РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 123 страницы, 34 рисунка и 2 таблицы, 33 источника, 1 приложение.

Ключевые слова: светодиодные гетероструктуры, InGaN/GaN-квантовые ямы, диагностика, сильноточный электронный пучок, разрушение.

Объектом исследования являются светодиодные гетероструктуры на основе InGaN/GaN-квантовых ям.

Цель работы – изучение морфологии и механизмов электронно-пучкового разрушения тонкопленочных светодиодных наногетероструктурна основе In-GaN/GaN-квантовых ям, выращенных на сапфировых подложках.

Методы исследований – импульсная спектрометрия иоптическая микроскопия.

Полученные результаты. Изучена морфология разрушений гетероструктур различной предыстории. Показано, что разрушения формируются в образцах при многоимпульсном облучении электронным пучком пороговой плотности при $H \ge 0,2$ Дж/см².Результаты исследований свидетельствуют о том, что главной причиной разрушения слоевгетероструктуры является электрический пробой, развивающийся в электрическом поле инжектированного в образец отрицательного объемного заряда электронного пучка. Электрический пробой является структурно- чувствительным, локализуется в областях расположения электрических микронеоднородностей технологического происхождения.

Прогнозные предложения о развитии объекта исследования.

«Дефектная» морфология микроразрушений, образующихся в гетероструктурахInGaN/GaNпри многоимпульсном облучении образцов электронным пучком, может быть использована для диагностики электрических микронеоднородностей, технологического происхождения, являющихся главной причиной деградации «синих» светоизлучающих диодов в процессе их экс-

плуатации.

REVIEW

Graduate workconsists of an introduction, four chapters and concludion with a total of 123 pages including 34 figures, 2 tables. The list of references includes 33 references.

Keywords: LED heterostructures, InGaN/GaN-quantum holes, diagnostics, highcurrent electron stream, destruction.

Object of research are LED heterostructures on the basis of InGaN/GaN-quantum holes.

The work purpose – studying of morphology and mechanisms of electronic and fascicular destruction of thin-film LED nanoheterostructures on the basis of the In-GaN/GaN-quantum holes which are grown up on sapphire substrates.

Methods of researches – a pulse spectrometry and an optical microscopy.

The received results. The morphology of destructions of heterostructures of various background is studied. It is shown that destructions are formed in exemplars at multipulse radiation by an electron stream of threshold density at $N \ge 0.2$ J/cm2. Results of researches demonstrate that the electrical breakdown developing in an electric field of the negative volume charge of an electron stream injected in an exemplar is the main cause of destruction of layers of heterostructure. The electrical breakdown is structural sensing, is localized in areas of an arrangement of electric microinhomogeneities of a technological origin.

Expected offers on development of object of research.

The "defect" morphology of the microdestructions which are formed in heterostructures of InGaN/GaN at multipulse radiation of exemplars an electron stream can be used for diagnostics of the electric microinhomogeneities, a technological origin which are the main reason of degradation of "blue" light-emitting diodes in the course of their operation

Введение

Актуальность.

Сильноточные электронные пучки (СЭП) наносекундной длительности широко используются в импульсной спектрометрии для диагностики природных и искусственных кристаллов. В последние годы была показана возможность и преимущества применения СЭП для люминесцентной диагностики тонкопленочных светодиодных наногетероструктур на основе InGaN/GaNквантовых ям, выращенных на сапфировой подложке. В процессе исследований было обнаружено, что при достижении пороговой плотности энергии СЭП(H \approx 0,2 Дж/см²) наблюдается разрушение гетероструктур, что ограничивает возможность применения СЭП для люминесцентного контроля полупроводниковых пластин. Известно, что основными механизмами разрушения диэлектрических и полупроводниковых макрокристаллов, размеры которых сравнимы с глубиной пробега электронного пучка, являются – электрический пробой и термоудар. Оба механизма связаны со спецификой воздействия СЭП на материалы: высокой скоростью ввода заряда $(10^{10} - 10^{11} \text{ Кл} \cdot \text{м}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})$ и энергии $(10^{11} - 10^{11} \text{ Kn} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})$ и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и энергии (10¹¹ - 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и (10¹¹ + 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и (10¹¹ + 10¹¹ Kn \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{c}^{-1})и (10¹¹ + 10¹¹ Kn \cdot \text{c}^{-1} \cdot \text{ 10¹³ Гр·с⁻¹). Экспериментально разделить эти механизмы можно по характерной морфологии разрушений.

Цель работы – изучить морфологию электронно-пучкового разрушения светодиодных наногетероструктур на основе InGaN/GaN-квантовых ям и эпитаксиальных слоев GaN, выращенных на сапфировых подложках и определить механизм их разрушения.

Задачи исследований.

- Разработка методики регистрации пространственного распределения микрозон разрушения и свечения, индуциированных электронным пуч-ком в наногетеростуктурах InGaN/GaN.
- Исследование пространственного распределениямикрозон разрушения и свечения в гетеростуктурах InGaN/GaNразличной предыстории и эпитаксиальных слоях GaN.

• Определение порога и механизма электронно-пучкового разрушения наногетероструктур с InGaN/GaN – квантовыми ямами.

Научная новизна.

Основным механизмом электронно-пучкового разрушения наногетероструктур InGaN/GaN, выращенных на сапфировых подложках, является электрический пробой, развивающийся в электрическом поле инжектированного в образец отрицательного объемного заряда.

Практическая значимость.

Экспериментальные результаты, полученные в работе, могут быть полезны для разработки экспрессногометода контроля электрических микронеоднородностей, образующихся в гетероструктурах InGaN/GaN при выращивании.

Защищаемые положения.

Пространственное распределение микроразрушений, образующихся в гетероструктурахInGaN/GaN при облучении электронным пучком, определяется расположения электрических микронеоднородностей технологического происхождения.

Апробация работы.

Материалы работы докладывались и обсуждались на IX Международных конференциях молодых ученых и специалистов "Оптика 2015" и IV Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» ВТСНТ-2015.

1. В.И. Олешко, Б.К. Садуова, Ли Фэй, Ли Цзысюань. Влияние дислокаций на люминесценцию эпитаксиальных слоев GaN/IV // Международная научнотехническая конференция молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» ВТСНТ-2015

2. *Садуова Б.К., Ли Фэй*.Влияние дислокаций на люминесценцию эпитаксиальных слоев GaN//<u>Сборник трудов IX Международной конференции молодых</u> ученых и специалистов «Оптика-2015», серия <u>ISBN 978-5-7577-0509-5 ББК</u> <u>22.34. Оптика</u>, место издания СПб: Университет ИТМО, том 79

1.Обзор литературы

1.1Технология выращивания гетероструктур AlGaN/InGaN/GaN на основе газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений на подложках сапфира.

В процессе многочисленных исследований было установлено, что стабильность параметров и надежность светоизлучающих диодов (СИД) закладывается на производстве. Основное влияние на квантовый выход и скорость деградации оказывают – технология выращивания излучающих кристаллов и технологические особенности их монтажа в светодиод (механические напряжения, действие химически активных сред и др.

Основным методом выращивания светодиодных гетероструктур является метод осаждения металлоорганических соединений из газовой фазы (MOCVD)[1-3]. Суть данного метода заключается в том что,осуществляется рост материалов путем осаждения на подложку продуктов пиролиза молекул органических газов, содержащих необходимые химические элементы. Для MOCVD не нужен вакуум, так как рост происходит при наличии газов умеренного давления. Так как эти вещества имеют высокое давление паров, их можно легко доставить в зону химической реакции. В качестве газа носителя обычно используют водород или инертные газы. Суть метода MOCVD проиллюстрирована на рисунке 1.1, где схематически изображен реактор, в котором происходит эпитаксиальный рост структуры.



Рис. 1.1 – Схема горизонтального реактора открытого типа для MOCVD: 1 – кварцевый корпус, 2 – катушка высокочастотного генератора для нагревания подложки, 3 – блок нагревания, 4 – подложки, 5,6 – водяное охлаждение (впуск/выпуск).

Температура пиролиза составляет 600-800°С, а подложка и растущая пленка нагреваются высокочастотным генератором с частотой 450кГц. При помощи изменения давления газовой смеси можно управлять градиентом изменения состава основных компонентов и примесей в гетероструктуре.

Методом осаждения металлоорганических соединений из газовой фазы можно выращивать структуры достаточно высокого качества с толщиной отдельных слоев 5-6 межатомных расстояний. Достоинством технологии МОГФЭ является возможность получать структуры большой площади с высокой скоростью роста, удовлетворяющие требованиям массового промышленного производства. Современные МОГФЭ установки оснащаются горизонтальными «планетарными реакторами», позволяющими работать одновременно с большим числом подложек, вращающимися в процессе роста гетероструктур. Это приводит к высокой однородности слоев по отношению к составу основных компонентов и легированию [4].

1.2 Методы контроля гетероструктур

На пути получения высококачественных гетероструктур существуют объективные трудности. Во время эпитаксии из металлоограничеких соединений материалов III-N, в реакторе происходят сложные физико-химические процессы. Протекающие в газовой фазе паразитные химические реакции могут приводить к существенному изменению условий роста и физико-химических свойств растущего слоя. Получение структур с заданными свойствами до сих пор является технологической проблемой. Поэтому техника МОГФЭ требует тщательного контроля ростового процесса и оценки влияния примесных и структурных дефектов, возникающих в эпитаксиальных слоях, на их структурные, электрические и оптические свойства. Несмотря на успехи нитридной технологии последних лет, некоторые свойства эпитаксиальных гетероструктур InGaN/GaN остаются еще недостаточно изученными и требуют всестороннего исследования различными методами [2,3,5,6].

1.2.1 Дифрактометрия

Карбид кремния и сапфир обладают наиболее близкими к нитриду галлия значениями параметров кристаллической решетки (при с-плоскости роста) и коэффициентов теплового расширения.Из-за разницы параметров решетки и температурных коэффициентов расширения непосредственное осаждение нитрида галлия на сапфире приводит к образованию сильнодефектных эпитаксиальных слоев. Возникающие в процессе роста напряжения в слоях нитрида галлия релаксируют с образованием дислокаций несоответствия (с поверхностной плотностью порядка $10^8 - 10^9 \text{ см}^{-2}$), которые проникают через весь слой нитрида галлия. Выращивание на подложке низкотемпературного (при ~ 600 °C) буферного слоя толщиной 20 - 30 нм перед ростом основного монокристаллического слоя нитрида галлия значительно улучшает кристаллическое совершенство получаемых таким способом слоев, при этом плотность дислокаций удается снизить до $10^7 - 10^8 \text{ см}^{-2}$.

Плотность дислокаций зависит от многих параметров технологии зародышеобразования и последующего наращивания нитрида галлия на сапфировой подложке. Производители эпитаксиальных структур постоянно совершенствуют технологию роста для уменьшения плотности дислокаций, являющихся одним из основных факторов, определяющих эффективность излучения светодиодов.

Для оценки степени кристаллического совершенства эпитаксиальных слоев авторами [7] был использован метод рентгеновской дифрактрометрии в двухкристальной геометрии на отражение, позволяющий измерять параметры кривых качания. Как было показано в работе [8], наличие дислокаций в слоях не сдвигает кривую качания, а уширяет ее за счет диффузного рассеяния отраженных рентгеновских лучей. Простая модель уширения кривой качания была предложена в работе [9]. Согласно этой модели, зависимость плотности дислокаций р от уширения кривой качания может быть описана выражением

$$\rho = \frac{\beta^2}{9b^2};\tag{1}$$

где β - ширина рентгеновской кривой качения на половине высоты пика (ПШПВ), рад.; b - вектор Бюргера, см.

Диффузное рассеяние рентгеновского излучения возникает из-за того, что дислокации – это дефекты, вызывающие локальные повороты решетки во всех направлениях. Это приводит к рассеянию от областей вблизи ядер дислокаций, которое не распространяется в том же направлении, что и дифракция от объема кристалла. Вклад рассеяния – чисто кинематический (он изменяет интенсивность, а не амплитуду). В результате формируется широкий низкий пик, центр которого должен совпадать с пиком Брэгга для слоя с дислокациями, поскольку все локальные развороты симметричны относительно ненарушенной решетки.

Эффективность излучения светодиодных структур определяется как:

$$\dot{\eta} = \left(\frac{P_{II}}{P_{a}}\right) \cdot 100\%, \qquad (2)$$

где Р_и – мощность излучения, Вт; Р_э – электрическая мощность, Вт. Величина ή может быть представлена в виде:

$$\dot{\eta} = k \dot{\eta}_{exymp} \left(\frac{hv}{eU}\right) \cdot 100\%, (3)$$

где $\eta_{внутр}$ – внутренний квантовый выход излучения в структуре, отн. ед.; *hv*– энергия квантов, эВ: *e* – заряд электрона; U – прямое напряжение, B;*k* – коэффициент вывода излучения из светодиода наружу, отн.ед.

Значение U и k определяются конструкцией светоизлучающей структуры и экспериментальными условиями измерений, $\dot{\eta}_{exymp}$ - отношением скорости излучательной рекомбинации электронов и дырок к сумме скоростей излучательной и безызлучательной рекомбинации во всех квантовых ямах активной области гетероструктуры. Если считать, что безызлучательная рекомбинация описывается классической моделью Шокли – Холла – Рида (ШХР), то выражение для внутреннего квантового выхода можно представить в виде

$$\dot{\eta}_{\text{BHyTP}} = \left[1 + \frac{1}{B_u \tau_{\text{IIIXP}}(p+n)}\right]^{-1} (4)$$

где *p* и *n*– концентрация электронов и дырок в квантовых ямах соответственно; B_u – коэффициент захвата при излучательной рекомбинации электронов и дырок, см³ · с⁻¹. Как правило, значение $\tau_{\rm ШХР}$ зависит от присутствия нескольких каналов безызлучательной рекомбинации, действующих одновременно: атомов неконтролируемых примесей (например, кислорода), точечных дефектов, дислокаций. Если выделить рекомбинацию с участием дислокаций, а действие остальных каналов рекомбинации описать временем жизни τ_0 , то можно использовать выражение, предложенное в работе [3]:

$$\tau_{\rm IIIXP} = \frac{\tau_0}{1 + \tau_0 \rho D_{\Im \phi \phi}}, (5)$$

где ρ – плотность дислокаций, см⁻²; $D_{3\phi\phi}$ – эффективная скорость диффузии носителей заряда, см² с⁻¹.

Зная величину параметров τ_0 , $D_{3\phi\phi}$, ρ можно последовательно вычислить $\tau_{\text{ШХР}}$, $\eta_{\text{внутр}}$ и, наконец, η и его зависимость от плотности дислокаций, определенной из измерений величины ПШПВ по формуле (1).

1.2.2 Люминесценция InGaN/GaN-квантовых ям.

1.2.2.1 Фотолюминесценция

Фотолюминесценция (ФЛ) является одним из основных методов экспресс - диагностики гетероструктур, предназначенных для создания оптоэлектронных приборов. Исследование время-разрешенной ФЛ в КЯ InGaN/GaN вызывает повышенный интерес, т.к. предполагает получение информации о процессах возбуждения и излучательной релаксации центров свечения, их природе и свойствах, без знания которых невозможно направленно оптимизировать технологию роста светоизлучающих структур.

Авторы работы [10] приводят результаты исследований времяразрешенной фотолюминесценции в структурах с многочисленными квантовыми ямами InGaN/GaN, как легированных кремнием, так и не легированных. Исследовались два типа структур: легированные кремнием до уровня $\approx 10^{18}$ см⁻ ³ и не легированные специально. При слабой накачке (0.6 Bt/cm²) спектр излучения КЯ, измеренный в максимуме лазерного импульса (рис. 1.2, а), представляет собой полосу с максимумом при 2.784 эВ и полушириной ≈83 мэВ. Низкочастотная часть в спектре излучения обусловлено, вероятно, фононным повторением основной линии при 2.784 эВ. Видно также некоторое уширение полосы ФЛ с ростом накачки. Эти изменения спектра ФЛ с ростом интенсивности возбуждения приведены на рис. 1.2, *b*.



Рис. 1.2 Зависимость $\Phi Л$ в легированных кремнием КЯ InGaN/GaN от интенсивности возбуждения. T= 4.2 K, нулевая задержка. $\Phi Л$ нормирована на максимальный сигнал, и спектры, соответствующие разным интенсивностям

накачки, смещены по вертикали. *а*- нормированные на максимальный сигнал спектры ФЛ при разных уровнях накачки, Вт/см²: *1* - 0.6, *2* - 120, *3* - 4 • 10⁴. *b*- положение максимума полосы ФЛ и ее полуширина как функции интенсивности возбуждения.

Одно из возможных объяснений этой закономерности состоит в экранировании встроенного пьезоэлектрического поля неравновесными носителями заряда, генерируемыми в результате оптического возбуждения [10]. В эксперименте со структурами, содержащими многочисленные квантовые ямы In-GaN/GaN, наблюдается уширение полосы излучения с ростом интенсивности возбуждения (рис. 1.2). Другое объяснение высокоэнергетического сдвига спектра излучения с ростом интенсивности накачки основывается на эффекте заполнения локализованных "хвостовых" состояний [11] неравновесными носителями заряда. В пользу модели локализованных экситонов авторы [12] приводят характерную зависимость времени затухания фотолюминесценции от энергии излучения, которая качественно похожа на зависимость, наблюдаемую в случае рекомбинации локализованных экситонов в твердых растворах $A^{II}B^{VI}$. Подход к анализу временных свойств фотолюминесценции, аналогичный примененному в [12], для образцов InGaN/GaN с квантовыми ямами, исследованных в работе [10], дает величины излучательного времени жизни локализованных экситонов порядка 60-70 нс, что не представляется реалистичным. Эти факторы не позволяют отнести наблюдаемую фотолюминесценцию к рекомбинации локализованных экситонов. С другой стороны, высокоэнергетический сдвиг максимума ФЛ с ростом накачки можно было бы связать с проявлением рекомбинации донорно-акцепторных пар. Возможны две причины сдвига полос излучения донорно-акцепторных пар в сторону высоких энергий при увеличении интенсивности фотовозбуждения. Во-первых, в случае стационарного фотовозбуждения имеет место эффект возрастания роли близких пар в донорноакцепторной рекомбинации с ростом накачки. Во-вторых, возможен эффект "сглаживания" неравновесными носителями случайного потенциального рельефа, вызванного в свою очередь высокой концентрацией примесных центров,

что наблюдалось, например, для полосы донорно-акцепторной рекомбинации в сильно компенсированном GaAs [10]. Последний эффект должен иметь место также и при нестационарном фото-возбуждении.

На рис. 1.3. показаны кривые затухания ФЛ, измеренные при разных энергиях. Видно, что кинетики затухания имеют сильно неэкспоненциальный характер. Надо отметить, что степенной закон затухания ФЛ типа t^{-2} есть характерное свойство донорно-акцепторной рекомбинации в полупроводниках. Время-разрешенные спектры ФЛ (рис. 2.3) также демонстрируют поведение, характерное для ДАР. Наблюдается низкоэнергетический сдвиг спектра фотолюминесценции с ростом временной задержки между максимумом лазерного импульса и моментом регистрации фотолюминесценции [10].

По мнению авторов [10], наблюдаемые свойства ФЛ могут быть объяснены проявлением ДАР в исследуемых КЯ InGaN/GaN. Такие донорноакцепторные пары могут быть обусловлены донорными и акцепторными центрами, локализованными в пределах одной квантовой ямы, но распределенными в плоскости квантовых ям. Данную рекомбинацию можно отнести к двумерной донорно-акцепторной рекомбинации.



Рис. 1.3Кривые затухания фотолюминесценции для легированных кремнием КЯ InGaN/GaN. ФЛ нормирована на максимальный сигнал. T = 4.2 К; $l_{ex} = 0.6$ Вт/см .1 - лазерный импульс, 2 - ФЛ при 2.83 эВ, 3 - ФЛ при 2.81 эВ, 4 - ФЛ при 2.77 эВ, 5 - ФЛ при 2.70 эВ.

Энергия излучаемых фотонов при донорно акцепторной рекомбинации может быть представлена в следующей форме [11]:

$$\hbar\omega = E_g - (E_a + E_d) + e^2 / \varepsilon R, \qquad (6)$$

где E_g — ширина запрещенной зоны, E_a и E_d - энергии связи акцепторного и донорного центров соответственно, *e*- статическая диэлектрическая проницаемость, *R*- расстояние между центрами. В случае 2Д-ДАР величина E_g должна быть модифицирована с учетом размерного квантования электронов и дырок:

$$E_g = E_g(0) + \varepsilon_{n=1}^c + \varepsilon_{n=1}^v$$
, (7)

где $E_g(0)$ - ширина запрещенной зоны твердого раствора $\ln_x Ga_{1-x}$ N, $\varepsilon_{n=1}^c$ и $\varepsilon_{n=1}^v$ энергии размерного квантования на первом уровне для электронов и дырок соответственно.Данные работы [13] позволяют принять $E_g(0)$ равным 3.07 эВ для твердого раствора $\ln_{02}Ga_{08}$ N. Принимая разрывы в валентной зоне и зоне проводимости соответственно равными 120 и 380 мэВ [13] и пренебрегая связыванием состояний электронов и дырок в соседних ямах (что является, повидимому, неплохим приближением, поскольку многие параметры материала, включая эффективные массы, точно не известны), получаем величину равную 39 мэВ для $\varepsilon_{n=1}^c + \varepsilon_{n=1}^v$ и соответственно 3.11 эВ для E_g параметра.



Рис. 1.4. Время - разрешенные спектры ФЛ в легированных кремнием КЯ InGaN/GaN при различных временных задержках t_D . Спектры нормированы на максимальный сигнал. T = 4.2 K; $I_{ex} \approx 10^4$ Вт/см²; t_D , нс: 1 - 0, 2 - 100, 3 - 450.

Время-разрешенные спектры ФЛ, измеренные при значительных временах задержки позволяют определить $E_g - (E_a + E_d)$ и, следовательно, дают возможность определить энергии центров, принимающих участие в ДАР. При этих условиях ФЛ будет определяться в основном далекими парами, и кулоновский член в (6) будет малым. Из рис. 1.4 видно, что время-разрешенные спектры ФЛ имеют заметный низкоэнергетический сдвиг только при временах задержки менее 100 нс. Дальнейшее увеличение времени задержки практически не приводит к смещению полосы ФЛ. Поэтому из максимума спектра ФЛ, соответствующего большому времени задержки и все еще измеряемому с приемлемым соотношением сигнал/шум (450 нс, как видно из рис. 1.4), мы получаем для энергии $E_g - (E_a + E_d)$ величину порядка 2.77 эВ для легированных кремнием КЯ InGaN/GaN. Следовательно, суммарная энергия донорного и акцепторного центра оказывается \approx 340 мэВ. Эта энергия не кажется необычной, поскольку подобные примесные центры наблюдаются в GaN [14].

Донорные и акцепторные центры могут быть связаны как с примесями, так и с дефектами кристаллической структуры. Известно, что все излучающие приборы получены на основе 3 -нитридов гексагональной модификации с высокой плотностью дислокаций, образующих мозаичную или колончатую структуру с характерными размерами доменов от 100 до 600 нм. Мозаичная структура формируется в результате взаимодействия дислокаций несоответствия и прорастающих дислокаций, в процессе роста при разрастании зародышей, образовавшихся на поверхности на низкотемпературной стадии эпитаксиального роста [10] . Процесс взаимодействия дислокаций сопровождается захватом примесей, таких как кислород и углерод, имеющим, по данным приводимым многими авторами, типичную концентрацию $\approx 10^{18}$ - 10^{19} см⁻³ для слоев и структур, выращенных МОГФЭ. По данным электронно-микроскопических исследований, часть дислокационных стенок образована вакансиями Ga, по оценкам, являющимися глубокими акцепторами, а комплексы, содержащие кислород и углерод, могут быть глубокими донорами [10-14]. Таким образом, мозаичная структура может способствовать формированию ДАП. В пользу этого также свидетельствует туннельный характер токов светодиодных структур, изготовленных на основе исследованных КЯ In-GaN/GaN (рис.1.5).При этом ВАХ структур, как и в работе [11], может быть описана выражениями типа $I = I_0 exp(eV/E_0)$ с параметром E_0 , не зависящим от температуры. Туннельный характер токов в структурах с квантовыми ямами InGaN/GaN, по мнению многих авторов, обусловливается донорноакцепторным механизмом рекомбинации.

Рекомбинация через "хвосты" зоны проводимости и валентной зоны, привлекаемая рядом авторов для объяснения свойств люминесценции в КЯ In-GaN/GaN [11], является своеобразным аналогом ДАР, поскольку в такой рекомбинации так же, как и в случае ДАР, имеют место туннельные переходы между локализованными состояниями электронов и дырок. Такие "хвостовые" состояния вблизи дна зоны проводимости и потолка валентной зоны могли бы быть обусловлены дефектами кристаллической структуры, флуктуациями состава твердого раствора, а кроме того, и мозаичной структурой нитридов III группы.



Рис. 1.5 Вольт-амперные характеристики светодиодных структур с КЯ In-GaN/GaN. 1 - прямая ветвь, 2 - обратная ветвь ВАХ. Точки - эксперимент, штриховые линии - расчетные экспоненциальные компоненте! туннельного тока: $I_1 = I_{01} \exp(eV/E_1)$, $I_2 = I_{02} \exp(eV/E_2)$, где параметры E_1 и E_2 не зависят от температуры и оказываются равными соответственно 180 и 58 мэВ

Надо отметить, что наряду с рядом общих особенностей в рекомбинации через хвостовые состояния зон и ДАР существуют различия. Это, прежде всего форма функции плотности локализованных состояний. В случае хвостовых состояний такая функция, вид которой в общем случае не известен, должна быть монотонно убывающей по мере увеличения энергии локализации, а в случае донорных и акцепторных центров плотность состояний будет иметь вид δ функции на энергиях доноров и акцепторов. Это отличие в функциях плотности состояний должно привести к различию в кинетике ФЛ в случае ДАР и рекомбинации через хвостовые состояния зон. Теоретические расчеты, позволяющие сопоставить два этих механизма рекомбинации, насколько нам известно, отсутствуют. Качественное рассмотрение показывает, что рекомбинация через хвостовые состояния должна приводить к сильной зависимости кинетики затухания по спектру ФЛ. "Классическая" же ДАР [10] представляет собой процесс плавного перехода в "преимущественной" рекомбинации от близких пар к далеким, что и обусловливает степенной закон затухания.

Фотолюминесценция нелегированных квантовых ям InGaN/GaN показывает подобное спектральное и временное поведение, что позволяет отнести эту ФЛ также к донорно-акцепторной рекомбинации. Однако имеют место некоторые отличия. В частности, спектр ФЛ при нулевой задержке для нелегированных КЯ сдвинут в высокоэнергетическую область на величину порядка 120 мэВ, и имеет в 1.5 раза большую спектральную ширину в сравнении со спектром ФЛ для легированных кремнием КЯ (рис.1.6). Время-разрешенные спектры, измеренные при больших временах задержки, дают величину ≈ 250 мэВ для суммарной энергии донорного и акцепторного центров. Затухание ФЛ в случае нелегированных КЯ оказывается более быстрым. Наблюдаемые свойства ФЛ, а именно: высокоэнергетический сдвиг максимума с ростом интенсивности накачки, низкоэнергетический сдвиг с возрастанием времени задержки, степенной закон затухания ФЛ типа $t^{-\gamma}$ позволяют отнести данную ФЛ к донорно-акцепторной рекомбинации в квантовых ямах.



Рис. 1.6.*1* - спектр ФЛ для легированных кремнием КЯ, 2 - спектр ФЛ для нелегированных КЯ. T = 4.2К; $I_{ex} \approx 10^2$ Вт/см², нулевая задержка. Спектры ФЛ нормированы на максимальный сигнал.

Такая рекомбинация, которую можно отнести к 2Д-ДАР, может происходить в плоскости КЯ между центрами, локализованными в различных пространственных точках. Возможна также рекомбинация между центрами, локализованными в различных КЯ, которая будет своеобразным аналогом трехмерной ДАР. Для легированных кремнием КЯ InGaN/GaN суммарная энергия связи донорного и акцепторного центров составляет величину ≈340 мэВ. В случае же нелегированных КЯ эта суммарная энергия оказывается ≈250 мэВ. Полученные экспериментальные результаты позволяют предполагать, что мозаичная струк-III-нитридов, способствует образованию тура, типичная для донорноакцепторных пар.

1.2.2. Катодолюминесценция

Авторами [3] одновременно с измерением состава были исследованы спектры катодолюминесценции (КЛ) светодиодных структур. Предложенный в [15] комплексный подход позволял получать спектры КЛ в том же микрообъеме, что и измерения состава методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМА). Спектры были измерены при различной энергии электронного пучка, уровнях накачки и температурах от 77 до 300 К. Измерение энергии электронного пучка ото 1 до 15 кэВ дает возможность возбуждать люминесценцию в слоях толщиной от 10 нм до 1 мкм. Это позволяет исследовать особенности люминесценции с различной глубины многослойной светодиодной структуры.

На рис.1.7 представлены спектры КЛ, полученные при T=77 К и энергии электронного зонда 2 кэВ. При таких условиях глубины проникновения электронов составляет 60 нм, т.е. электроны теряю энергию в верхнем слое структуры GaN толщиной 100 нм. Однако, как видно из рис. 1.7, в каждом спектре присутствует только полоса, связанная с люминесценцией квантовых ям InGaN (расположенных ниже слоя GaN). Это говорит о хороших транспортных свойствах верхнего слоя GaN и высоком качестве границы раздела GaN/InGaN. Спектральное положение полос КЛ различно (2,79 эВ для образца № 1 и 2,74 эВ для образца №2), что связано с различным средним содержанием In в квантовых ямах InGaN.

Как известно [16], из-за большого рассогласования параметров решетки GaN и InN для твердых растворов InGaN характерны явления фазового распада и пространственно-неоднородного распределения содержания In. Причем данный эффект наблюдался как в слоях, так и в квантовых ямах на основе In-GaN. В связи с этим в исследуемых структурах могут наблюдаться флуктуации состава и толщины квантовых ям, приводящих к образованию островков InGaN различного состава, что и вызывает структурированность полос люминесценции. Таким образом, форма и интенсивность полос люминесценции свидетельствует о большей степени неоднородности (состава и толщины) квантовых ям и меньшей эффективности структуры № 2.При увеличении энергии электронного зонда до 5 кэВ в спектрах КЛ появляются полосы излучения, связанные с люминесценцией барьерного слоя *p*-GaN.



Рис. 1.7. Спектры КЛ светодиодных структур при энергии электронного пучка 2 кэВ и Т=77 К для образцов № 1 (а) и № 2 (б).

По спектральному сдвигу полос КЛ можно судить о степени легирования слоя. У образца № 1 с большим выходом люминесценции степень легирования барьерного слоя*p*-GaN выше. Дальнейшее увеличение энергии электронного зонда (рис. 1.8) приводит к возбуждению более глубоко расположенного слоя *n*-GaN (полоса ~3,4 эВ). Люминесценция, связанная с излучением барьерного слоя AlGaN (расположенного ниже слоя *p*-GaN и выше слоя *n*-GaN), не наблюдалась.

На рис. 1.9 приведены спектры КЛ в полулогарифмическом масштабе, полученные при различной энергии электронного зонда и при*T*=300 К. Видны принципиальные различия в спектрах. Во-первых, как уже было сказано ранее, структура № 1 характеризуется большим выходом люминесценции КЯ. Вовторых, относительная интенсивность люминесценции КЯ в сравнении с

люминесценцией барьерного слоя *p*-GaN (пик ~3,2 эВ) для структуры № 1 выше. Также при энергии электронного зонда 10 кэВ в спектре структуры № 2 заметно появление плеча с максимумом ~3,4 эВ, соответствующего излучению буферного слоя *n*-GaN. Эти факты позволяют утверждать, что дизайн и качество границ раздела структуры № 1 лучше.



Рис. 1.8. Спектры КЛ светодиодных структур при энергии электроннго пучка 15 кэВ и Т= 77 К образцов № 1 (а) и № 2 (б).



Рис. 1.9. Спектры КЛ светодиодных структур при T=300 К и разной энергии электронного пучка: А-5 кэВ, В – 6 кэВ, С-7 кэВ, D-10 кэВ

В работе [3] предложен оригинальный подход к исследованию качества слоев и границ раздела в многослойных структурах по временной зависимости при интенсивности катодолюминесценции стационарном облучении электронным пучком. При наличии глубоких ловушечных уровней в материале происходит захват электронов на эти уровни. В дальнейшем имеет место переход электронов в зону проводимости и последующая рекомбинация электронно-дырочных пар. Возможна как излучательная рекомбинация И медленное «разгорание» интенсивности излучательной полосы, так И безызлучательная рекомбинация, т.е. спад интенсивности люминесценции. Этот процесс аналогичен термолюминесценции. Данное явление характерно как для объемных материалов с большим количеством точечных дефектов, служащих ловушками для электронов [16], так и для многослойных структур с различным качеством границ раздела. Было обнаружено медленное изменение интенсивности полос люминесценции квантовых ям InGaN при непрерывном облучении электронным пучком во времени. Данная динамика полос люминесценции исследовалась при различных уровнях возбуждения.

На рис.1.10 представлены графики временной зависимости интенсивности максимумов полос КЛ, связанных с люминесценцией КЯ. Видно качественное различие полученных графиков для двух исследуемых структур. Для структуры № 1 заметно появление нового канала рекомбинации носителей заряда (предположительно связанного с наличием глубоких ловушечных уровней) приблизительно через три минуты после начала облучения электронным пучком. Для образца № 2 характерно наличие большего количества центров безызлучательной рекомбинации.

Можно дать следующее объяснение полученным результатом (рис. 1.11). При непрерывном облучении электронным пучком происходит захват электронов ловушками (рис. 1.11, позиция *1*, ловушка *a*). Однако тепловые флуктуации могут вызывать активацию электронов с ловушечных уровней и «переброс» носителей на излучательной уровень (в частности, в зону проводимости) (рис. 1.11, позиция *1*). В связи с тем, что вероятность процесса «переброса» мала, наблюдается медленное (характерное время десятки и сотни секунд) «разгорание» люминесценции. Причем, как показали эксперименты при температуре*T*= 77 К, основную роль в активации носителей играют именно тепловые флуктуации.



Рис. 1.10. Зависимость интенсивности максимумов полос КЛ, связанных с люминесценцией квантовых ям, от времени для образцов № 1 (а) и № 2 (б). Энергия электронного пучка 2 кэВ, T= 300 К.

Также может происходить захват носителей на электронные ловушки (рис. 1.11, позиция 2, ловушка b). Процесс «тушения» люминесценции связан с заселением ловушечных уровней b(рис. 1.11, позиция 2). Сечение захвата носителей «конкурирующими» ловушками au b, а также вероятность тепловой активации перехода носителей в зону проводимости различаются, и именно это и приводит к разнице в динамике полос люминесценции.

Как видно, для обоих образцов характерно наличие электронных ловушек. Однако, согласно измерениям, в образце № 1 присутствуют как ловушки *a*, вызывающие «разгорание» люминесценции, так и ловушки *b*. Электронные ловушки в образце № 2 характеризуются большим сечением захвата, что приводит к более быстрому «тушению» люминесценции.

В [17] для исследованиясвечения нелегированных слоев GaN использовался метод время-разрешенной катодолюминесценции (ВРКЛ). Образцы GaNбыли выращены методом гидриднойгазофазной эпитаксии. Исследовались два тонкослойных образца GaN толщиной 2,6 мкм (LH1232) и 55 мкм (LH1234).



Рис. 1.11. Энергетическая модель переходов, наблюдаемых в гетероструктуре: *1* – тепловые флуктуации могут вызывать активацию носителей с ловушечного уровня*а* в зону проводимости; *2* – электронные ловушки *b* захватывают носители заряда; *3* – излучательная рекомбинация носителей заряда.

Оба слоя были выращены на сапфировых подложках. Измерения КЛ проводились в сканирующем электронном микроскопе HitachiS-2500 при ускоряющем напряжении от 5 до 20 кВ и температурах 85 и 295 К. Стационарные спектры были получены с помощью камеры HamamatsuPMA-11CCD. Измерения ВРКЛ проводились с использованием импульсного электронного пучка. Для записи спектров КЛ с временной задержкой от 500 нс до 3 мс сигнал, детектируемый ФЭУ, собирался через интегратор с узкополосным фильтром, запускаемым импульсным генератором, а затем поступал на компьютер. Затухание полос КЛ наблюдали с помощью цифрового осциллографа. Обнаружена зависимость спектров КЛ исследованных образцов от условий возбуждения пучком. В частности, свечение глубоких уровней может быть лучше измерено при 85 К в спектрах, полученных при расфокусированном пучке.

Свечение связанных на донорах экситонов, наблюдалось при 3,472 эВ для образца LH1234 и при 3,492 эВ для образца LH1232 (рис. 1.12).



Рис. 1.12. Спектры КЛ образцов LH 1234 (а) и LH 1234 (b), зарегистрированные при расфокусированном электронном пучке (85 K, 15 кВ)

Авторы полагают, что этот сдвиг вызван деформацией сжатия, вызванной несоответствием коэффициента теплового расширения между GaN и сапфиром. Другие пики люминесценции, соответствующие переходам мелких донорно-акцепторных пар (ДАП), наблюдались в области 3,4-3,2 эВ в спектрах обоих образцов. Некоторые полосы люминесценции, связанные с глубокими уровнями являются общими для исследуемых образцов. Например, «синяя» полоса КЛ с максимумом при 2,92 эВ. Ранее эту полосу связывали с точечными дефектами или примесями, скопившимися на границах зерен и дислокациях. Предполагается, что кислородные доноры вовлечены в механизм этого излучения. Кроме «синей» полосы в спектрах КЛ обоих образцов наблюдались «желтая» и «красная» полосы свечения с максимумами при 1,81 и 2,23 эВ. Изучение влияния энергии электронного пучка на интенсивность обнаруженных полос люминесценции позволило авторам сделать заключение о том, что структурные дефекты, ответственные за красную полосу расположены на границе раздела GaN – сапфир. Значительная концентрация центров, ответственных за «желтую» полосу люминесценции, расположена на поверхности слоя GaN.

Поведение глубокоуровневых полос свечения во времени, и их время затухания оценены методом ВРКЛ спектроскопии. На рис. 1.12 (а) показаны ВРКЛ спектры образца LH1234, измеренные при 85 К при различных временах задержки после возбуждения импульсом с длительностью 20 мкс. Установлено, что постепенное увеличение времени задержки способствует красному излучению 1,81 эВ, в то время как относительная интенсивность желтой полосы 2,23 эВ уменьшается. Полоса 2,92 эВ наблюдается даже при времени задержки более 1 мс. Аналогичные результаты были получены для образца LH1232, как показано на рис. 1.13 (б). Многие современные исследования согласуются с акцепторным характером глубоких уровней, участвующих в «желтой» люминесценции GaN. Авторы [18-19] полагают, что ими являются вакансии Ga и его комплексы с кислородом или углеродом.



Рис. 1.13. Нормализованные спектры ВРКЛ образцов LH 1234 (a) и LH 1234 (b), зарегистрированные при 85 К для различных временных задержек при расфокусированном электронном пучке.

Время затухания наблюдаемых полос излучения, полученных из переходных характеристик КЛ, записанных при 87 К, приведены в таблице 1.1.

Показано, что затухание люминесценции центров, связанных с глубокими уровнями, хорошо описываются экспоненциальным распадом. Более короткое время затухания (~ 250 мкс) соответствует в обоих образцах полосе 2,23 эВ, а длительное время затухания ~ 430 и ~ 700 мкс, соответственно, обнаружено для полос 2,92 и 1,81 эВ. Промежуточное время затухания ~ 340 мкс измерено для полосы 2,03 эВ, наблюдаемой в тонком слое, что хорошо согласуется со спектрами ВРКЛ.

Полученные в работе [17] результаты для «желтого» свечения не соответствуют результатам, полученным в работах [20], в которых наблюдалась не экспоненциальная кинетика люминесценции для «желтой» полосы.

Результаты работ [20] были объяснены в рамках модели Томаса-Хопфилда [21] для рекомбинации ДАП. Это несоответствие может быть объяснено с учетом, как различной природы источника возбуждения, так и различных экспериментальных условий при ФЛ и КЛ экспериментах

Таблица 1.1.

Время затухания КЛ глубоких уровней, измеренное при 87 К в слоях GaN после возбуждения пучком длительностью 20 мкс.

Энергетическое по-	Время затухания	Время затухания
ложение максимума, эВ	для образца LH1234, мкс	для образца LH1232, мкс
2,92	430±10	420±10
2,23	260±5	250±5

2,02		340±10
1,81 – 1,85	700 <u>±</u> 20	670±20

1.2.2.3 Импульсная катодо- и фотолюминесценция гетероструктур при возбуждении мощными электронными и лазерными пучками

Спонтанная люминесценция. В работах [22-24] исследовались светодиодные гетероструктуры с квантовыми ямами (КЯ) InGaN/GaN, полученные методом металлоорганической газофазной эпитаксии на сапфире с ориентацией [0001]. Гетероструктуры имели различную предысторию. Образцы ГС₁и ГС₂выращивались в Китае, ГС₃ в Москве (Сигм Плюс) и ГС₄ в Снежинске. Толщина сапфировой подложки – 430 мкм, гетероструктуры (10 слоев) – 1 мкм. Толщина слоя р-GaN составляла ~ 140 нм, слоя p-AlGaN ~ 20 нм, n-GaN ~ 3 мкм. Активная область состояла из КЯ и барьеров InGaN/GaN. Толщины InGaN ~ 2,5 нм, толщины GaN ~ 10 нм. В образцах ГС₁ и ГС₂ на поверхности сапфировой подложки был сформирован текстурированый слой.

Светодиодные гетероструктуры изучались методом импульсной катодолюминесценции (КЛ) с возбуждением сильноточным электронным пучком (СЭП). Облучение образцов и измерение ИКЛ проводилось со стороны гетероструктуры при температуре 300 К. Средняя энергия электронов в спектре ~ 250 кэВ, длительность импульса тока ~10 нс. Плотность энергии электронного пучка *H* варьировалась в диапазоне 0,005–0,05 Дж/см². Использовались два метода регистрации спектров КЛ: «спектр по точкам» и «спектр за импульс». Первый метод позволял регистрировать спектры спонтанной КЛ с временным разрешением ~ 10 нс помощью монохроматора МДР-23, ФЭУ-84 и осциллографа TDS 2014. Во втором методе регистрировались интегральные (по времени) спектры стимулированной КЛ с помощью оптоволоконного спектрометра АvaSpec-3648 или зеркальной цифровой фотокамерой SONYDSLR-A500 через монохроматор МДР-23 со снятой выходной щелью (спектральный диапазон измерений 400–700 нм, спектральное разрешение ~ 0,2 нм).На рис. 1.14представлены спектры катодолюминесценции двух исследуемых образцов при H = 0,04 Дж/см². В спектрах катодолюминесценции структур наблюдаются две полосы. В ультрафиолетовой области спектра ($\lambda = 368$ нм) полоса связана с излучательной рекомбинацией экситонов в GaN. Длительность этого свечения мала (~ 20 нс) и сравнима с временным разрешением импульсного спектрометра. Большинство образцов имеют одинаковое положение максимума данной полосы.

Свечение в голубой области обусловлено излучательной рекомбинацией в InGaN/GaN - квантовых ямах. Длительность этого свечения зависит от предыстории образцов, плотности энергии электронного пучка и спектральной области в которой регистрируется люминесценция. Для сравнения на рис. 1.15 представлены спектры фотолюминесценции этих же структур.



Рис. 1.14. Спектры КЛ образцов ГС₃ и ГС₂ измеренные в моментимпульса возбуждения



Рис.1.15. Спектры «голубой» полосы ФЛ образцов ГС₃ и ГС₂

Видно, что в момент импульса возбуждения в спектре ИКЛ наблюдается две полосы, первая с максимумом при λ_m = (368-370) нм и полушириной $\Delta\lambda \sim 10$ нм, вторая - с максимумом при λ_m = 445 нм и полушириной $\Delta\lambda \sim 40$ нм. Согласно литературным данным [23,24] первая полоса люминесценции принадлежит GaN, вторая связана с люминесценцией квантовых ям (слои InGaN). Отсутствие полосы люминесценции GaN при фотовозбуждении объясняется авторами по-глощением возбуждающего оптического излучения квантовыми ямами.

Влияние плотности энергии электронного пучка и мощности лазерного излучения на спектрально-кинетические характеристики образца ГСЗ приведены на рис. 1.16 – 1.17.



Рис. 1.16. Спектры ИКЛ и ИФЛ образца ГС₃ при различных плотностях возбуждения: а) ИКЛ : 1 = 0,05; 2 = 0,15; $3 = 0,25 \text{ Дж/см}^2$; б) ИФЛ : $1 \approx 2 \cdot 10^4$, $2 \approx 3 \cdot 10^5 \text{ Bt/cm}^2$

Видно, что с увеличением плотности энергии СЭП от 0,05 Дж/см² до 0,25 Дж/см² максимум спектра КЛ сдвигается в коротковолновую область с 465 нм до 440 нм. При этом полуширина полосы возрастает, а длительность люминесценции уменьшается. Стимулированная люминесценция при этом отсутствует даже при H = 0,3 Дж/см².



Рис.1.17. Влияние плотности энергии СЭП на длительность импульса «голубой» полосы ИКЛ, измеренной на полувысоте для образца ГС₃. 1 - 0,25 Дж/см², 2 - 0,05 Дж/см², 3 - 0,009 Дж/см²

Согласно исследованием [24] наблюдаемые свойства времяразрешенных спектров ИКЛ образца ГС₃ могут быть объяснены проявлением донорно-акцепторной рекомбинации (ДАР) в исследуемых InGaN/GaN - квантовых ямах. Об этом свидетельствуют следующие свойства КЛ:

- не экспоненциальная кинетика затухания люминесценции;
- сдвиг максимума спектра ИКЛ в коротковолновую область с пектра с увеличением плотности энергии СЭП и в длинноволновую область с увеличением времени задержки регистрации спектра с одновременным уменьшением полуширины полосы излучения за счет быстрого высвечивания близких пар и падения интенсивности в коротковолновой области спектра в соответствии с теорией [24].

Энергия излучаемых фотонов может быть представлена формулой [24]:

$$\hbar\omega = E_g - (E_a + E_d) + e^2 / \varepsilon R, \tag{6}$$

где E_g – ширина запрещенной зоны, E_a и E_d – энергии связи акцепторного и донорного центров соответственно, ε – статическая диэлектрическая проницаемость, R – расстояние между центрами.

Доноры и акцепторы, ответственные за ДАР в КЯ InGaN/GaN, могут быть связаны как с примесями, так и с собственными дефектами кристаллической решетки. Существуют различные гипотезы о природе доноров и акцепторов, образующихся при выращивании гетероструктур с InGaN/GaN - квантовыми ямами. Например, роль глубоких акцепторов могут выполнять вакансии галлия, а комплексы содержащие кислород и углерод, могут быть глубокими донорами.С увеличением плотности возбуждения возрастает роль близко расположенных донорно-акцепторных пар, спектр которых, согласно теории ДАР, находится в коротковолновой области спектра. При этом длительность КЛ мала и незначительно превышает временное разрешение измерительного тракта. Небольшое увеличение длительности КЛ в образце ГС₃ с увеличением длины волны может быть обусловлено высвечиванием ДАП с большими расстояния между донорными и акцепторными центрами.

Стимулированная люминесценция. В работе авторов [24] изучено влияние плотности энергии электронного пучка H на спектрально-кинетические характеристики и интенсивность ИКЛ светодиодных структур. Обнаружено, что при достижении H порогового значения (для образца $\Gamma C_1 H \approx 0,06 \text{ Дж/см}^2$) на фоне широкой «голубой» полосы начинает формироваться узкая линия излучения с пиком при hv = 2,78 эВ. При увеличении H наблюдается сверхлинейный рост её интенсивности и уменьшение длительности импульса свечения, что свидетельствует о переходе спонтанной люминесценции в режим вынужденного излучения.

Нарис. 1.18 представлены спектры КЛ исследованных образцов, измеренные при $H = 0,26 \text{ Дж/см}^2$.



Рис. 1.18. Спектры ИКЛ образцов ГС₁, ГС₂ и ГС₃ измеренные в момент импульса возбуждения при $H = 0.26 \text{ Дж/см}^2$

Видно, что в образце ГС₁ формируются две узкие линии вынужденного излучения. Первая с пиком при hv = 3,30 эВ (FWHM \approx 17 мэВ) принадлежит GaN, вторая (hv = 2,78 эВ, FWHM \approx 15 мэВ) является преимущественной в спектре излучения квантовых ям. В образце ГС₂ вынужденное излучение в GaN отсутствует и наблюдается только в квантовых ямах при hv = 2,78 эВ (FWHM \approx 15 мэВ). Формирование узких линий интенсивного излучения авторы объясняют вынужденной излучательной рекомбинацией в электронно-дырочной плазме, которая образуется в эпитаксиальных слоях при достижении уровня возбуждения порогового значения. В образце ГС₃ наблюдаются только полосы спонтанной люминесценции (рис. 1.18, кривая 3). Отсутствие вынужденного излучения в образце ГСЗсвидетельствует о высокой концентрации дефектов (в частности высокой плотности дислокаций), образующихся при выращивании данной структуры.

Анализ результатов исследования влияния уровня возбуждения (плотности энергии СЭП и ЛИ) на спектральные и кинетические характеристики люминесценции InGaN/GaN - квантовых ям свидетельствуют о том, что в образцах ГС₁ и ΓC_2 при сравнительно низких *H* наблюдается переход спонтанной люминесценции в режим стимулированного свечения. Это подтверждается следующими закономерностями: резким увеличением интенсивности свечения, уменьшением полуширины полосы и длительности импульса стимулированной люминесценции. При низких уровнях возбуждения интенсивность «голубой» полосы в образцах ΓC_1 , ΓC_2 и ΓC_3 изменяется не более, чем в 4 раза.

Для образца ГС₃ наблюдается другая закономерность. Сростом H происходит уширение полосы люминесценции квантовых ям и сдвиг максимума в коротковолновую область спектра. Переход в режим вынужденного излучения для при увеличении в диапазоне H от 0,05 до 0,3 Дж/см² не наблюдается. Объяснить такую закономерность можно следующим образом. В образцах, выращенных в различных технологических условиях, формируются центры безызлучательной рекомбинации, концентрация которых в различных образцах сильно отличается. Роль таких дефектов, как известно, могут выполнять дислокации. Различными авторами предполагается, что именно дислокации являются основным фактором, который определяет квантовый вход люминесценции светодиодных гетероструктур на основе InGaN/GaN - квантовых ям.

В процессе изучения ИКЛ светодиодных гетероструктурInGaN/GaN, возбуждаемой СЭП, авторами работы [22]было обнаружено разрушение образцов. Установлено, что облучение гетероструктур электронным пучком с плотностью энергии $H \sim 0,2$ Дж/см² в режиме многоимпульсного (20–100 имп.) возбуждения приводит к возникновению микрозон остаточных разрушений.Возник вопрос о механизме разрушения тонкопленочных наногетероструктур при облучении СЭП. Прежде чем перейти к выяснению механизма разрушения гетероструктур рассмотрим известные механизмы разрушения макрокристаллов. **1.3Электрический пробой и разрушение диэлектриков и полупроводников при облучении сильноточным электронным пучком** Ошибка! Закладка не определена.

Известно [25-29], что облучение диэлектрических и полупроводниковых макрокристаллов, размеры которых сравнимы с глубиной пробега электронного пучка, сопровождается их разрушением. Пространственная локализация зон разрушения определяется двумя факторами: плотностью энергии СЭП и пространственным расположением заземленного электрода относительно области локализации отрицательного объемного заряда электронного пучка инжектированного в образец.

1.3.1 Многоимпульсное облучение кристаллов электронным пучком низкой плотности.

Установлено, что облучение высокоомных кристаллов электронным пучком с низкой плотностью энергии (H < 0,1 Дж/см²) в режиме многоимпульсного облучения со стороны заземленной облучаемой поверхности, сопровождается электрическим пробоем, развивающимся в области пробега СЭП. В качестве объектов для исследований в [25-29], использовались образцы LiF, NaCI, CaF₂, BaF₂, SiO₂, MgAI₂O₄, LiNbO₃, CdS, ZnSe, Zn_{0,98}Cd_{0,02}Se, полиметилметакрилат (ПММА), размером 10×10×5 мм.

Было установлено, что одно из основных отличий этой группы кристаллов заключается в наличии сильно развитой дефектной структуры (малоугловые границы, преципитаты и др.) и ее определяющее влияние на морфологию разрушения образцов (рис. 1.19, г, д, е).

Исследование морфологии разрушений, образующихся в зоне облучения в «чистых» кристаллах ZnSe, показало, что разрушения имеют вид микротрещин, локализованных вдоль малоугловых границ и распространяющихся от облучаемой поверхности в объем кристалла на глубину пробега электронов. Анализ пространственного распределения свечения кристаллов $Zn_{0,98}Cd_{0,02}Se$, возбуждаемых электронным пучком ($H = 0,02 \text{ Дж/см}^2$), показал высокую однородность излучательных свойств образцов и отсутствие малоугловых границ. Увеличение плотности энергии СЭП сопровождалось появлением и развитием в серии последовательных импульсов возбуждения интенсивно излучающих, близко расположенных друг к другу точек, ориентированных вдоль определенных кристаллографических направлений (рис. 1.20, а, в, д).





Рис. 1.19. Пространственное распределение каналов электрического пробоя в зоне торможения СЭП в различных (а – ж) диэлектриках:

а – CaCO₃, б, в - CaF₂, г,
е - SiO₂, д - LiNbO₃, ж – NaCI, з – MgAI₂O₄, и - LiF

(вид со стороны облучаемой поверхности)



Рис.1.20. Излучение объемных стримерных разрядов (а, в) и морфология разрушений (б,г), формируемых СЭП в зоне торможения пучка в кристалле $Zn_{0,98}Cd_{0,02}Se:$ а, в – 1^{ый} и 20^{ый} импульсы облучения (H = 0,14 Дж/см²);б, г – эволюция морфологии разрушений с увеличением количества импульсов облучения (H = 0,14 Дж/см²); б - 5^{ый} и г - 20^{ый} импульсы облучения (H = 1,2 Дж/см²)

Многократное облучение кристалла приводит вначале к росту количества излучающих точек и их последовательному преобразованию в светящиеся линии, а затем к тушению свечения треков и формированию следов деструкции (рис. 1.20, б, г). Установлено, что первичными разрушениями в образцах $Zn_{0.98}Cd_{0.02}Se$ являются кристаллографически ориентированные микроканалы (рис. 1.20, б). При H = 1,2 Дж/см² следы деструкции (темные линии) формируются в первом импульсе облучения (рис. 1.20, е) при этом свечение в области деструкции в момент облучения отсутствует.

1.3.2 Одноимпульсное облучение кристаллов электронным пучком высокой плотности.

Облучение ионных и полупроводниковых кристаллов NaCl, KCl, NaBr, CdS, CdSe, CdTe, ZnSe однократным импульсомСЭП с плотностью энергии $H \sim 1$ Дж/см²как правило приводит к образованию макротрещин, которые формируются как в зоне торможения электронного пучка, так и за областью пробега пучка. Каналов электрического пробоя при облучении вышеуказанных образцов не наблюдалось. Данный характер разрушений (трещины в области облучения и на тыльной поверхности кристаллов) большинство исследователей объясняют термоударом. Термоупругий механизм разрушения универсальный и наблюдается в твердых телах различных классов - диэлектриках, полупроводниках и металлах [25-29]. Термоупругая модель разрушения твердых тел заключается в мгновенности нагрева области торможения СЭП за счет ионизационных потерь энергии быстрых электронов пучка.

Из-за высокой скорости нагрева материал не успевает расшириться до равновесных размеров и оказывается сжатым. При этом возникают сильные механические напряжения, пропорциональные плотности выделенной энергии и соответственно приращению температуры, которые приводят к генерации би-полярного акустического импульса сжатия – растяжения, распространяющегося

от свободной облучаемой поверхности в объем материала. Интерференция этих волн между собой, со свободными поверхностями образца и микротрещинами приводит к возникновению и распространению макротрещин и плоскостей откола.

Таким образом, анализ литературных данных свидетельствует о том, что основными механизмами разрушения диэлектриков и полупроводников под действием СЭП являются – электрический пробой и термоудар. Оба механизма связаны со спецификой воздействия СЭП на материалы: высокой скоростью ввода заряда ($10^{10} - 10^{11} \text{ Kn} \cdot \text{M}^{-3} \cdot \text{c}^{-1}$) и энергии ($10^{11} - 10^{13} \text{ Гр} \cdot \text{c}^{-1}$). Электроразрядный механизм разрушения, как правило, реализуется в режиме многоимпульсного облучения образцов электронным пучком низкой плотности ($H \le 0,1$ Дж/см²), термоудар – в режиме однократного облучения электронным пучком более высокой плотности ($H \ge 0,6$ Дж/см²). Экспериментально разделить эти механизмы разрушения можно по характерной морфологии разрушений.

1.4 Постановка задачи исследования.

Исследования[25-29] продемонстрировали перспективы применения СЭП для люминесцентного контроля светоизлучающих гетероструктур InGaN/GaN, выращенных на сапфировых подложках. В связи с этим возник вопрос о порогах и механизмах разрушения тонкопленочных наногетероструктур при их диагностике СЭП.

Цель работы – изучить морфологию электронно-пучкового разрушения светодиодных наногетероструктур на основе InGaN/GaN-квантовых ям и эпитаксиальных слоев GaN, выращенных на сапфировых подложках и определить механизм их разрушения.

Задачи исследований.

• Разработка методики регистрации пространственного распределения микрозон разрушения и свечения, индуциированных электронным пуч-ком в наногетеростуктурах InGaN/GaN.

- Исследование пространственного распределениямикрозон разрушения и свечения в гетеростуктурах InGaN/GaNразличной предыстории и эпитаксиальных слоях GaN.
- Определение порогов электронно-пучкового разрушения наногетероструктур InGaN/GaNразличной предыстории.

2 Методика эксперимента и экспериментальные результаты

2.1 Образцы для исследования

Исследуемые образцы – светодиодные гетероструктуры (2.1) на основе InGaN/GaN, выращенные методом металлоорганическойгазофазной эпитаксии на подложках Al_2O_3 с ориентацией [0001]. Гетероструктуры были изготовлены в разных лабораториях и имели различную предысторию. В качестве подложки использовался сапфир толщиной 400 мкм. Толщина слоев разных гетероструктур варьировалась: n-GaN – 3 ÷ 4 мкм, активная область – 60 ÷ 170 нм, p- $Al_{0,1}Ga_{0,9}N - 15 \div 30$ нм, p-GaN – 50 ÷ 300 нм. Активная область исследуемых образцов состояла из одиночной квантовой ямы, из множественных квантовых ям $In_{0,14}Ga_{0,86}N$ (2÷2,5 нм) / GaN (10÷15 нм), а также из сверхрешеток InGaN/GaN с толщиной каждого слоя ~1 нм.



Рис. 2.1 Схематическое изображение структуры исследуемых образцов

В качестве исследуемых образцов использовались эпитаксиальные слоиGaN, толщиной 2-3 мкм, с разной плотностью дислокаций, выращенные

на с - ориентированной сапфировой подложке (001) методом металлоорганическойгазофазной эпитаксии в реакторе горизонтального потока AIXTRON 200/RF-S. На рис. 2.2 – 2.3 представлена общая структура исследуемых образцов.



Рис. 2.2. Общая структура исследуемых образцов



Рис. 2.3. Микроснимок поперечного сечения образца с наименьшей плотностью дислокаций, сделанный с помощью просвечивающего электронного микроскопа [30].

Сначала на подложку осаждали легированный кислородом зародышевый слой AlN (~20 нм), после чего слой GaN (~ 300 нм). Рост GaN прерывался для нанесения промежуточного слоя SiN_x субмонослойной толщины, после чего доращивался слой GaN. Осаждение промежуточного слоя SiN_x позволяет уменьшить плотность пронизывающих дислокаций в эпитаксиальном слое GaN [30]. SiN_x действует как самоорганизующаяся маска частично скрепляя пронизывающие дислокации, распространяющиеся от границы раздела подложки (рис.2.2). Изменением времени осаждения SiN_x от 0 до 180 с варьировалась плотность дислокаций в слоях GaN. Общая толщина пленки GaN составляла 1,8 мкм для образцов со слоем SiN_x и 2,4 мкм для образца без него.

Данные о плотности пронизывающих дислокаций в четырех исследуемых нами образцах были получены авторами работы [30] из исследования плотно-

стей ямок травления и с использованием интеграции метода моделирования Монте-Карло и диффузного рассеяния рентгеновских лучей [32]. Сводная информация о плотности дислокаций в исследуемых образцах представлена в табл. 2.1.Некоторые структуры имели текстурированную поверхность сапфировой подложки, снижающую влияние эффекта полного внутреннего отражения на выход излучения из гетероструктуры благодаря рассеянию света на микровыступах и микровпадинах текстурированного слоя.

Таблица 2.1.

Плотности винтовых и краевых пронизывающих дислокаций в исследуемых образцах (точность результатов ±10%) [32, 30].

№ образца	Время осаждения	Плотность дислокаций	Плотность дислокаций
	$SiN_{x}(c)$	(плотность ямок травле-	из моделирования (10 ⁸
		ния) (10 ⁸ см ⁻²)	см ⁻²)
1	180	2,6	2,9
2	150	4,8	5,3
3	120	7,6	8,5
4	0	20	22,7

2.2 Методика эксперимента.

Блок- схема экспериментальной установкиприведена на рис. 2. 4. Электронный пучок формировался импульсным ускорителем электронов прямого действия, состоящим из генератора импульсных напряжений ГИН- 600, нагруженного на вакуумный диод [31]и имел следующие характеристики: длительность импульса тока на полувысоте 12 нс, эффективная энергия электронов 250 кэВ, диапазон варьируемой плотности энергии ~ (0,05–0,25)Дж/см².



Рис. 2.4. Блок- схема экспериментальной установки

Облучение образцов электронным пучком осуществлялось со стороны эпитаксиальных слоев гетероструктуры, нанесенных на сапфировую подложку, в направлении, перпендикулярном гетерогранице, в атмосферном воздухе при температуре 300 К(рис. 2.5). Количество импульсов облучения гетероструктуры *N* изменялось от 1 до 100. Зона облучения образца выбиралась произвольно. Диаметр зоны облучения составлял2 мм и определялся диаметром коллиматора электронного пучка. Для обеспечения однородности электрического поля, формируемого в зоне торможения СЭП, на поверхность гетероструктуры наносилась алюминиевая фольга толщиной 10 мкм.

Измерение интегральных (за один импульс СЭП) спектров люминесценции проводилось с помощью оптоволоконного спектрометра AvaSpec-DUAL. Пространственное распределение люминесценции по поверхности образца фотографировалась зеркальной цифровой фотокамерой SONY DSLR-A500 в режиме «Bulb» за один импульс возбуждения через микроскоп MБС-10.



Рис. 2.5. Схема облучения и регистрации пространственного распределения свечения по поверхности гетероструктуры: 1 – подложка Al₂O₃, 2 – гетероструктура, 3 – алюминиевая фольга, 4 – коллиматор

Морфология остаточных разрушений, образующихся после многоимпульсного облучения СЭП, изучалась методом оптической микроскопии с помощью микровизора проходящего света µVizo-101.

2.3 Экспериментальные результаты.

2.3.1 Морфология разрушения гетероструктурInGaN/GaNразличной

предыстории.

Исследование светодиодных тонкопленочных светодиодных гетероструктур InGaN/GaN, выращенных в разных лабораториях, показало, что пороговое значение плотности энергии электронного пучка, приводящее к формированию микроразрушений, для большинства структур составляет $H^* \approx 0,2$ Дж/см² и соответствует порогу инициирования электрического пробоя в различных макрокристаллах при облучении СЭП.Установлено, что морфология разрушений образцов изменяется в процессе многоимпульсного облучения и определяется их индивидуальными свойствами. На рис. 2 представлены фотографии характерных разрушений в исследуемых гетероструктурахпосле 100 импульсов облучения СЭП с плотностью энергии H = 0,25 Дж/см².



Рис. 2.6. Фотографии пространственного распределения микроразрушений в гетероструктурах ГС₁ (а-в), ГС₂ (г-е), ГС₃ (ж-и), ГС₄ (к-м) после 100 импульсов облучения СЭП при $H = 0,25 \text{ Дж/см}^2$

При таких условиях облучения формируемые разрушения в отдельных структурах достигают размера порядка сотен микрометров,а минимальный размер разрушений определяется разрешающей способностью микровизора проходящего света µVizo-101 и составляет ~ 1мкм.

Анализ морфологии разрушений исследуемых образцов позволяет выделить ряд закономерностей. Под действием СЭП с плотностью энергии $H \ge H^*$ гетероструктуры деградируют локально. Форма разрушений индивидуальна для каждого образца. В процессе многоимпульсного облучения размер локальных разрушений, образовавшихся при первых импульсах СЭП, может, как увеличивается, так и оставаться неизменным, при этом количество разрушенных зон увеличивается. Пространственное распределение микроразрушений их размеры и форма определяются предысторией образцов и в отдельных гетероструктурах близко к однородному (рис. 2.6, а-в).

2.3.2Особенности формирования разрушений всветодиодных

гетроструктурах, имеющих стимулированное излучение

Формы разрушений в образцах с текстурированной поверхностью сапфировой подложки,в которых наблюдаласьстимулированная люминесценция InGaN/GaN-квантовых ям и эпитаксиального слоя GaN при достижении плотности энергии СЭП порогового значения, имеют протяженный характер и преимущественно общее направление (рис. 2.7).

Данные структуры, несмотря на относительно низкую плотность дислокаций (~ 10^7 см^{-2}) имели более развитую структуру и размеры микроразрушенийпо сравнению с другими исследуемыми образцами, в которых плотность дислокаций достигала ~ 10^9 см^{-2} .Морфология разрушений в исследуемых образцах (рис. 2.7) имеет принципиальное сходство с морфологией разрушений, наблюдаемой в активной области катастрофически деградировавшего лазера на основе гетероструктурыInGaN/GaN[33].



Рис. 2.7. Фотографии микроразрушений двух светодиодных структур, в которых регистрируется стимулированное излучение InGaN-квантовых ям и GaN

Вероятно, стимулированное излучение, многократно взаимодействуя с дефектамивносит определенныйвклад в формирование наблюдаемыхмикроразрушений.

2.3.3 Разрушение эпитаксиальных слоев GaN.

Нитрид галлия, выращенный на сапфировой подложке, является основой для роста слоев активной области светоизлучающей структуры. В связи с этим качество слоев GaN оказывает влияние на качество роста активнойобласти гетероструктуры. Одной из главных проблем при эпитаксиальном росте слоев GaN являются пронизывающие дислокации [33]. Производители постоянно стремятся улучшить структурное совершенство слоев GaN и используют для этого различные приемы, например, прерывание роста GaN для нанесения слоя-маски SiN и последующее доращивание GaN.

В настоящем разделе исследована морфология разрушений эпитаксиальных слоев GaN с различной плотностью дислокаций. Обнаружено, что при облучении GaN электронным пучком с плотностью энергии Н ~ 0.2 Дж/см²в образце с наибольшей плотностью дислокаций ~ 10⁹ см⁻²(при отсутствии слоя

SiN)наблюдались как локальные микроразрушения (рис. 2.8), так и разрушения, напоминающие фигуры Лихтенберга, образующиеся в полимерах(рис.2.9) в результате инициирования электрического пробоя при облучении СЭП с плотностью энергии Н ~ 0.2 Дж/см².

Отметим, что в образцах, имеющих слой-маску SiN,котораяуменьшаетплотностьдислокаций до ~ 10⁸см⁻², микроразрушения отсутствуют при одинаковых условиях облучения образцов СЭП.



Рис.2.8.Фотографиялокальныхмикроразрушенийвэпитаксиальныхслоях

GaNприоблученииСЭП(H~0.2Дж/см²). На вставке — структура исследуемого образца, в котором наблюдались разрушения. ФигурыЛихтенберга,какправило,образуютсявполимерах (полиметилметакрилат, полиэтилен,винипроз и др.)



Рис. 2.9. Фотография разрушений, образующихся в эпитаксиальных слоях GaN при облучении СЭП. Навставке увеличенная фотография «дерева разряда». H~0.2Дж/см².

Вероятно, что электрический пробой является структурно чувствительными развивается только в образцах GaN с повышенной плотностью дислокаций.

2.3.4 Пространственное распределение люминесценции гетероструктурInGaN/GaN при многоимпульсном облучении СЭП

Регистрация пространственного распределения люминесценции по поверхности гетероструктуры проводилась в соответствии с рис. 2.5.В процессе многоимпульсного облучения СЭПв образцах, для которых регистрировалась только спонтанная люминесценция InGaN-квантовых ям и слоев GaN, наблюдалось появление темных точек и линий на фоне однородной люминесценции. Для текстурированных образцов, в которых наблюдается стимулированная люминесценцияGaN и InGaN/GaN, характерна следующая особенность. При плотности энергии возбуждающего СЭП ниже пороговой для возникновения стимулированной люминесценции на фоне однородного свечения также регистрируются дефекты темных точек и линий (рис. 2.10) после предварительного облучения СЭП с плотностью энергии *H* ≥ *H**.

Однако при возбуждении гетероструктур с плотностью энергии выше пороговой, в местах расположения деградированных областей регистрируются яркие микрозоны свечения, количество которых возрастает с увеличением числа импульсов облучения (рис. 2.11).При уменьшении плотности энергии СЭП ниже пороговой для инициирования стимулированного излучения, микроразрушения в образцах ΓC_1 и ΓC_2 регистрируются на фоне «голубой» полосы спонтанной катодо- и фотолюминесценции в виде темных линий и точек, что свидетельствует о формировании в этих локальных областях гетероструктур центров безызлучательной рекомбинации.





Рис. 2.10. Фотографии микрозон остаточных разрушений на фоне голубой фотолюминесценции, измеренной со стороны гетероструктур ГС₁ (а) и ГС₂ (б) после 100 импульсов облучения электронным пучком при $H = 0.25 \text{ Дж/см}^2$



Рис. 2.11. Фотографии пространственного распределения микрозон свечения по облучаемой СЭП поверхности гетероструктуры ГС1 при $H = 0.25 \text{ Дж/см}^2$

Белый цвет микрозон свечения на цветных фотографиях (рис. 2.10-2.11) обусловлен высокой яркостью люминесценции из микрозон и нелинейными эффектами, связанными с регистрацией свеченийцифровой фотокамерой SONY DSLR-A500, отличающихся по интенсивности на несколько порядков.Измерение спектров люминесценции в данном режиме облучения свидетельствуют о том, что в спектре катодолюминесценции данного образца регистрируются две полосы стимулированного излучения: слоев GaNпри λ = 375,1 нми квантовых ям InGaN/GaN при λ = 440 нм.



Рис. 2.12.Спектры стимулированной КЛ гетероструктуры ГС-1 при измерении до и после формирования микрозон свечения

Уменьшение интенсивности свечения микрозон с помощью нейтральных светофильтров позволяет определить реальный («синий») цвет люминесценции локальных микрозон свечения и при фотографической регистрации (рис. 2.12).

Исследования, направленные на выяснение причин, приводящих к формированию локальных микрозон свечения в текстурированных образцах со стимулированным излучением, показали, что они образуются в результате отражения стимулированного излучения от локальных зон микроразрушений.



Рис.2.13.Фотографии распределения свечения по поверхности гетероструктуры ГС1 при возбуждении СЭП с плотностью энергииH = 0,25 Дж/см²: а – без светофильтра, б – со светофильтром НС-6. Образец предва-

и – осз светофильтра, о – со светофильтром пс-о. Образец предварительно подвергался многоимпульсному облучению СЭП (100 импульсов).

 $H = 0,25 \ \text{Дж/см}^2$

Об этом свидетельствуют следующие факты:

- совпадение пространственного расположения микроразрушений и микрозон свечения;
- микрозоны свечения наблюдаются только в образцах, в которых формируется стимулированное излучение;
- спектры стимулированной люминесценции гетероструктур в режиме инициирования разрушений не изменяются;
- при уменьшении плотности энергии СЭП ниже пороговой для формирования стимулированного излучения, микроразрушения регистрируются на фоне спонтанной люминесценции в виде дефектов темных линий и точек (рис. 2.13).

Образование дефектов темных линий и точек свидетельствует о формировании в этих локальных областях гетероструктуры центров безызлучательной рекомбинации (деградации светоизлучающей структуры).

2.4 Обсуждение результатов

Интерпретация полученных результатов может быть дана на основе представлений об электроразрядном механизме разрушения диэлектриков и полупроводников под действием СЭП [27-29]. Облучение гетероструктур InGaN/GaN, нанесенных на сапфировые подложки, электронным пучком с плотностью энергии $H \ge 0,2$ Дж/см²приводит к формированию сильного электрического поля, связанного с инжектированным в Al₂O₃ отрицательным объемным зарядом СЭП и электрическому пробою образца.

Известно, что электрический пробой, инициированный СЭП в диэлектриках и некоторых полупроводниках группы A₂B₆, является структурно чувствительным [29], т.е. локализуется в зонах расположения электрических микронеоднородностей, роль которых могут выполнять дислокации, поры, преципитаты и другие дефекты технологического происхождения. Подобные дефекты, как известно, имеются и в эпитаксиальных слоях GaN и гетероструктурах InGaN/GaN, выращенных на подложках Al_2O_3 . Характер разрушений отдельных гетероструктур (рис. 2.6, а-е) после многоимпульсного облучения СЭП идентичен разрушениям, образующимся в приповерхностной области макрокристалла LiNbO₃ (рис. 2.14) при тех же условиях облучения. Отличием является наличие в ниобате лития нитевидных каналов электрического пробоя, распространяющихся от приповерхностных разрушений в объем кристалла на глубину пробега электронного пучка. Учитывая, что LiNbO₃ является материалом, в котором при многоимпульсном облучении СЭП каналы электрического пробоя формируются положительными стримерами, развивающимися со стороны облучаемой поверхности в область локализации отрицательного объемного заряда электронного пучка, можно предположить, что разрушения гетероструктур In-GaN/GaNocyществляются по электроразрядному механизму. «Прерывистая» форма некоторых разрушений, наблюдаемых в гетероструктурах InGaN/GaN (рис. 8б), также подтверждает электроразрядный механизм разрушения, т.к. ее появление типично при распространении сверхзвуковых анодных стримерных

разрядов в диэлектрических и полупроводниковых макрокристаллах. Кроме того, фигуры Лихтенберга, наблюдаемые в слоях GaN (рис. 5), напрямую свидетельствует о развитии электрического пробоя в эпитаксиальных слоях GaN при облучении СЭП.



Рис. 2.14. Фотографии разрушений в макро-образце LiNbO₃ (а) и гетероструктуре на основе InGaN/GaNс текстурированной сапфировой подложкой после 100 импульсов облучения СЭП с $H = 0.25 \text{ Дж/см}^2$

Высокая плотность энерговыделения в зонах развития электрических микроразрядов приводит к локальному разогреву и формированию микроразрушений, пространственное распределение которых по поверхности гетероструктуры неоднородно. Образующиеся при этом центры безызлучательной рекомбинации приводят к формированию темных (на фоне спонтанной катодолюминесценции) микрозон, свидетельствующих о деградации не только подлюжки, но и последовательно расположенных слоев, образующих полупроводниковую гетероструктуру. Выяснение роли подложки (отдельных технологических операций, включающих ее обработку) и последовательно расположенных эпитаксиальных слоев, образующих гетероструктуру, в деградации светоизлучающих структур требует проведения дополнительных исследований. Возможно, что определенная роль в размножении микроразрушений, в процессе многоимульсного облучения гетероструктур, принадлежит стимулированному излучению [33], взаимодействующему с микроразрушениями в процессе возбуждения гетероструктуры электронным пучком. Об этом в частности свидетельно

a)

ствует факт более интенсивного разрушения гетероструктур, в которых наблюдается стимулированное излучение, по сравнению со структурами, в которых при $H \ge 0.2$ Дж/см² регистрируется только спонтанная люминесценция.

Заключение

Представленные экспериментальные данные соответствуют о том, что основной причиной электронно-пучкового разрушения эпитаксиальных слоев GaNи гетероструктур на основе InGaN/GaN – квантовых ям является электрический пробой, развивающийся в электрическом поле инжектированного в образец отрицательного объемного заряда СЭП. Электрический пробой является структурно чувствительным, т.е. локализуется в областях расположения электрических микронеоднородностей технологического происхождения. Само наличие микроочагов свидетельствует о том, что микроразрушения возникают в отдельных «слабых точках» исследуемых образцов, которыми являются микродефекты. Результаты исследований свидетельствуют о том, что роль таких дефектов могут выполнять дислокации, образующиеся в гетероструктурах In-GaN/GaNи эпитаксиальных слоях GaNпри выращивании. Многоимпульсное облучение гетероструктур электронным пучком приводит к визуализации дефектных областей вследствие локализации в этих зонах электрического пробоя, сильного разогрева и активизации процессов миграции и сегрегации In и Ga.«Дефектная морфология» микроразрушений, образующихся в гетероструктурах при облучении СЭП, может быть использована в основе метода диагностики электрических микронеоднородностей, образующихся в светодиодных гетероструктурах при выращивании.