggeber:	BMBF
Projektnummer:	01 BU 402
Projektlaufzeit:	1.04.2004 bis 30.06.2006
Abschlussbericht:	1.04.2004 bis 30.06.2006

Freigabe:

Projektleitung:	Dr. M. Weyers
Institutsleiter:	Prof. Dr. G. Tränkle



Herstellung von GaN-Substraten durch Hydrid-Gasphasenepitaxie

Förderkennzeichen: 01 BU 402
Laufzeit: 1.04.2004 - 30.06.2006
Berichtszeitraum: 1.04.2004 - 30.06.2006

Abschlussbericht

Institutsleiter: Prof. Dr. G. Tränkle
Projektleiter: Dr. M. Weyers
Bearbeiter: Dr. E. Richter
Ch. Hennig
C. Neumann
O. Fink

Inhalt

1. Aufzählung der wichtigsten wissenschaftlich-technischen Ergebnisse und anderer wesentlicher Ereignisse
siehe Anlage 1
2. Erfolgskontrollbericht
siehe Anlage 2

Berlin, den 20.12.2006

Dr. Markus Weyers
- Projektleiter -

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

Innerhalb des Projektes wurden folgende wichtige Ergebnisse erzielt:

Arbeitspaket 1 – n-GaN auf Saphir

- Beim Wachstum von GaN-Schichten auf Saphir kommt es ab einer kritischen Schichtdicke während des Wachstums zur Ausbildung von Rissen durch tensile Verspannung. Es wurde gefunden, dass die kritische Schichtdicke von den Eigenschaften des Startsubstrates und der Zusammensetzung des Trägergases abhängt. GaN-Schichtdicken von 80 µm bzw. 250 µm (Unterauftragnehmer Universität Ulm) mit rissfreien Oberflächen und 50,8 mm Durchmesser wurden erzielt.
- Dicke GaN-Schichten auf Saphir wurden dem Partner FCM zur Entwicklung einer Konfektionierungstechnologie für GaN-Substrate zur Verfügung gestellt.
- Die konvexe Verbiegung aufgrund der verschiedenen thermischen Ausdehnungskonstanten und das Vorhandensein von Rissen unterhalb der Oberfläche der GaN-Schicht sind für die Entwicklung der Oberflächenpolitur störend.
- Für die gezielte n-Dotierung von GaN in der HVPE wurde der Dotierstoff Dichlorsilan eingeführt. Damit können die für n-leitende GaN-Substrate geforderten Dotierungen eingestellt werden.

Arbeitspaket 2 – n-GaN auf ELOG/SAG

- Das Wachstum von n-leitenden GaN-Schichten in der HVPE auf strukturierten GaN/Saphir-Templates wurde in Abhängigkeit von Maskenorientierung, Maskenmaterial und Wachstumsbedingungen untersucht. Im Ergebnis wurde eine SiN-Punktmaske entwickelt, die zur Vermeidung der Rissbildung während des Wachstums führt und das Wachstum von GaN-Schichten mit Dicken bis zu 180 µm ohne Scheibenbruch erlaubt.
- Der Einsatz der Punktmasken führt nicht zu einer Reduktion der durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten bedingten, konvexen Verbiegung der Scheiben. Die Politur ist damit auch mit ELOG-Schichten nicht möglich.
- Der Unterauftragnehmer Universität Ulm hat in der MOVPE einen FACELO-Prozess entwickelt, wodurch er verbesserte Startsubstrate für die planare Abscheidung von GaN in der HVPE erhielt.
- Durch das ELOG-Verfahren verbesserte GaN-Schichten wurden dem Partner FCM zur Entwicklung einer Konfektionierungstechnologie für GaN-Substrate und den Partnern IAF und Osram OS zur Bauelementprozessierung zur Verfügung gestellt.
- Die Untersuchung der maskenlosen, in-situ Abscheidung von SiN-Zwischenschichten wurde am FBH in der HVPE und beim Unterauftragnehmer Universität Ulm in der MOVPE begonnen. Dabei zeichnete sich das Potenzial dieser Technik zur Versetzungsreduktion und für die Entwicklung eines Ablöseprozesses ab.

Arbeitspaket 3 – Reduzierung der Versetzungsdichte

- Für die Bestimmung der Versetzungsdichte wurden ein zerstörungsfreies Röntgenverfahren basierend auf Arbeiten der Universität Bremen und ein Verfahren durch nasschemisches Defektätzen in heißer Phosphorsäure analog zum beim Partner Osram OS angewendeten Verfahren etabliert. Das Röntgenverfahren liefert ca. eine Größenordnung höhere Werte.
- Durch den Einsatz des ELOG-Prozesses mit den Lochmasken wird die Versetzungsdichte um mehr als eine Größenordnung reduziert, d.h. von über 10^9 cm^{-2} des GaN/Saphir-Templates auf unter 10^8 cm^{-2} für freistehende GaN-Schichten.

- Eine weitere Reduktion der Versetzungsdichte ist beim Einsatz bereits versetzungsreduzierter Substrate wie GaN/Saphir-Templates sowie weitere in-situ während des Wachstums durchgeführte Schritte (z.B. durch ELOG von Zwischenschichten) möglich.

Arbeitspaket 4 – Erzeugung freistehender GaN-Schichten

- Am FBH wurde ein Verfahren zur Erzeugung stabiler, freistehender GaN-Schichten von 50,8 mm Durchmesser und mehreren hundert μm Dicke entwickelt. Dazu wird Wolfram-Siliziumnitrid als Maskenmaterial für den ELOG-Prozess eingesetzt. Die Ablösung vom Startsubstrat erfolgt unter Ausnutzung der Verspannung an der Substrat-Schichtgrenzfläche während des Wachstums bzw. während der Abkühlung nach dem Wachstum.
- Freistehende GaN-Substrate wurden an die Projektpartner FCM, IAF und Osram geliefert.

Arbeitspaket 5 – Unterstützung Aixtron bei Konzeption des Vertikalreaktors

- Die Erfahrungen des FBH zum Design von HVPE-Reaktoren und Erfordernissen für den HVPE-Prozess sowie die Ergebnisse der umfangreichen, von Aixtron durchgeführten Designstudien auf der Grundlage der Prozesssimulation wurden mit dem Partner Aixtron diskutiert.
- Die Prozessenerfahrung mit dem Reaktor-Prototyp bilden die Grundlage für die Weiterentwicklung bei Aixtron.

Arbeitspaket 6 – Installation und Einfahren des neuen Reaktors

- Die Anlagenübergabe an das FBH erfolgte am 21.07.2005. Nach der Umsetzung der wichtigsten technischen Änderungen während des Einfahrens wurde die Anlage am 30.11.2005 in Betrieb genommen.

Arbeitspaket 7 – Prozessentwicklung auf Vertikalreaktor

- Die Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen der Designstudien (Arbeitspaket 5) und experimentellen Ergebnissen ist unbefriedigend. Eine Ursache dafür ist, dass die angenommene Rotationssymmetrie im Reaktor durch eine asymmetrische Absaugung und eine mangelnde Zentrierung der Einlassgeometrie experimentell nicht ausreichend realisiert war. Bis zum Projektende waren technische Verbesserungen, die in Abstimmung mit dem oder durch den Projektpartner Aixtron durchgeführt wurden, erforderlich.
- Es wurde ein Parametersatz von Flüssen ermittelt, der nahezu rissfreies Wachstum ermöglicht. Es wurden damit bei Wachstumsraten von $400 \mu\text{m/h}$ GaN-Schichten mit Dicken bis 1,4 mm abgeschieden. Die Qualität solcher sehr dicken Schichten genügt jedoch noch nicht den Anforderungen an Substrate.
- Die Umsatzeffizienz der Ga-Quelle liegt bei 90%. Zum Wachstum dicker GaN-Kristalle über 5 mm muss das Quellenvolumen vergrößert werden

Veröffentlichungen in Zeitschriften und Konferenzbeiträge

- E. Richter, Ch. Hennig, H. Kissel, G. Sonia, U. Zeimer, and M. Weyers, "Growth optimization for thick crack-free GaN layers on sapphire with HVPE", Vortrag IWN 2004 in Pittsburgh, phys. stat. sol. (c) 2, No. 7, 2099– 2103 (2005).
- E. Richter, Ch. Hennig, U. Zeimer, L. Wang, M. Weyers, G. Tränkle, „N-type Doping of HVPE-grown GaN using Dichlorosilane“, Poster ICNS6 2005 in Bremen, Phys. Stat. Sol. (a) 203, Nr. 7, 1658-1662 (2006).
- Ch. Hennig, E. Richter, U. Zeimer, M. Weyers, G. Tränkle, „Bowling of thick GaN layers grown by HVPE using ELOG“, Poster ICNS6 2005 in Bremen, Phys. Stat. Sol. (c) 3, Nr. 6, 1466-1470 (2006).
- E. Richter, Ch. Hennig, U. Zeimer, M. Weyers, G. Tränkle, P. Reiche, S. Ganschow, R. Uecker, and K. Peters, „Freestanding two inch c-plane GaN layers grown on (100) γ -lithium aluminium oxide by hydride vapour phase epitaxy“, Vortrag ICNS6 2005 in Bremen, Phys. Stat. Sol. (c) 3, Nr. 6, 1439-1443 (2006).
- Lijun Wang, U. Zeimer, E. Richter, Ch. Hennig, and M. Weyers, "Characterization of free standing GaN by photoluminescence and cathodoluminescence spectroscopy", Poster ICNS6 2005 in Bremen, Phys. Stat. Sol. (a) 203, Nr. 7, 1663–1666 (2006).
- P. Brückner, F. Habel, F. Scholz, „HVPE growth of high quality GaN layers“, Poster ICNS6 2005 in Bremen, Phys. Stat. Sol. (c) 3, Nr. 6, 1471-1474 (2006).
- F. Scholz, P. Brückner, F. Habel, M. Peter, K. Köhler, "Improved GaN layer morphology by hydride vapor phase epitaxy on misoriented Al₂O₃ wafers", Applied Physics Letters 87, 181902 (2005).
- 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“, Poster International Workshop on Nitride Semiconductors, Kyoto, Japan 2006, accepted for publication 23.10.2006

Patentanmeldungen:

- „Verfahren zur Herstellung von c-plane orientierten GaN- und Al x Ga 1-x N-Substraten“, angemeldet durch den Forschungsverbund Berlin e.V. am 21.02.2005, Aktenzeichen DE 10 2005 003 884.0-43
- „Halbleitersubstrat sowie Verfahren und Maskenschicht zur Herstellung eines freistehenden Halbleitersubstrats mittels Hydrid-Gasphasenepitaxie“, angemeldet durch den Forschungsverbund Berlin e.V. am 21.02.2005, Aktenzeichen DE 10 2005 041 643.8-33
- „Verfahren zur Herstellung von III-N-Schichten, und III-N-Schichten oder –Substrate sowie damit erhaltene Bauteile“, angemeldet durch ...

Fachlicher Bericht " Herstellung von GaN-Substraten durch Hydrid-Gasphasenepitaxie "

Zeitraum 01.04.2004 - 30.06.2006

E. Richter, Ch. Hennig

Arbeitspaket 1 – n-GaN auf Saphir

In dem Arbeitspaket 1 bestanden die Aufgaben, auf der am FBH vorhandenen horizontalen HVPE-Anlage Prozesse zur Herstellung dicker GaN-Schichten auf Saphirsubstraten zu entwickeln, die gezielte n-Dotierung zu entwickeln und rissfreie GaN-Schichten an den Partner FCM zur Entwicklung der Oberflächenpräparation zu liefern. Als Startsubstrate standen mittels MOVPE gewachsene GaN/Saphir-Templates der Partner Osram OS und IAF Freiburg sowie zu Projektende auch am FBH hergestellte Templates zur Verfügung. Parallel führte der Unterauftragnehmer Universität Ulm Arbeiten zum HVPE-Wachstum dicker GaN-Schichten mit dem Schwerpunkt Verbesserung der Oberflächenmorphologie durch. Hier standen zusätzlich eigene in Ulm mittels MOVPE gewachsene GaN/Saphir-Templates zur Verfügung.

Wachstum dicker GaN-Schichten auf GaN/Saphir-Templates

Die Dicke von GaN-Schichten sollte über 5 µm hinaus erhöht werden, wobei die Scheiben einen Durchmesser von 50,8 mm haben und rissfreie Oberflächen aufweisen sollten.

Es wurden dazu unterschiedliche Wachstumsbedingungen (Abb. 1) sowie der Einfluss der Startschicht untersucht. Durch die Zugabe von Wasserstoff lässt sich eine effektive Ausheilung von Oberflächenrissen während des Wachstums erreichen, was bei geeigneten Substraten nach ca. 35 bis 70 µm zu rissfreien Oberflächen führt. Generell wurde festgestellt, dass ein Wasserstoffanteil im Trägergas von ca. 50% für die Rissunterdrückung, für die Morphologie und die elektrischen Eigenschaften der Schichten ein Optimum darstellt. Abb. 2 zeigt ein Foto einer solchen 84 µm dicken GaN-Schicht ohne Risse in der Oberfläche.

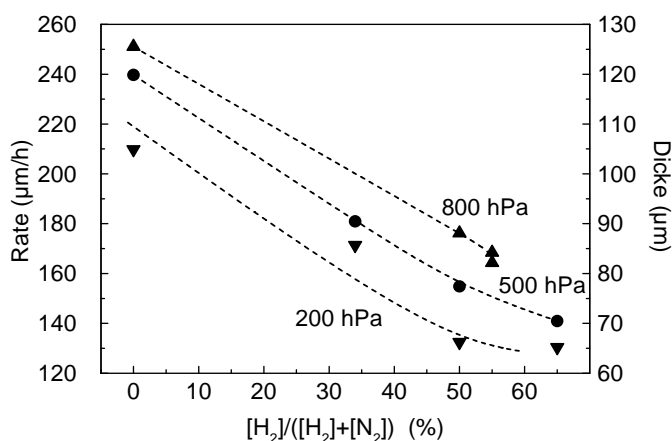


Abb. 1 Wachstumsraten für verschiedene Totaldrücke und Wasserstoffanteile im Trägergas.

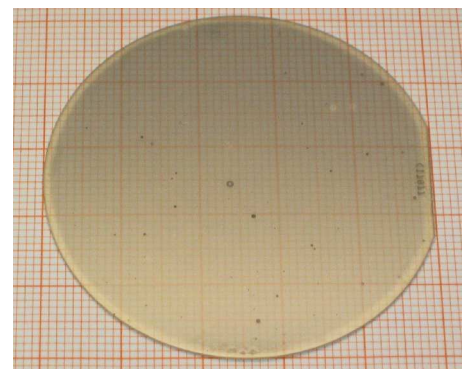


Abb. 2 50,8 mm große, 84 µm dicke GaN-Schicht auf GaN/Saphir-Template.

Beim Wachstum auf verschiedenen verspannten Templates zeigte sich, dass für die Rissbildung und Stabilität auch die Ausgangssubstrate eine wichtige Rolle spielen. GaN wächst in der MOVPE und in der HVPE abhängig von der Keimgröße und dem Keimmaterial im Nukleationsprozess mehr oder weniger tensil verspannt, wobei sich

während der Abkühlung ein durch die verschiedenen Ausdehnungskoeffizienten von GaN und Saphir bedingte kompressive Verspannung überlagert. Es wurde gezeigt, dass nicht nur der Verspannungszustand der Ausgangsschicht die Rissbildung bestimmt. Ausgangssubstrate mit bei Raumtemperatur vergleichbarer kompressiver Spannung ergaben bei parallelem Überwachsen GaN-Schichten mit unterschiedlichen Rissbildern. Erwartungsgemäß ergaben bereits bei Raumtemperatur tensil verspannte Templates die schlechtesten Ergebnisse bzgl. der Rissbildung. Unvermutet war, dass die bei Raumtemperatur am stärksten kompressiv verspannten Templates (AlN-Nukleation, Universität Stuttgart) mehr und dichter liegende Risse als die besten, bei Raumtemperatur weniger verspannten Templates aufwiesen. Im Unterschied zu den Befunden am FBH wurde beobachtet, dass die Rissempfindlichkeit dicker GaN-Schichten signifikant von der Art der Nukleationsschicht abhängt. HVPE-Schichten auf Templates mit AlN-Nukleation aus der MOVPE der Universität Ulm erwiesen sich danach als deutlich stabiler als jene ebenfalls an der Universität Ulm hergestellten Templates mit GaN-Nukleation. Dies lässt sich bei sonst gleichen Wachstumsbedingungen gut durch die stärkere tensile Verspannung der Templates mit GaN-Nukleation bei Wachstumstemperatur erklären.

Oberflächenmorphologie (UA Universität Ulm)

Arbeiten zur Verbesserung der Oberflächenmorphologie wurden auch durch den Unterauftragnehmer Universität Ulm durchgeführt, nachdem auffiel, dass auf Templates, die an der Uni Ulm hergestellt wurden, signifikant bessere Oberflächenmorphologien erzielt werden konnten als auf solchen, die von außerhalb zur Verfügung standen.



Abb. 1 Nomarski-Kontrast-Mikroskop-Aufnahmen von Oberflächen von GaN-HVPE-Schichten auf unterschiedlich fehlorientierten Saphir-Wafern, die jeweils gleichzeitig in unterschiedlichen Prozessen epitaxiert wurden. Ohne spezielle Maßnahmen am Ende des Prozesses (oberste Bilderreihe), Erhöhung des V/III-Verhältnisses kurz vor Ende des Epitaxieprozesses (mittlere Bilderreihe), Erhöhung des V/III-Verhältnisses und weitere Maßnahmen (unterste Bilderreihe).

Es wurde gefunden, dass die Fehlorientierung des Ausgangssubstrates und eine Änderung der Parameter am Ende des GaN-Wachstums zu einer Glättung der Oberflächen beitragen. GaN-Schichten auf fehlorientierten Templates wiesen selbst bei Dicken von 100 μm und mehr eine spiegelglatte Oberflächenmorphologie auf, die vergleichbar mit guten, erheblich dünneren MOVPE-Schichten ist, während sich auf exakt orientierten Templates die bekannten Wachstumspyramiden entwickelten (Abb. 3). Untersucht wurden Fehlorientierungen von 0° , $0,3^\circ$, ca. $0,6^\circ$ und bis 1° in Richtung der (11-20) a-Fläche und der (1-100) m-Fläche. Sehr gute Morphologien zeigten sich bei Fehlorientierungen von $0,3^\circ$ und $0,6^\circ$ insbesondere für Verkippung zur m-Fläche. Bei noch stärkerer Fehlorientierung zeigen sich wieder rauere Oberflächen mit einer deutlichen Struktur senkrecht zur Verkippungsrichtung.

Gezielte n-Dotierung von GaN in der HVPE

Der Einsatz des in der MOVPE üblichen Dotiergases Disilan (0,5% in Wasserstoff) erwies sich im HVPE-Reaktor als untauglich, weil sich vor der Substratzone ein Siliziumspiegel an den Quarzwänden niederschlug und durch SIMS kein Si-Eintrag in den GaN-Schichten nachweisbar war.

Durch den Einsatz einer Si-Feststoffquelle ließ sich n-Dotierung von GaN erreichen. Dieser Ansatz hat jedoch Nachteile in Bezug auf die Reproduzierbarkeit und erfordert konstruktive Änderungen. Ausgehend von der zugrunde liegenden Reaktionschemie wurde der deshalb der gasförmige Dotierstoffes Dichlorsilan (SiCl_2H_2) untersucht, der eine deutlich höhere thermische Stabilität als Silan aufweist und kommerziell in hoher Reinheit verfügbar ist. Eine homogene Dotierung, Wachstumsrate und Morphologie über die gesamte Waferfläche konnten durch die direkte Injektion des SiCl_2H_2 in das Trägergasgemisch des Hauptstromes realisiert werden. Abb. 4 und Tabelle 1 zeigen Ergebnisse der dazu durchgeführten Dotierungsexperimente. Für SiCl_2H_2 -Flüsse bis 15 sccm werden keine Morphologieänderungen beobachtet, während höhere Flüsse zu Kraterbildung bis hin zur Zerstörung der Oberfläche mit gleichzeitigem Einbruch der Wachstumsrate führen.

SiH_2Cl_2 kann im Dotierungsbereich von $5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ bis $8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ mit im Vergleich sehr guten Beweglichkeiten eingesetzt werden, wodurch die Projektanforderungen für die n-Dotierung erfüllt werden. Entsprechend dem bekannten Stand der Literatur [M. N. Gurusinge, T. G. Anderson, Phys.Rev. B 67, 235208(2003).] deuten die Ergebnisse auf geringe Kompensation der Donatoren hin.

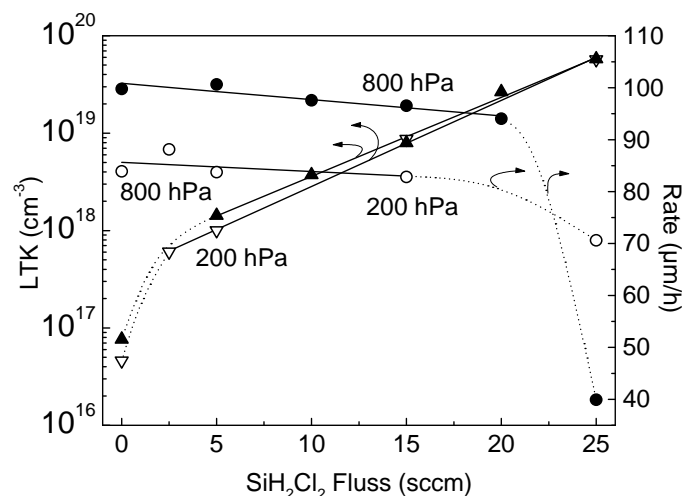


Abb. 4 Ladungsträgerkonzentration und Wachstumsrate vs. SiH_2Cl_2 Fluss (▲, ●: 800 hPa, ▽, ○: 200 hPa).

Tab. 1 Siliziumkonzentration [Si] aus SIMS Messungen, Ladungsträgerkonzentration aus dem Hall-Effekt, Aktivierung $n/[Si]$, Gitterkonstante c , Verspannung ϵ_{zz} ($c_0 = 5.1851 \text{ \AA}$) und FWHM aus dem XRD (ω scan) von Proben mit glatter Morphologie, die bei 800 hPa in der HVPE gewachsen wurden.

SiCl ₂ H ₂ (sccm)	[Si] (cm ⁻³)	n (cm ⁻³)	n/[Si] (%)	c (\AA)	ϵ_{zz} (%)	FWHM (0002) (arcsec)	FWHM (30-32) (arcsec)
0	4.8x10 ¹⁶	7.6x10 ¹⁶	-	5.18628	0.0227	305	867
5	2.4x10 ¹⁸	1.4x10 ¹⁸	59	5.18620	0.0212	313	823
10	6.8x10 ¹⁸	3.7x10 ¹⁸	55	5.18617	0.0206	335	832
15	1.5x10 ¹⁹	8.0x10 ¹⁸	52	5.18581	0.0137	330	828

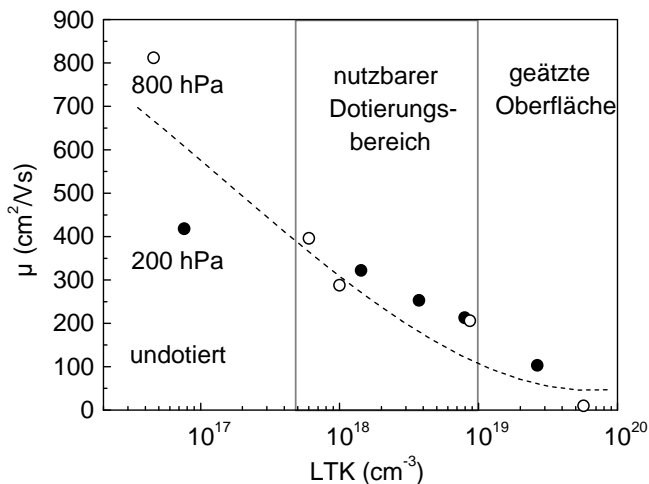


Abb. 5 Beweglichkeit vs. Ladungsträgerkonzentration. Die unterbrochene Linie ist ein Fit für eine größere Zahl von nicht absichtlich dotierten GaN Schichten (● : 800 hPa, ○ : 200 hPa).

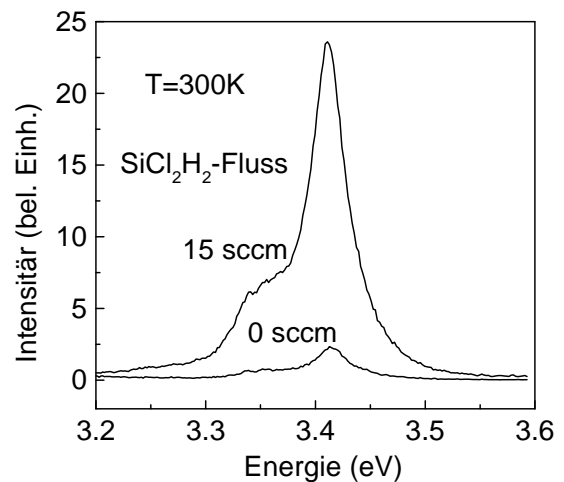


Abb. 6 PL-Spektren von GaN-Proben, die mit 0 sccm bzw. 15 sccm SiCl₂H₂-Fluss bei 800 hPa gewachsen wurden.

Die strukturelle Untersuchung n-dotierter GaN-Schichten mittels XRD-Messungen (Tab. 1) zeigt, dass die Zunahme der tensilen Verspannung (Abnahme von ϵ_{zz}) mit der Dotierung nur gering ist und die Dotierung keinen merklichen Einfluss auf die Versetzungsbildung hat ((0002)-FWHM und (30-32)-FWHM korrelieren mit Stufen- und Schraubenversetzungen). Auch die nur geringe Blauverschiebung der PL-Emission von 4 meV bei 300 K und die kleine FWHM-Aufweitung von 19 meV (undotiert, 0 sccm SiCl₂H₂) zu 22 meV ($8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, 15 sccm SiCl₂H₂) (Tab. 1, Abb. 6) sprechen für die gute Materialqualität (vgl. E. F. Schubert, I. D. Goepfert, W. Grieshaber, J. M. Redwing, Appl. Phys. Lett. 71, 921 (1997): Verbreiterungen der PL-Peaks von 47 meV für $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ auf 77 meV für $7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ mit einer Blauverschiebung um ca. 300 meV, MOVPE). Damit ist Dichlorsilan als Dotierstoffquelle in der HVPE gut geeignet.

Lieferungen an FCM zur Oberflächenkonfektionierung

Es wurden planar auf Saphir aufgewachsene GaN-Schichten (sieben Stück) mit Schichtdicken von 24 bis 42 μm an FCM geliefert. Ausgehend von den daran durchgeführten ersten Untersuchungen zur Konfektionierung der Oberfläche formulierte der Partner FCM erhöhte Anforderungen an die künftig zu liefernden Scheiben.

Planar auf Saphir aufgewachsene GaN-Schichten zeigen eine konvexe Verbiegung aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von GaN und Saphir und in der Regel vergrabene Risse durch tensile Verspannung beim Wachstum. Entsprechend haben Scheiben mit 30 bis 80 μm GaN auf 330 μm Saphir Krümmungsradien von -0.7 m bis -0.4 m , was einer Durchbiegung über den Wafer (Bow) von 400 μm bis 800 μm entspricht. Bei der Bearbeitung ließe sich deshalb entweder nicht die gesamte Fläche polieren oder im Zentrum läge bereits das Saphirsubstrat frei. Es hat

sich beim Partner FCM gezeigt, dass sich Schichten von z.B. ca. 30 µm im Konfektionierungsprozess nicht vollständig bzw. nicht ohne zu brechen flachdrücken lassen. Es lassen sich aus so hergestellten Schichten also keine planen GaN-Flächen von 50,8 mm Durchmesser präparieren. Vergrabene Risse gelangen während der Bearbeitung an die Oberfläche und führen bei der Politur zu Ausbrüchen. Beide Phänomene wurden bei der Projektplanung der Lieferungen nicht vorausgesehen.

Der Partner FCM hat gefordert, dass das GaN-Material bereits für die Entwicklung der Konfektionierungsprozesse auch im Volumen durchgehend rissfrei und nahezu plan sein müsse.

Arbeitspaket 2 – n-GaN auf ELOG/SAG

Im Arbeitspaket 2 war das Wachstum von GaN-Schichten auf strukturierten GaN/Saphir-Templates zu untersuchen und unterschiedliche Maskengeometrien in Hinblick auf die resultierende Morphologie und Defektdichte zu vergleichen. Konzepte für maskenlose Strukturierung sollten durch den UA Universität Ulm geprüft werden. Ausgehend von den Ergebnissen sollte entschieden werden, welches Verfahren für die Herstellung von Keimschichten besser geeignet ist.

ELOG in der HVPE mit fotolithografischen Masken

In diesem Arbeitspaket wurden verschiedene Maskenmaterialien und verschiedene Maskengeometrien untersucht. Gesputterte SiO₂-Masken werden während des nachfolgenden ELOG-GaN-Wachstums aufgezehrt und sind deshalb ungeeignet. PECVD-abgeschiedene SiN_x-Masken erwiesen sich bei den erforderlichen Temperaturen um 1050°C sowohl gegenüber den Einzelspezies (HCl, GaCl, NH₃, H₂, N₂) als auch beim GaN-Wachstum als stabil. Das Wachstumsverhalten der verschiedenen Kristallflächen und Koaleszenzvorgänge wurden unter verschiedenen Versuchsbedingungen (Totaldruck, V/III, Temperatur) untersucht, wobei eine Reduktion der Rissbildung beim Wachstum beobachtet wurde.

Der Einfluss der Wachstumsbedingungen im untersuchten Bereich war nur gering. Es wurden keine fundamental unterschiedlichen Wachstumsmodi gefunden. Die laterale Wachstumsrate wird gegenüber der vertikalen Wachstumsrate bei Erniedrigung des Totaldruckes und Erhöhung der Temperatur leicht erhöht.

Weiter wurde untersucht, ob sich durch einen geeigneten ELOG-Prozess nicht nur die Versetzungsdichte, sondern vor allem die Rissbildung und die Waferverbiegung vermeiden bzw. reduzieren lassen, um den erhöhten Anforderungen seitens FCM an die zu liefernden Scheiben gerecht zu werden. Dazu wurde eine Punktmaske konzipiert und eingesetzt. Durch hohe Wachstumsraten von ca. 150 µm/h gelang Koaleszenz und damit das Schichtwachstum.

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen in Abb. 7 zeigen, dass sich tatsächlich das Problem der Rissbildung beim GaN-Wachstum durch den Einsatz einer ELOG-Punktmaske lösen lässt und sich mechanisch stabile Scheiben mit einem Durchmesser von 50,8 mm bis zu einer Schichtdicke von 180 µm herstellen lassen (Abb. 8). Das erklärt sich durch die Reduktion von Mikrorissen, die sonst beim Reißen des GaN in das Saphirsubstrat induziert werden. Hier unterdrückt die Maskierung die Rissfortpflanzung. Die Versetzungsdichte von auf dieser Lochmaske (Fensterdurchmesser 10 µm, kleinster Fensterabstand 5 µm) abgeschiedenen, 80 µm dicken GaN-Schichten reduzierte sich von ca. $2 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ um etwa eine Größenordnung auf $\leq 1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ (Bestwert: $7 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$).

Die durch extrinsische Verspannung, d.h. durch die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten, bedingte Verbiegung der GaN/Saphir-Schichten bei Raumtemperatur wurde für verschiedene GaN-Schichtdicken und verschiedene Saphirdicken untersucht und mit den Ergebnissen für planares GaN-Wachstum verglichen und modelliert. Abb. 9 zeigt, dass der Schichtverband GaN/Saphir unabhängig davon, ob er durch planares Wachstum oder durch ELOG erzeugt wurde, immer eine vergleichbare,

konvexe Verbiegung bei Raumtemperatur liefert, d.h. Verbiegeradius R und Verkrümmung κ ($R=1/\kappa$) sind <0 . Der Durchbiegungsradius für dünnere Saphirsubstrate im Bereich von Schichtdicken bis ca. $400\ \mu\text{m}$ ist immer größer als für die dickeren Substrate. Die dünneren und stärker verbogenen Saphirsubstrate waren nach dem Abkühlen stets gebrochen, was aufgrund der geringeren mechanischen Stabilität verständlich ist. Für GaN-Schichtdicken größer ca. $400\ \mu\text{m}$ brechen die GaN-Schichten infolge der intrinsischen tensilen Verspannung schon während des Wachstums.

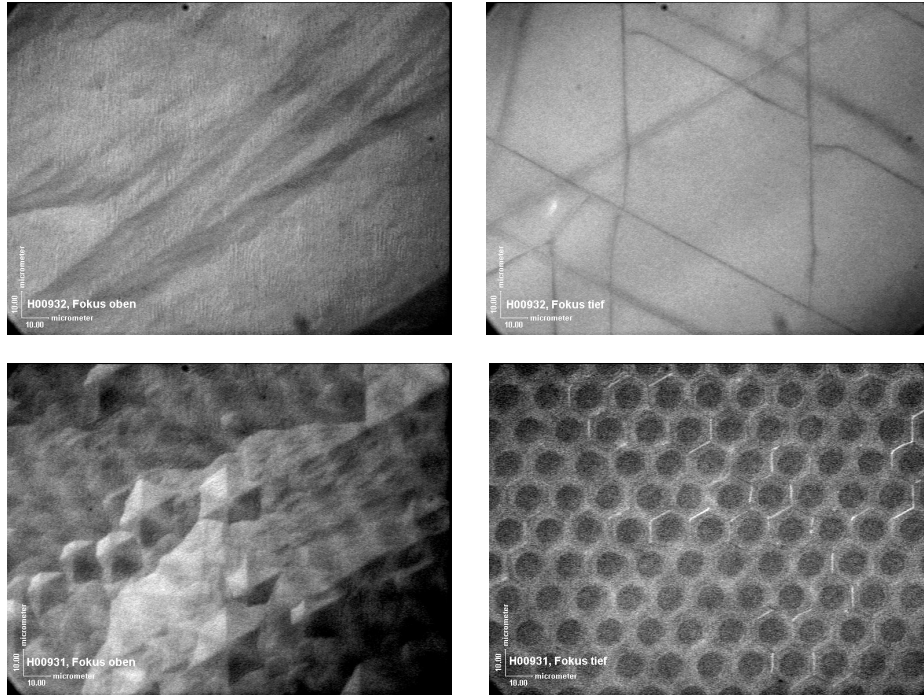


Abb. 7 Lichtmikroskopische Aufnahmen $40\ \mu\text{m}$ dicker GaN-Schichten: oben links: Oberfläche bei Wachstum ohne ELOG, oben rechts: Durchsicht mit Rissen bei Wachstum ohne ELOG, unten links: Oberfläche bei Wachstum mit ELOG, unten rechts: Durchsicht ohne Risse bei Wachstum mit ELOG, die ELOG-Maske ist deutlich zu erkennen.



Abb. 8 Wafer mit $180\ \mu\text{m}$ dicker, rissfreier GaN-Schicht auf Saphir mittels SiN-Punktmaske gewachsen.

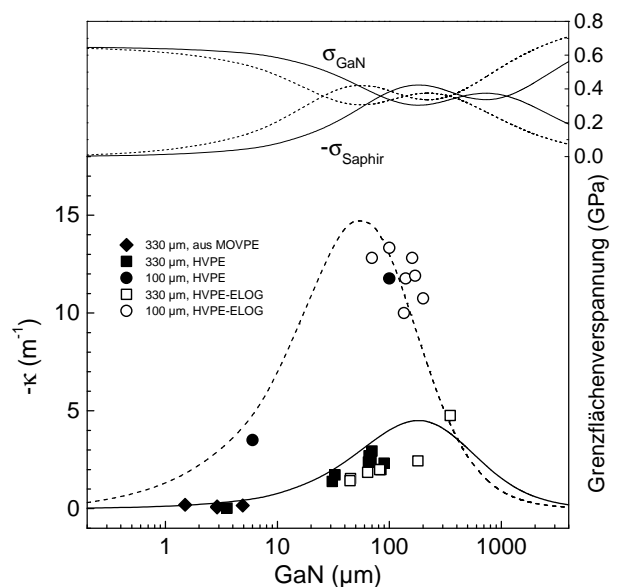


Abb. 9 Berechnete und experimentell gefundene Waferverspannungen sowie berechnete Verspannung der Grenzfläche zwischen Saphir und GaN in Abhängigkeit von Schicht- und Substratdicke.

Saphirsubstrate mit einer Schichtdicke von 100 μm sind demnach ungeeignet. Die Scheibenverbiegung lässt sich nicht durch den ELOG-Prozess reduzieren solange keine Ablösung erfolgt. Für die Reduktion der Verbiegung können Saphirsubstrate mit einer Dicke größer 330 μm verwendet werden, für die Entwicklung eines Prozesses für freistehende GaN-Schichten sollten die Saphirsubstrate eine Dicke von mindestens 330 μm aufweisen.

Maskenfreies ELOG in der HVPE (UA Universität Ulm)

Im Projektzeitraum stand an der HVPE der Universität Ulm keine geeignete Siliziumlinie zur Verfügung. Die Untersuchungen zu maskenfreiem ELOG mit nicht geschlossenen SiN_x -Filmen wurden daher in der MOVPE untersucht. GaN/Saphir-Templates mit einer ca. 50%-igen Bedeckung durch eine ungefähr 0.1-0.2 nm dicke SiN_x -Schicht wurden anschließend in der HVPE überwachsen. Zunächst wurde der Parameterraum für die Abscheidung der SiN -Zwischenschichten in der MOVPE untersucht. Dazu wurden in einem MOVPE-Run mehrere Zwischenschichten abgeschieden, wobei jeweils ein Parameter der SiN -Abscheidung variiert wurde.

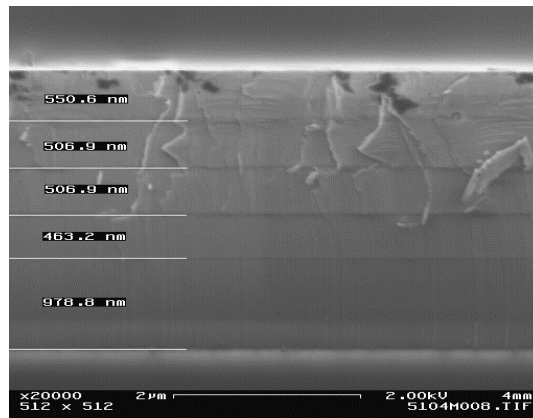


Abb. 10 Rasterelektronenmikroskopaufnahme der Bruchkante eines Templates mit SiN -Zwischenschichten. Zu sehen sind 4 SiN -Zwischenschichten im Abstand von ca. 500 nm.

Abb. 10 zeigt ein REM-Bild der Bruchkante einer dabei gewachsenen Schichtstruktur, bei der die Abscheidungszeit und damit die Bedeckung von Zwischenschicht zu Zwischenschicht systematisch von 1 min. auf 4 min. erhöht wurde. In Abb. 11 ist eine zunehmende Maskierung der Oberfläche durch lokale Unterdrückung des GaN-Epitaxieprozesses mit zunehmender SiN -Bedeckung zu erkennen.

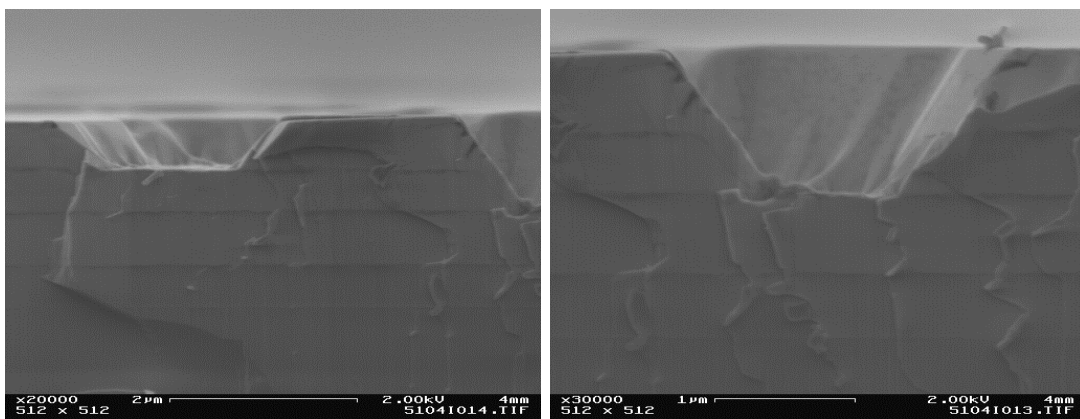


Abb. 11 Rasterelektronenmikroskopaufnahme der Bruchkante eines Templates mit 4 SiN -Zwischenschichten. Vereinzelt (Bild rechts) lässt sich bei der 3. abgeschiedenen SiN -Schicht eine Maskierung des darunter liegenden GaN erkennen. Bei längerer Abscheidezeit konnten mehr und größere Bereiche maskiert werden.

Beim anschließenden Überwachsen der MOVPE-Templates im HVPE-Prozess mit einer 120 µm dicken GaN-Schicht fand ein komplettes Überwachsen auch der zunächst maskierten Bereiche statt. Durch die Verwendung von fehlorientierten Substraten bei der Epitaxie der SiN-Zwischenschichten zeigte die Oberfläche der gewachsenen HVPE-Schicht eine glatte Oberfläche. Die nach dem MOVPE-Prozess vorhandenen Löcher waren komplett überwachsen. Ausgehend von den Bereichen größter Schichtdicke wurde teilweise eine spontane Ablösung der dicken GaN-HVPE-Schicht beim Abkühlprozess, beobachtet (Abb. 12). REM-Untersuchungen zeigten, dass die Selbstseparation im Bereich der oberen SiN-Schichten stattgefunden hat.



Abb. 12 Foto eines dick überwachsenen Templates mit SiN-Zwischenschicht. Im markierten Bereich ist bereits eine teilweise Ablösung der gewachsenen Schicht zu beobachten.

Vergleich der ELOG-Verfahren und Favorisierung für Keimschichten

Ein direkter Vergleich der verschiedenen Verfahren ist nicht abschließend möglich, da die Verfahrensentwicklungen noch nicht abgeschlossen sind. Die Bildung vertikaler Risse, die zum Scheibenbruch führt, kann gegenüber dem GaN-Wachstum auf planarem Substrat sowohl durch ELOG-Masken als auch durch maskenfreies ELOG-Wachstum erheblich reduziert oder ganz unterdrückt werden. Eine Reduktion der Versetzungsdichte ist für die Verwendung der Lochmaske nachgewiesen und gilt aufgrund der bestehenden Literaturlage auch für das maskenlose Verfahren als sicher. Das im Projektverlauf zunehmend in den Vordergrund gerückte Problem der Waferverbiegung wird derzeit von keinem der beiden Verfahren gelöst.

Das maskenlose Verfahren durchgeführt in der MOVPE bietet bei entsprechender Entwicklungsreife für die Herstellung von Keimschichten den Vorteil, dass der Aufwand auf den ohnehin notwendigen MOVPE-Prozess zur Herstellung der GaN/Saphir-Templates beschränkt ist und keine weiteren Strukturierungsschritte nötig sind. Es muss aber die Reproduzierbarkeit des maskenlosen Prozesses nachgewiesen werden.

Lieferungen an FCM zur Oberflächenkonfektionierung und an Osram und IAF

Durch den Einsatz der SiN-Lochmasken wurde es möglich, dicke GaN-Schichten zu erzeugen, die durchgehend rissfrei sind (Abb. 7). Solche 40 µm dicke GaN-Schichten wurden an den Partner FCM geliefert, wo sie sich für die Entwicklung von Konfektionierungsprozessen als deutlich besser geeignet erwiesen als die vom FBH aus dem Arbeitspaket 1 gelieferten GaN-Schichten. Die verbleibende konvexe Verbiegung erlaubte jedoch nur eine lokale Bearbeitung und verstärkte die Forderung seitens FCM nach unverbogenen GaN-Scheiben. Es wurden ebenfalls Scheiben an die Partner Osram OS und IAF für Epitaxieversuche geliefert. Auch hier erwies sich die starke Durchbiegung als hinderlich und führt zu inhomogenen Schichten.

Arbeitspaket 3 – Reduzierung der Versetzungsdichte

Die Versetzungsdichte der GaN-Schichten sollte durch Optimierung der Prozessparameter oder der Maskengeometrie auf den Zielwert von $< 10^6 \text{ cm}^{-2}$ reduziert werden.

Bestimmung der Versetzungsdichte

Zu Projektbeginn gab es am FBH bereits ein u.a. durch TEM-Untersuchungen bestätigtes Verfahren zur Bestimmung der Versetzungsdichte durch mit UV-Licht unterstütztes nasschemisches Ätzen für leitfähige GaN-Proben. Die Universität Ulm benutzte ein Verfahren, bei dem Ätzgruben durch Chlorwasserstoffgas im HVPE-Reaktor erzeugt werden. Osram führt die Versetzungsdichtebestimmung routinemäßig durch Ätzen in heißer Phosphorsäure durch.

Am FBH wurde während des Projektes die zerstörungsfreie Versetzungsdichtebestimmung durch Röntgenbeugung etabliert, wie sie in den Publikationen der Universität Bremen vorgeschlagen wird. Weiterhin wurde die Versetzungsdichtebestimmung durch Ätzen in heißer Phosphorsäure etabliert, um ein mit den Projektpartnern vergleichbares Verfahren einzusetzen. Durch TEM-Untersuchung, Phosphorsäureätzung sowie Ätzen im HVPE-Reaktor wurde an einer mittels MOVPE am FBH gewachsenen, 3 μm dicken GaN-Testschicht übereinstimmend eine Versetzungsdichte von $2 \pm 0.5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ gefunden. Zu dem gleichen Ergebnis kam auch der Projektpartner Osram mittels Phosphorsäureätzung. Abweichend davon wurden zerstörungsfrei mittels XRD an derselben Probe Dichten von $2,5 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ für Stufenversetzungen und $9 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ für Schraubenversetzungen bestimmt. Das Ergebnis zeigt, dass das zerstörungsfreie Röntgenverfahren in diesem Falle einen um einen Faktor 10 höheren Wert liefert.

Einsatz defektreduzierter GaN/Saphir-Templates

Zur Reduktion der Versetzungsdichte bieten sich GaN/Saphir Templates, die bereits eine geringe Versetzungsdichte aufweisen, an. Am FBH standen solche defektreduzierten Templates nicht zur Verfügung. Arbeiten dazu wurden beim Unterauftragnehmer Universität Ulm erfolgreich durchgeführt..

ELOG in der MOVPE mit fotolithografischen Masken (UA Universität Ulm)

In der MOVPE in Ulm wurden dickere GaN-Schichten mittels facettenkontrolliertem lateralem Überwachsen (FACELO) – einem Verfahren zur Defektreduktion in der MOVPE – abgeschieden. Dabei kam eine Streifenmaske mit Breiten von 3 μm (Öffnungen) und 8 μm (Maskenstreifen) zum Einsatz. Die Streifen waren entlang der [1-100]-Richtung des GaN orientiert. Hierauf konnten HVPE-GaN-Schichten mit sehr guter Oberflächenmorphologie abgeschieden werden (Abb. 13).

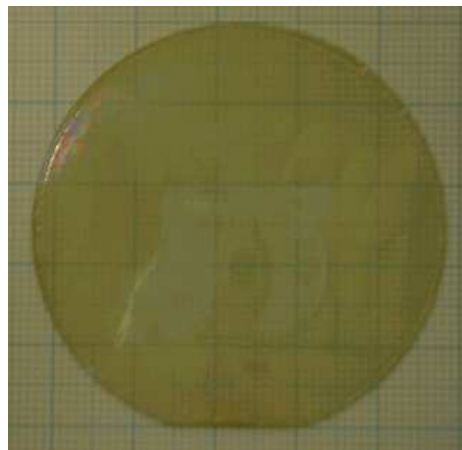


Abb. 13 Rissfreie, 250-300 μm dicke GaN-Schicht auf einem FACELO-Template (UA Ulm).

Defektdichten im Bereich $2-4 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ wurden für 200 μm bis 300 μm dicke Schichten gefunden. Der auf den Templates beobachtete „Wing-Tilt“ (Neigung der lateral überwachsenen Bereiche) von ca. 0.6° reduzierte sich beim HVPE-Wachstum auf Werte unter 0.08° . Der große Unterschied der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von GaN und Saphir führte aber auch hier zu einer starken Waferkrümmung, die zudem wegen der zugrunde liegenden Streifenmaske stark anisotrop ist.

Defektreduktion beim HVPE-Wachstum

Am FBH wurde die Entwicklung der in-situ Abscheidung von porösen SiN_x -Schichten für maskenlose ELOG-Prozesse in der HVPE begonnen. Abb. 14 zeigt elektronenmikroskopische Aufnahmen von drei innerhalb einer dicken GaN-Schicht abgeschiedenen SiN_x -Schichten mit zunehmender Bedeckung. Die Dichte der durch Koaleszenzprozesse verursachten dunklen Ausläufer aus den Schichten nimmt zu. Die Unebenheit der dritten Schicht zeigt, dass der Koaleszenzprozess nach der zweiten Schicht noch nicht abgeschlossen war. Der Abscheidungsprozess bedarf weiterer Optimierung, um ungewollte, hoch dotierte GaN:Si-Schichten auszuschließen, da diese durch erhöhte tensile Verspannung Rissbildung verursachen können.

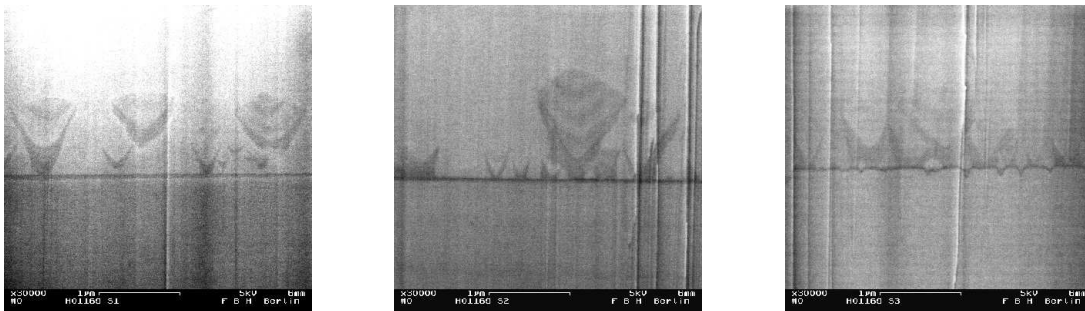


Abb. 14: REM-Aufnahmen von drei SiN_x -Schichten mit zunehmender SiN_x -Bedeckung innerhalb einer dicken GaN-Schicht (von links nach rechts: 1., 2. und 3. SiN_x -Schicht).

Die Reduktion der Versetzungsdichte auf $< 10^6 \text{ cm}^{-2}$ wurde im Projektzeitraum nicht erreicht. Es wurden jedoch die für die Erreichung dieses Zieles zur Verfügung stehenden Methoden untersucht und deren Ausführung demonstriert, d.h. die Reduktion der Versetzungsdichte im Template durch optimiertes Anwachsen auf dem Saphirsubstrat auf $2 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ und weitere Reduktion durch maskenloses ELOG oder FACELO in der MOVPE, den Einbau von porösen SiN_x -Schichten durch die Reaktion von Dichlorsilan und Ammoniak während des HVPE-Wachstums und die Abscheidung großer GaN-Dicken. Die niedrigste, im Projekt erzielte Versetzungsdichte von $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ wurde durch Abscheidung einer dicken GaN-Schicht auf einem FACELO-Template an der Universität Ulm erreicht.

Arbeitspaket 4 – Erzeugung freistehender GaN-Schichten

Es sollten Konzepte untersucht werden, mit denen eine Ablösung der GaN-Schicht vom Fremdsubstrat erreicht werden kann, da wegen der Rissbildungsphänomene vermutet wurde, dass nicht freistehende GaN-Schichten als Keimschichten für das Wachstum von GaN-Kristallen nur bedingt geeignet seien. Insbesondere sollte der Unterauftragnehmer Universität Ulm hier solche Konzepte näher untersuchen.

Durch die Ergebnisse von Arbeitspaket 2 und die bei FCM gemachten Erfahrungen wurde im Projektverlauf deutlich, dass die Rissbildung in Keimschichten erfolgreich unterdrückt werden kann, aber die extreme konvexe Verbiegung der Scheiben bei Raumtemperatur ein Problem für die Entwicklung der Oberflächenkonfektionierung und damit für den Gesamtfortschritt im Projekt darstellte. Die Erzeugung freistehender GaN-Schichten wurde deshalb am FBH und in Ulm mit Nachdruck verfolgt.

Konzepte zur Selbstablösung

Die durch den Unterauftragnehmer Universität Ulm untersuchten Konzepte zur Selbstablösung dicker GaN-Schichten beinhalteten die Verwendung einer fotolithografisch erzeugten, dielektrischen Maske analog zum ELO/FACELO-Prozess in der MOVPE, die Abscheidung einer in-situ abgeschiedenen porösen Tieftemperatur-GaN-Schicht und die Abscheidung von SiN_x-Zwischenschichten in der MOVPE (siehe Arbeitspaket 3). Die am FBH untersuchten Konzepte zur Selbstablösung beinhalteten das Wachstum auf dem thermisch nicht stabilen Substratmaterial LiAlO₂ und den Einsatz von ELOG in der HVPE mit fotolithografisch erzeugten Lochmasken aus geeignetem Maskenmaterial, wobei hier auf die Erzeugung ganzer 50,8 mm großer Scheiben besonderes Gewicht gelegt wurde. Alle Verfahrensansätze zielen auf die Definition einer Sollbruchebene ab.

Ergebnisse zur Selbstablösung durch fotolithografische Masken (UA Uni Ulm)

Mit einer dielektrischen Maske, wie sie beim ELOG- oder FACELO-Prozess benutzt wird, kann eine homogene Verteilung der Sollbruchstellen gewährleistet werden. Hierzu kann die Perforationseigenschaft über den Füllfaktor der Maske (Verhältnis zwischen Maskenfläche und Öffnungen) beeinflusst werden. Ab. 15 zeigt eine so gewonnene, 330 µm dicke, selbst abgelöste Probe. Es wurde eine Streifenmaske aus SiN mit einer Maskenbreite von 8 µm und Öffnungsbreite von 3 µm benutzt. Die sehr gute Materialqualität zeigte sich im Tieftemperatur-PL-Spektrum und der geringen Defektdichte von nur $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$. Die Selbstablösung gelang mit diesem Ansatz jedoch bisher nur lokal und nicht für einen kompletten 2"-Wafer.

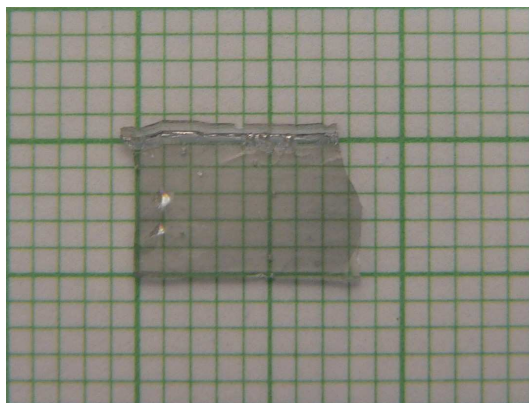


Abb. 15 Eine 330 µm dicke selbst abgelöste Probe (Untergrund: Millimeter-Raster).

Ergebnisse zur Selbstablösung durch Tieftemperatur-GaN-Schicht (UA Uni Ulm)

Die Tieftemperaturzweischicht wurde direkt auf ein GaN/ Saphir -Template abgeschieden. Bei einer Abscheidungstemperatur von 700°C konnte eine ausreichend perforierte Schicht erzeugt werden, wie sie in Abb. 16 zu sehen ist. In der rechten Aufnahme ist deutlich zu erkennen, dass die dick gewachsene HVPE-Schicht nur noch punktuell an kleinen Säulen mit dem darunter liegenden Template verbunden ist. In diesem Experiment konnte jedoch keine homogen abgeschiedene Zwischenschicht erreicht werden. Dies führte dazu, dass es zunächst nur auf Flächen unterhalb von 1 cm² zur Selbstablösung kam.

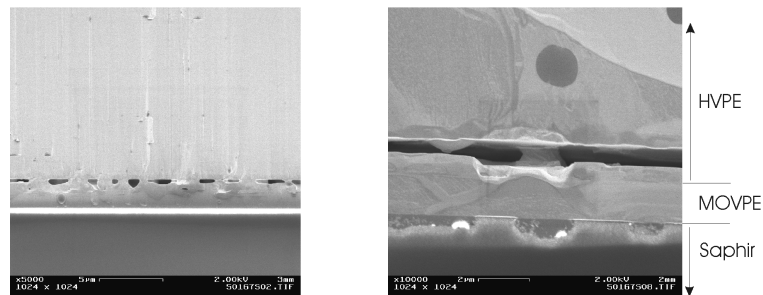


Abb. 16 Rasterelektronenmikroskopaufnahmen der Bruchkante einer Probe mit einer Tieftemperatur- Zwischenschicht (700°C). Die unterschiedliche Perforation in der Zwischenschicht zeigt die Inhomogenität dieser Schicht.

Ergebnisse zur Selbstablösung durch Wachstum auf LiAlO_2 -Substraten (FBH)

Bei der Verwendung von LiAlO_2 als Ausgangssubstrat wird die geringe thermo-chemische Stabilität des Ausgangssubstrates ausgenutzt, um die Verbindung zwischen GaN-Schicht und Ausgangssubstrat durch geeignete Prozessführung so zu schwächen, dass unter Einwirkung der extrinsischen Verspannung während des Abkühlens die Selbstabtrennung der GaN-Schicht erfolgt. Abb. 17 zeigt eine so gewonnene 50,8 mm freistehende GaN-Schicht.

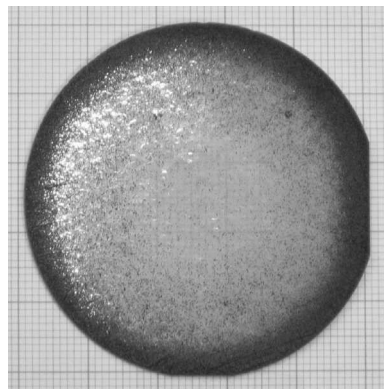


Abb. 17 Freistehender GaN-Wafer mit 50,8 mm Durchmesser und einer Dicke von 200 μm durch HVPE-Wachstum auf LiAlO_2 und Selbstablösung.

Auch hier wiesen die Tieftemperatur-PL-Spektren auf eine sehr gute Materialqualität hin. Die XRD-Rockingkurven und die Versetzungsdichtenbestimmung zeigten jedoch, dass die erreichte strukturelle Qualität noch nicht mit der konkurrieren kann, die für auf GaN/Saphir-Templates abgeschiedene GaN-Schichten erreicht wird. Typische FWHM der XRD-Rockingkurven an den 002 und 302 Reflexen liegen hier nur zwischen 500 und 1000 arcsec, d.h. um einen Faktor 5 bis 10 höher als bei vergleichbaren, durch Wachstum auf Templates erzeugten freistehenden GaN-Schichten. Typische Versetzungsdichten liegen im Bereich von 10^9 cm^{-2} . Die Schichten weisen weitere Nachteile auf, so die Störung der Oberflächenmorphologie durch ausgeprägte V-Pits mit einer besonders hohen Dichte am Scheibenrand und eine geringe Bruchfestigkeit durch ein einige μm tiefes Rissnetzwerk auf der Unterseite bedingt durch den Abbau intrinsischer tensiler Verspannung beim Wachstumsbeginn.

Die intrinsische tensile Verspannung führt zudem dazu, dass auch freistehende GaN-Schichten nicht plan sind, sondern konkav verbogen. Typische Verbiegungsradien liegen hier anisotrop um +0,5 m in $[1\bar{1}.0]$ und +1 m in $[11.0]$, was Verbiegungen (Bow) von 600 μm bzw. 300 μm über einen 2"-Wafer entspricht.

Ergebnisse zur Selbstablösung durch ELOG mit neuem Maskenmaterial (FBH)

Es wurden verschiedene Maskenmaterialien untersucht, wobei mit Lochmasken ausgesputtertem WSiN auf GaN/Saphir-Templates die Selbstablösung der in der HVPE gewachsenen GaN-Schichten gelang. Der Ablösezeitpunkt lässt sich durch in-situ Reflektometrie bestimmen und die Ablösung tritt für verschiedene Maskengeometrien bei verschiedenen GaN-Dicken während des Wachstums auf. Durch Wahl einer geringeren Schichtdicke lässt sich die Ablösung auch in den Abkühlvorgang verschieben, wobei es hier vermehrt zu Scheibenbruch durch lokale Inhomogenitäten während des Ablösevorganges kommt. Die Oberflächenqualität der freistehenden GaN-Scheiben wurde durch Prozessoptimierung bei der Maskenherstellung und im HVPE-Prozess verbessert. Dies betrifft insbesondere die Vermeidung großer V-Pits. Abb. 18 zeigt Fotos von solchen freistehenden GaN-Schichten.

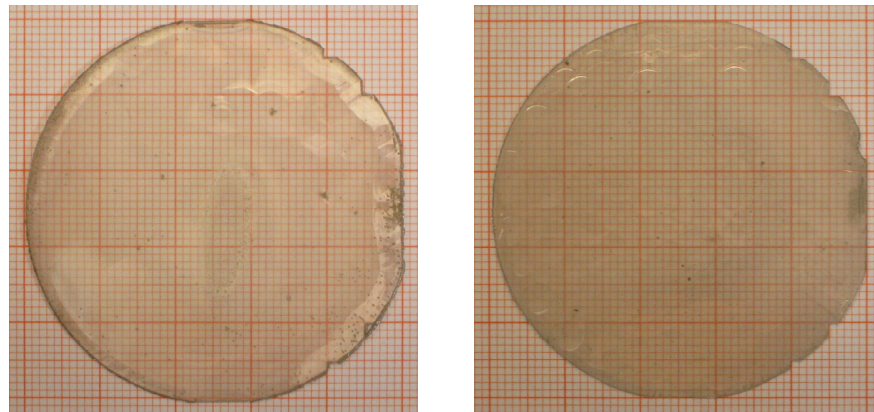


Abb. 18 Freistehende GaN-Schichten durch HVPE-ELOG mit WSiN-Masken am FBH hergestellt: links 485 µm dicke GaN-Schicht hergestellt unter Verwendung eines GaN/Saphir-Templates, rechts 190 µm dicke GaN-Schicht unter Verwendung eines GaN/SiC-Templates

Die sehr gute Materialqualität solcher GaN-Scheiben wird z.B. durch FWHM-Werte der XRD-Rockingkurven von 145 arcsec für den 002 Reflex und 105 arcsec für den 302 Reflex und Versetzungsdichten von $7 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ belegt. Erneut ist es die Scheibenverbiegung, die eine Herausforderung darstellt. Es wird eine schüsselförmige (konkave) Verbiegung beobachtet, wobei sich eine Abhängigkeit von der Ablösetemperatur feststellen lässt. Bei Ablösungen während des Wachstums ergaben sich Bow-Werte von 690 µm für Ablösung bei 1020°C ansteigend auf 1300 µm für Ablösung bei 1070°C. Bei Ablösungen während des Abkühlens unterhalb von 900°C ergaben sich Bow-Werte zwischen 400 µm und 450 µm ohne eine deutliche Temperaturabhängigkeit.

Lieferungen an FCM zur Oberflächenkonfektionierung und an Osram und IAF

Es wurden freistehende GaN-Scheiben gewonnen durch Wachstum auf LiAlO_2 an FCM geliefert. Der Partner FCM stellte fest, dass dieses Material aufgrund der geringen Bruchfestigkeit für die Entwicklung von Konfektionierungsprozessen ungeeignet ist. Die Ausbeute an freistehenden GaN-Scheiben aus dem HVPE-ELOG-Prozess war im Projektzeitraum trotz intensiver Bemühungen begrenzt. Es wurden solche freistehende GaN-Scheiben an FCM geliefert. Der Partner FCM stellte fest, dass dieses Material aufgrund der großen Verbiegung erneut nur für die Entwicklung lokaler Prozesse geeignet ist. Als Anforderung für den Bow zur Konfektionierung ganzer Scheiben wurde ein maximaler Bow von 20 µm festgelegt.

Arbeitspaket 5 – Unterstützung Aixtron bei Konzeption des Vertikalreaktors

Es sollte durch Aixtron in Abstimmung mit dem FBH ein Reaktorkonzept entwickelt werden, das die Abscheidung von GaN bis hin zu Volumenkristallen von 50,8 mm Durchmesser und 20 mm Länge erlaubt. Dieses Konzept sollte auch auf GaInN und AlGaIn erweiterbar und bis auf einen Kristalldurchmesser von 100 mm skalierbar sein. Das Konzept sollte durch Simulationen bei Aixtron verifiziert werden.

Die Grundkonzeption für einen für GaN tauglichen Vertikalreaktor wurde gemeinsam mit Aixtron erarbeitet. Daraus abgeleitet wurde Aufgabenpakete für die thermische und strömungstechnische Simulation und die Berechnung der lokalen Wachstumsrate auf dem Keimkristall sowie der parasitären Abscheidungen im Reaktor. Die Anforderung einer wirbelfreien Strömungsführung führte zu einer Vereinfachung des Reaktorinnenraumes gegenüber dem Ausgangskonzept (Abb. 19).

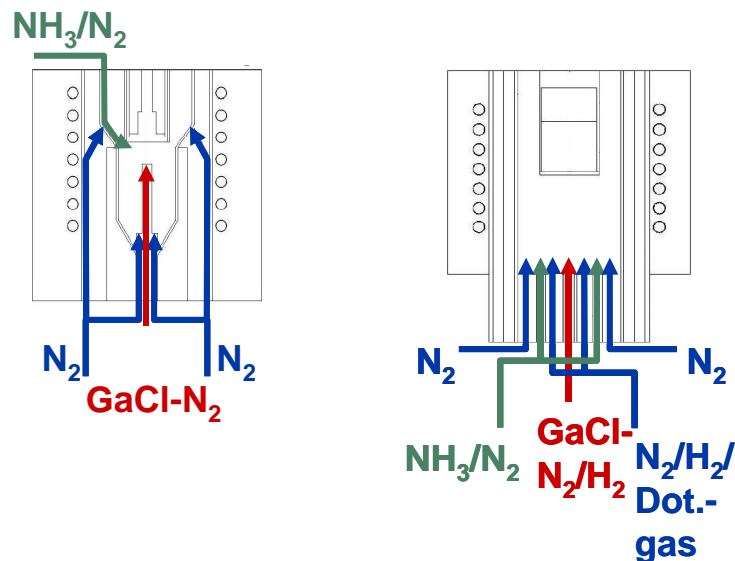


Abb. 19 Reaktorgeometrie: links: Ausgangskonzept, in dem Wirbel und damit verbundene störende parasitäre Abscheidung unvermeidlich sind, rechts: endgültiges Konzept, in dem wirbelfreie Strömungsverhältnisse und minimierte parasitäre Abscheidungen realisiert sind.

Die gemeinsame Auswertung der durch Aixtron erzeugten Simulationsergebnisse wurde intensiv durchgeführt, so dass im Ergebnis für die Konstruktion ein ausgereiftes und erfolgversprechendes Konzept entstand und Berechnungen optimaler Parametersätze für die Flüsse mit hohem Wasserstoffanteil im Trägergas an der Substratoberfläche vorlagen. Die geplanten Erweiterungsmöglichkeiten auf ternäre Materialie wurden aufgrund eines ohnehin schon immer enger werdenden Zeitrahmens zurückgestellt.

Arbeitspaket 6 – Installation und Einfahren des neuen Reaktors

Der Prototyp von Aixtron sollte gemeinsam am FBH installiert und eingefahren werden. Die Funktionstauglichkeit war anhand der Abscheidung von GaN-Schichten auf Saphir mit hoher Rate und ausreichender Homogenität zu erbringen.

Die vertikale HVPE-Anlage wurde durch die Firma Aixtron AG am 21.07.2005 an das FBH mit Nachweis der Vollständigkeit der Anlage, der mechanischen und elektrischen Funktionstüchtigkeit, der Leckdichtigkeit, mit einem Heiztest und der Erfassung offenkundiger Mängel übergeben. Danach wurde ein an die Anlage angepasster in-situ Sensor Epi-TT durch die Firma Laytec installiert, die Funktionstüchtigkeit demonstriert und erforderliche Anpassungsarbeiten definiert.

Ziel der nachfolgenden Inbetriebnahme der HVPE-Anlage durch das FBH in Zusammenarbeit mit Aixtron war, einen Anlagenzustand zu erreichen, der zuverlässige Parameteruntersuchungen zum Wachstum von GaN-Schichten erlaubt.

Dazu mussten zunächst eine Reihe von konstruktiv-technischen Unvollkommenheiten in ihrer Ursache identifiziert und beseitigt werden. Notwendige Änderungen wurden teils eigenständig durch das FBH in Abstimmung mit Aixtron und teils durch Aixtron vorgenommen oder beauftragt. Erste belastbare Versuche zeigten eine unerwartete Diskrepanz zwischen Simulationsergebnissen und experimentellen Ergebnissen. So wurde für das GaN-Wachstum ohne Wasserstoff im Trägergas eine homogene Rate von $450 \mu\text{m/h}$ berechnet, experimentell aber nur eine Rate von $55 \mu\text{m/h}$ mit deutlich schlechterer Homogenität festgestellt. Für das Wachstum von GaN mit Wasserstoff im Trägergas war bei guter Homogenität eine Rate von $280 \mu\text{m/h}$ durch die Simulation von Aixtron prognostiziert. Experimentell wurde für diesen Parametersatz jedoch eine Wachstumsrate von $0 \mu\text{m/h}$ festgestellt, wobei im inneren Gebiet mit einem Durchmesser von 28 mm ein Abtrag mit einer Rate von $-2,5 \mu\text{m/h}$ festgestellt wurde. Diese Befunde führten zu einer Änderung des Gasmischsystems auf der Grundlage weiterer Simulationen durch Aixtron.

Mit systematischer Prozessentwicklung konnte ab Dezember 2005 begonnen werden, wobei die dabei gewonnenen Erfahrungen ständig zeitnah in die weitere konstruktive Optimierung der Anlage einfließen.

Arbeitspaket 7 – Prozessentwicklung auf Vertikalreaktor

Es sollten Wachstumsprozesse für n-leitende GaN-Schichten entwickelt, die Materialeigenschaften und Homogenität optimiert und schrittweise höhere Schichtdicken angestrebt werden. Je nach Fortschritt sollten GaN-Kristalle an FCM geliefert, dort konfektioniert und durch Bauelementprozesse bei Osram OS und am IAF qualifiziert werden. Hierfür waren vier Quartale geplant.

Einschließlich der kostenneutralen Verlängerung standen für diesen Arbeitspunkt nur zwei Quartale zur Verfügung. Diese waren der Entwicklung von Wachstumsprozessen gewidmet, wobei noch ausstehende konstruktive Verbesserungen, Nachbesserungen, Reparaturen und technische Änderungen aufgrund neuer Erkenntnisse parallel umgesetzt wurden. Dies führte zu einer reduzierten Anlagenverfügbarkeit.

Vergleich Simulation und Experiment

Es wurde zunächst experimentell einige Ergebnisse der Simulationen durch Aixtron geprüft. So war für Atmosphärendruck für einen ausgewählten Flussparametersatz ohne Wasserstoff im Trägergas eine sehr homogene Wachstumsrate von $210 \mu\text{m/h}$ berechnet worden. Zusätzlich ergab die Simulation, dass dieses Ergebnis unabhängig vom Totaldruck im Bereich von 500 hPa bis 1000 hPa sein sollte, was gleichbedeutend damit ist, dass bei unterschiedlicher Absolutgeschwindigkeiten der Strömungsverlauf im Reaktor druckunabhängig ist. In Abb. 20 sind die experimentell gewonnenen Wachstumsratenprofile der entsprechenden Versuche mit einem Totaldruck von 950 hPa und 200 hPa dargestellt. Die mittlere Wachstumsrate stieg von $72 \mu\text{m/h}$ für 950 hPa auf $150 \mu\text{m/h}$ für 200 hPa an, während sich gleichzeitig die Uniformität über den Wafer von 20% für 950 hPa mit einem deutlichen Minimum im Zentrum auf 4% für 200 hPa verbessert.

Eine Verbesserung der Oberflächenmorphologie konnte durch Mischung des Separationsflusses mit Wasserstoff erreicht werden. In Abb. 21 ist die Morphologie der Oberfläche $6 \mu\text{m}$ dicker GaN-Schichten für verschiedene Anteile Wasserstoff im Separationsfluss dargestellt. Für $50\% \text{ H}_2$ ist die Oberfläche durch regelmäßige, abgerundete und flache Hügel geprägt, während ohne H_2 zusätzlich große hexagonale Pyramiden auftauchen und mit reinem H_2 im Separationsfluss die Oberfläche durch Ätzgruben (V-pits) gestört ist.

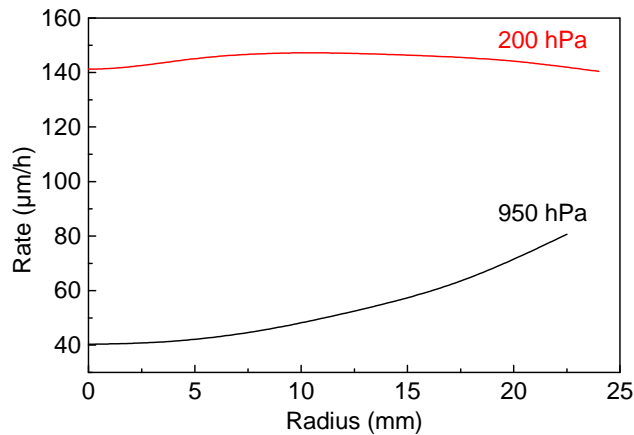


Abb. 20 Wachstumsratenprofile in Abhängigkeit vom Reaktordruck (alle anderen Parameter sind gleich).

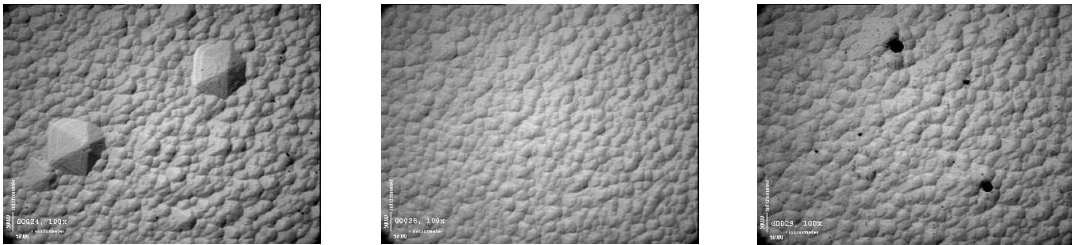


Abb. 21 Lichtmikroskopische Aufnahmen der Oberflächen ca. 6 µm dicker GaN-Schichten für 0%, 50 % und 100% H₂ im Separationsfluss (von links nach rechts).

Weiterhin hatten die Simulationen ergeben, dass sich die Wachstumsrate bei Erhöhung des HCl-Flusses über einen großen Bereich (50 sccm – 300 sccm) bis zu Raten über 600 µm/h nahezu linear erhöht. Experimentell konnte dieser Zusammenhang nicht bestätigt werden und oberhalb von 200 sccm wurde eine Sättigung der Wachstumsrate beobachtet. Die Zumischung von Wasserstoff in den Separationsfluss dagegen führte dazu, dass auch bei größeren Totaldrücken zu den 200 hPa Ergebnissen vergleichbare, etwas höhere Wachstumsraten erzielt wurden. In Abb. 22 ist die Abhängigkeit der Wachstumsrate und der Ratenhomogenität vom Totaldruck für einen HCl-Fluss von 200 sccm gezeigt.

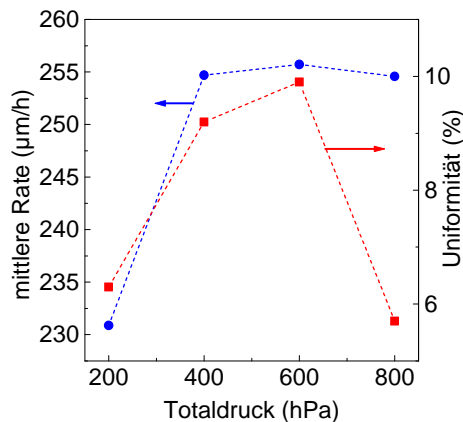


Abb. 22 Abhängigkeit der Wachstumsrate und Ratenhomogenität vom Totaldruck bei 50% Wasserstoff im Separationsfluss und einem HCl-Fluss über die Ga-Quelle von 200 sccm.

Die Beobachtungen führten zu der Schlussfolgerung, dass die der Reaktorkonstruktion zugrunde liegenden Simulationen von Aixtron die experimentellen Verhältnisse höchstens tendenziell beschreiben und die Erreichung der Ziele davon losgelöst auf experimentellem Weg erfolgen musste.

Tatsächlich wurde auch festgestellt, dass die den Simulationen zugrunde gelegte Rotationssymmetrie im Reaktor nicht gegeben ist. Das wurde bei Versuchen mit nicht rotierendem Suszeptor erkannt (Abb. 23 links). Das Schichtdickenmaximum (rot) liegt links unten außerhalb des Substrates. Durch Einschalten der Rotation in einem Wiederholungsversuch ergab sich eine schüsselförmige Ratenverteilung mit dem Minimum der Schichtdicke in der Mitte (Abb. 23 Mitte).

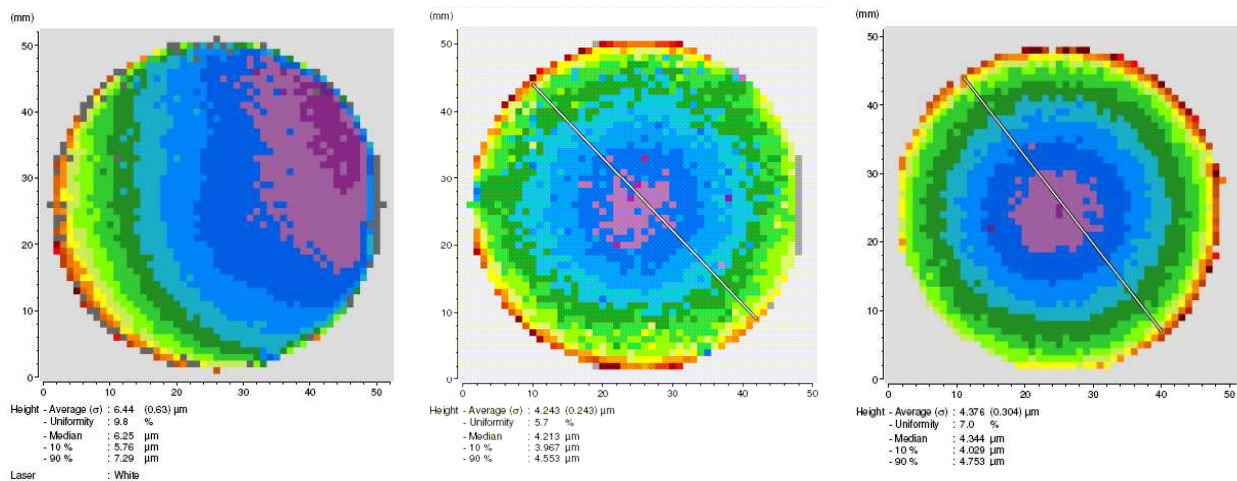


Abb. 23 Schichtdickenmaps eines Versuchs mit stehendem Suszeptor (links), des gleichen Versuchs mit rotierendem Suszeptor (Mitte) und durch simulierter Rotation durch Mittelung von vier um jeweils 90° gedrehter Messungen des ersten Versuches (rechts).

Durch Mittelung von vier Schichtdickenmaps der bei ruhendem Suszeptor gewonnen GaN-Schicht (jeweils um 90° gedreht) ergab sich die Schichtdickenverteilung in Abb. 23 rechts. Die Übereinstimmung zwischen den Schichtdickenverteilungen in Abb. 23 Mitte und Abb. 23 rechts zeigt überzeugend, dass die Rotationssymmetrie der Ratenverteilung nur durch die Rotation des Substrates bewirkt wird und dass die höchste Wachstumsrate außerhalb des Substrates liegt, d.h. die Rotationssymmetrie im Reaktor per se nicht gegeben ist. Weitere Untersuchungen haben zum Ende der Projektlaufzeit gezeigt, dass es für die Abweichung von der Rotationssymmetrie mindestens zwei Ursachen gibt. Diese sind eine unsymmetrische, einfache Absaugung im Exhaust und die mangelnde Zentrität der Gaseinlässe gegenüber dem Substrat. Bereits geringe Abweichungen von einer zentrischen Anordnung haben unerwartet große Auswirkungen auf die Ratenverteilung.

Die weiteren Untersuchungen konzentrierten sich darauf, von der horizontalen Anlage bekannte Versuchsbedingungen für das Wachstum von dicken, rissfreien GaN-Schichten auf die vertikale Anlage zu adaptieren, die Eigenschaften der Anlage besser kennen zu lernen und zu größeren GaN-Schichtdicken zu kommen.

In Abb. 24 sind Ergebnisse von ersten Versuchen von GaN-Schichten großer Dicke auf einem MOVPE gewachsenen GaN/Saphir-Template (Abb. 24 links, Dicke: 850 μm) und auf einem mit einer WSiN-Lochmaske maskierten Template (Abb. 24 Mitte, Dicke: 450 μm) gezeigt. Die Oberflächen sind durch viele, dicht liegende Krater gestört. Beide Schichten blieben als 50,8 mm Scheiben ohne Ablösung erhalten. Für die Abscheidung auf dem mit WSiN maskierten Template bedeutet das, dass das Maskenmaterial während der im Vergleich zu horizontalen Anlage viel längeren Hochheizphase unter Ammoniakstabilisierung angegriffen und verändert wird. Im Rahmen der Möglichkeiten wurde die Hochheizphase optimiert. Eine weitere Beschleunigung durch Verbesserung

der Heizung ist jedoch nötig. Diese konnte in der Projektlaufzeit jedoch nicht umgesetzt werden. Bei Wachstum der in Abb. 24 links dargestellten 850 µm dicken Schicht ergab sich ein seitlicher Bewuchs am Suszeptor von bis zu 0,4 mm, bei dem zweiten Versuch sogar bis zu 0,5 mm. Dieser starke seitliche Bewuchs machte eine Vergrößerung des Abstands zwischen Suszeptor und umgebendem Abgaskollektor nötig.

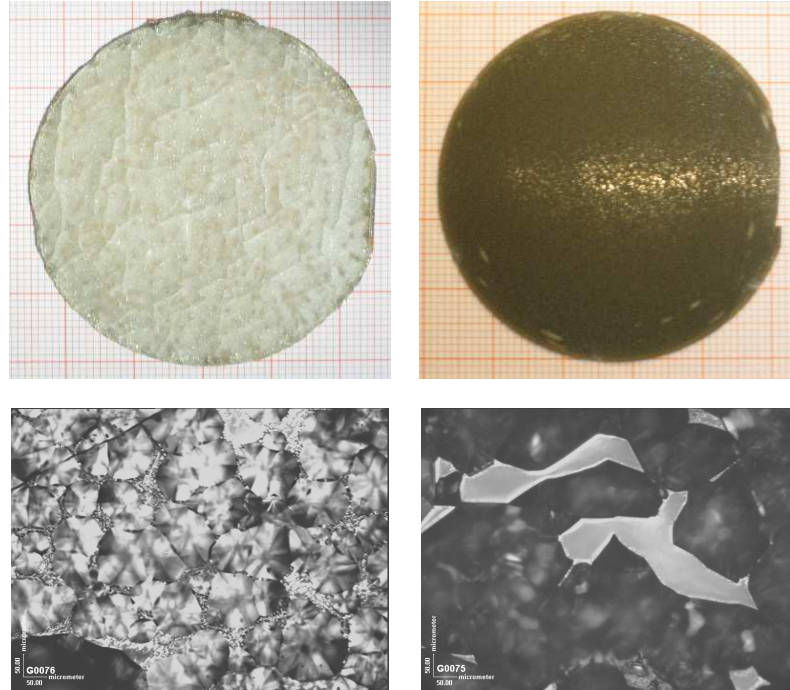


Abb. 25 Fotos und darunter lichtmikroskopische Aufnahmen von Wachstumsversuchen auf MOVPE-Template (links) und auf mit WSiN maskiertem MOVPE-Template (rechts).

Um zu rissfreiem Wachstum zu kommen, wurden Untersuchungen zur Wachstumstemperatur, zur Rate und vor allem zur Gasmischung durchgeführt. Hierbei wurde versucht, eine geeignete Wasserstoff-Stickstoffmischung durch die Zugabe von Wasserstoff in den Separationsfluss zu erreichen. Dabei gelang es auch die Wachstumsrate weiter zu erhöhen. In Tab. 2 sind die Bedingungen gegeben, unter denen die besten, nachfolgend dargestellten Resultate gewonnen wurden.

Tab. 2 Versuchsbedingungen (Flüsse in sccm).

P (hPa)	T (°C)	IRL		Separation Line		ORL		Wall Purge
		N ₂	HCl	N ₂	H ₂	N ₂	NH ₃	N ₂
800	1050	20	200	2500	7500	125	3500	15000

Abb. 26 zeigt die Ratenverteilung, die an einer mit den Versuchsbedingungen aus Tab. 2 gewachsenen, 10 µm dicken GaN-Schicht gemessen wurde. Die mittlere Rate beträgt 400 µm/h bei einer Uniformität von 10%. In Abb. 27 (links) ist die Schicht und darunter sind lichtmikroskopische Aufnahmen von der Oberfläche in der Scheibenmitte und am Scheibenrand abgebildet. In der Wafermitte gibt es eine große Zahl von kleinen V-Pits,

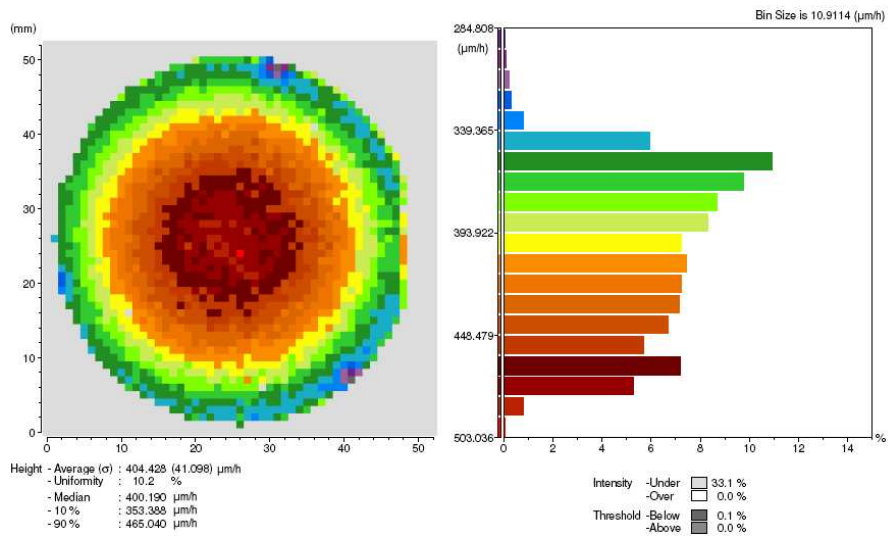


Abb. 26 Ratenverteilung beim GaN-Wachstum mit den Parametern aus Tab.2.

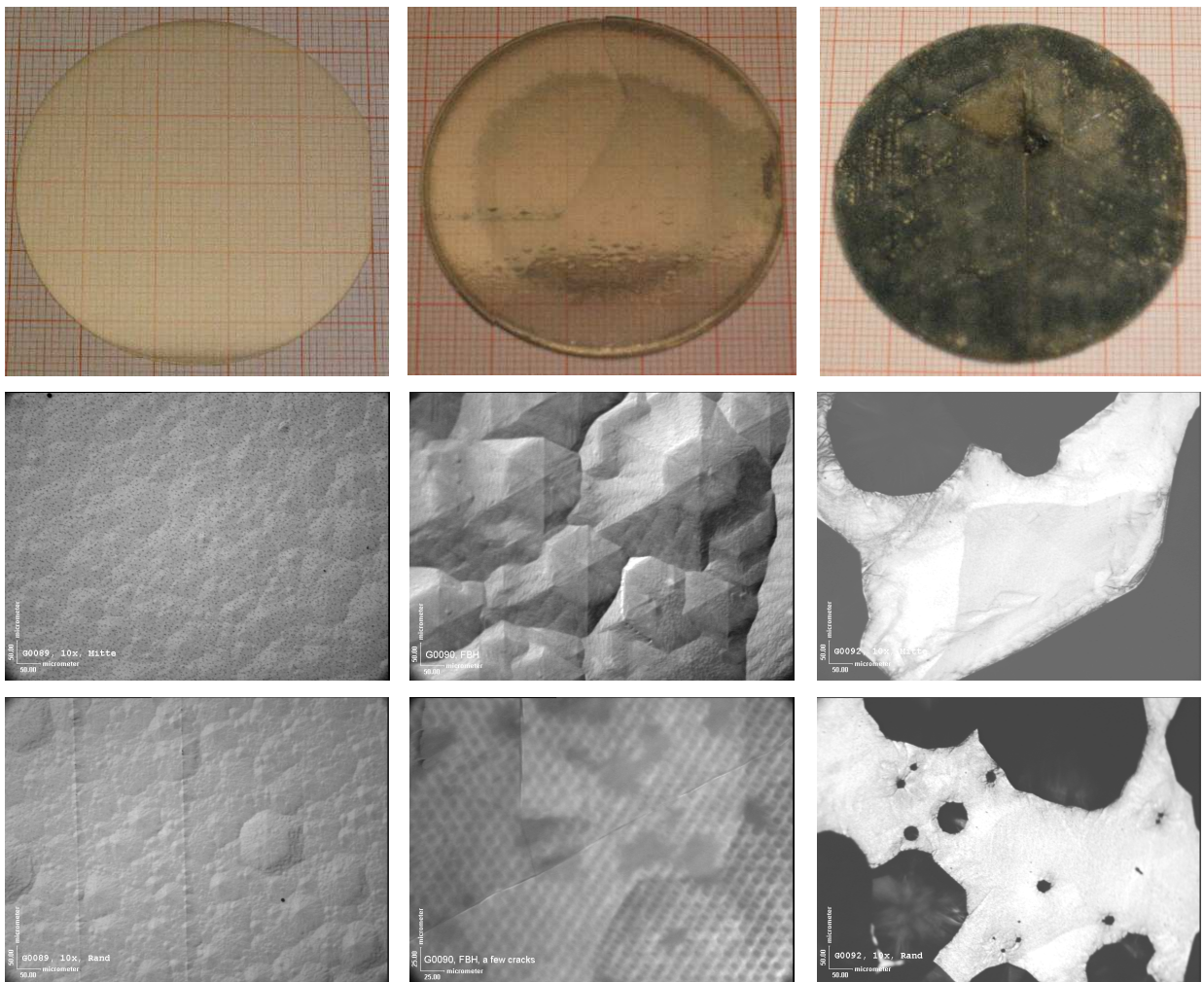


Abb. 27 Fotografien und darunter lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Mitte und dem Randbereich von unter gleichen Bedingungen gewachsenen GaN-Schichten. 10 μm auf MOVPE-Template (links), 38,5 μm auf HVPE-Template (Mitte) und 1,4 mm auf HVPE-Template (rechts)

deren Entstehung auf ungünstige Stabilisierungsbedingungen beim Hochheizen zurückzuführen ist. Ihre Dichte nimmt zum Scheibenrand ab. In der Scheibenmitte ist die Zahl der Risse gering, während ihre Anzahl zum Rand hin zunimmt. Risse bei einer 10 μm dicken GaN-Schicht wurden erwartet. Die unterschiedliche Verteilung könnte jedoch ein Hinweis darauf sein, dass die Gaszusammensetzung beim Wachstum über die Scheibe inhomogen ist. Unter gleichen Bedingungen wurde die Schichtdicke auf 38,5 μm gesteigert, wobei hier ein HVPE-Template mit einer überwachsenen SiN-Lochmaske verwendet wurde (Abb. 27 Mitte). Im Lichtmikroskop wurden die von dem vorigen Versuch bekannten V-pits hier nicht gefunden. Die Oberflächenmorphologie entspricht der vergleichbarer GaN-Schichten aus der horizontalen HVPE. In der Wafermitte wurden keine Risse in der Schicht oder an der Oberfläche gefunden. Im Randbereich der Schicht finden sich jedoch einige sehr feine Risse (Abb. 27 Mitte, unten). Das ist ein Hinweis auf eine Inhomogenität der Wachstumsbedingungen, vermutlich der Zusammensetzung des Trärgases. Die Schichtdicke wurde weiter auf 1,4 mm gesteigert (Abb. 27 rechts), wobei erneut ein HVPE-Template mit einer überwachsenen SiN-Lochmaske verwendet wurde. Die GaN-Schicht ist während des Wachstums in größere Stücke gerissen und zeigt eine zumeist durch dichte Krater zerstörte Oberfläche (Abb. 27 rechts, Mitte und unten). Die Vermeidung solcher bei großen Dicken entstehenden Krater durch verbesserte Wachstumsbedingungen stellt damit eine der wichtigsten Herausforderungen dar. Insgesamt stellen die Flussparameter in Tab. 2 also nur Bedingungen für nahezu rissfreies Wachstum dar. Die Einstellung geeigneter homogener Gasmischungen ist damit eine weitere wichtige Aufgabe. Positiv ist, dass auch beim Wachstum von 1,4 mm GaN nennenswerte parasitäre Abscheidungen nur an der Reaktoraussonnenwand oberhalb der Substratebene und an den Seitenflächen des Substrathalter beobachtet wurden.

Die Umsatzeffizienz der Quelle wurde durch Auswiegen vor und nach dem Wachstum dicker Schichten bestimmt, wobei sich ein Wert von 92% ergab. Aus den dabei abgeschiedenen Schichtdicken ließ sich ermitteln, dass die Quelle maximal die Abscheidung einer 5 mm dicken GaN-Schicht erlaubt. Das Quellenvolumen ist für die Erreichung der ursprünglichen Zielsetzung von 20 mm zu vergrößern.