

Оригинальные статьи

Научная статья

УДК 538.975

<https://doi.org/10.17308/kcmf.2023.25/11474>

Подтверждение методом картирования тока, наведенного электронным пучком, самопроизвольного легирования GaN нитевидных нанокристаллов из вицинальной подложки SiC/Si

Р. Р. Резник^{1-3✉}, В. О. Гридчин¹⁻³, К. П. Котляр¹⁻³, В. В. Неплох², А. В. Осипов⁴,
С. А. Кукушкин⁴, О. Saket⁵, М. Tchernycheva⁵, Г. Э. Цырлин¹⁻³

¹ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет»,
Университетская набережная, 7-9, Санкт-Петербург 199034, Российская Федерация

²ФГБОУ ВОИ «Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет
имени Ж. И. Алфёрова Российской академии наук»,
ул. Хлопина, 8, к. 3, Санкт-Петербург 194021, Российская Федерация

³ФГБОУН «Институт аналитического приборостроения Российской академии наук»,
ул. Ивана Черных, 31-33, Санкт-Петербург 198095, Российская Федерация

⁴ФГБУН «Институт Проблем Машиноведения Российской академии наук»,
Большой проспект В.О, 61, Санкт-Петербург 199178, Российская Федерация

⁵Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies (C2N), Univ. Paris-Saclay,
10 Boulevard Thomas, Gobert, Palaiseau 91120, Франция

Аннотация

Данная работа посвящена подтверждению спонтанного легирования GaN нитевидных нанокристаллов, выращенных на вицинальных гибридных подложках SiC/Si, методом картирования тока, наведенного электронным пучком. Нитевидные нанокристаллы (ННК) GaN выращивались на сингулярных и вицинальных подложках SiC/Si методом молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией азота. Морфологические свойства нитевидных нанокристаллов исследуются методами растровой электронной микроскопии. Электрофизические свойства выращенных наноструктур исследуются методом картирования тока, наведенного электронным пучком.

Методом картирования тока, наведенного электронным пучком, нами было подтверждено спонтанное легирование GaN ННК, выращенных на вицинальных пластинах SiC/Si. В свою очередь, было показано, что выращенные на сингулярных подложках SiC/Si GaN ННК не демонстрирует сигнала наведенного тока, что указывает на отсутствие легирования в таком ННК.

Ключевые слова: полупроводники, GaN, нитевидные нанокристаллы, молекулярно-пучковая эпитаксия, спонтанное легирование, кремний, карбид кремния, метод наведенного тока

Источник финансирования: синтез экспериментальных образцов был выполнен при финансовой поддержке Российского научного фонда грант № 23-79-00012. Исследования морфологических свойств выращенных образцов были выполнены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования (FSRM 2023-0007). Исследования электрофизических свойств выращенных образцов были выполнены при финансовой поддержке проекта РНС KOLMOGOROV № 43784UJ (2019).

✉ Резник Родион Романович, e-mail: moment92@mail.ru

© Резник Р. Р., Гридчин В. О., Котляр К. П., Неплох В. В., Осипов А. В., Кукушкин С. А., Saket О., Tchernycheva М., Цырлин Г. Э., 2023



Для цитирования: Резник Р. Р., Гридчин В. О., Котляр К. П., Неплох В. В., Осипов А. В., Кукушкин С. А., Saket O., Tchernycheva M., Цырлин Г. Э. Подтверждение методом картирования тока, наведенного электронным пучком, самопроизвольного легирования GaN нитевидных нанокристаллов из вицинальной подложки SiC/Si. *Конденсированные среды и межфазные границы*. 2023;25(4): 526–531. <https://doi.org/10.17308/kcmf.2023.25/11474>

For citation: Reznik R. R., Gridchin V. O., Kotlyar K. P., Neploh V. V., Osipov A. V., Kukushkin S. A., Saket O., Tchernycheva M., Cirilin G. E. Confirmation of spontaneous doping of GaN nanowires grown on vicinal SiC/Si substrate by electron beam induced current mapping. *Condensed Matter and Interphases*. 2023;25(4): 526–531. <https://doi.org/10.17308/kcmf.2023.25/11474>

1. Введение

В наши дни широкозонные полупроводниковые наноструктуры на основе нитридных соединений привлекают повышенный интерес исследователей благодаря своим уникальным оптическим, электрофизическим, транспортным и другим свойствам [1–3]. Нитридные наноструктуры уже являются основой для создания ряда приложений, таких как светодиоды, солнечные элементы, транзисторы, источники одиночных фотонов и др. [4–7]. Современные методы формирования полупроводниковых наноструктур позволяют выращивать двумерные, одномерные и нульмерные объекты на основе нитридных соединений, а также их комбинации [8–11]. Одним из наиболее распространённых методов роста таких наноструктур является метод молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ). Преимущества этого метода заключаются в поддержании сверхвысокого уровня вакуума в ростовой камере, малой скорости роста, строгом контроле ростовых процессов и, как следствие, росте наноструктур высокого кристаллографического и оптического качества [12–14]. Важно отметить, что создание непланарных нитридных наноструктур, например, нитевидных нанокристаллов (ННК), в ряде случаев позволяет увеличить эффективность приборов или создавать приборы нового поколения [15, 16]. Более того, рост наноструктур в форме ННК позволяет решить проблему интеграции нитридных соединений с рассогласованными подложками [17, 18]. Тем не менее в большинстве случаев для создания приложений на основе нитридных ННК необходимо формировать участки наноструктур *p* и/или *n* типов проводимости для возможности создания контактов к ННК или образования *p-n* переходов. Для получения эффективных приборов необходимо учитывать все механизмы легирования полупроводниковых наноструктур. Как нами было показано ранее, подложка, на которой происходит рост, также может влиять на тип и уровень легирования ННК [19]. В этой работе мы продемонстрировали принципиальную возможность роста GaN ННК на сингулярных и вицинальных

гибридных подложках Si с тонким слоем SiC на поверхности, благодаря результатам оптических исследований обнаружили эффект спонтанного легирования выращенных на вицинальных подложках GaN ННК атомами Si и описали механизм легирования GaN ННК атомами Si из слоя SiC. Стоит отметить, что уровень легирования ННК оказался выше уровня растворимости Si в GaN, что открывает перспективы создания новых приложений на основе этого материала.

Данная работа посвящена подтверждению спонтанного легирования GaN ННК, выращенных на вицинальных гибридных подложках SiC/Si, методом картирования тока, наведенного электронным пучком (методом наведённого тока).

2. Экспериментальная часть

Рост GaN ННК был выполнен с помощью установки МПЭ Riber Compact 12, оснащённой эффузионным источником Ga и плазменным источником азота. В качестве подложек использовались сингулярные и вицинальные пластины Si(111) с тонким буферным слоем SiC. Технология роста GaN ННК на подложках SiC/Si подробно описана в работе [19]. Условия роста для всех образцов были идентичны. На первом этапе подложку помещали в ростовую камеру и увеличивали температуру подложки до 950 °С для термической очистки поверхности. После выдержки подложки при высокой температуре в течение 20 минут температуру подложки понижали до ростовой температуры – 870 °С. На следующем этапе инициировалась плазма азота при мощности источника 520 Вт, а поток N⁺ устанавливается на уровне 1.5 scam. Затем открывался источник Ga для роста GaN ННК на поверхности подложки. Общее время роста GaN ННК составляло 16 часов. Поток Ga из источника соответствовал давлению $1.6 \cdot 10^{-7}$ согласно предварительным калибровкам с помощью датчика Баярда–Альперта.

Изменения морфологии поверхности регистрировались *in situ* методом дифракции быстрых электронов на отражение (ДБЭО), который указывал на вюрцитную кристаллографическую фазу растущих наноструктур. Морфоло-

гические свойства выращенных наноструктур и карты наведённого тока были исследованы при комнатной температуре с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) Hitachi SU8000, оборудованного приставкой Gatan DigiScan для картирования тока, наведенного электронным пучком. Контакт с выращенными наноструктурами осуществлялся с помощью микроманипуляторов (зондов), подключенных к малому шумящему предусилителю тока SR570. Методика измерений методом наведённого тока подробно описана в работе [20].

3. Результаты и обсуждение

GaN ННК сформировались в направлении (111) на сингулярной подложке SiC/Si и на ровной поверхности вицинальной подложки SiC/Si, однако на склонах вицинальной подложки ННК сформировались и в другом направлении. Средняя высота GaN ННК составила 1.5 мкм, а средний диаметр ННК – 300 нм.

Легирование GaN ННК, выращенных на вицинальных подложках SiC/Si, было напрямую подтверждено методом картирования тока, наведенного электронным пучком. В эксперименте по методу наведённого тока вольфрамовый зонд контактирует с верхней частью GaN ННК, что приводит к появлению встроенного поля вблизи контакта зонда с ННК в связи с образованием барьера Шоттки на интерфейсе вольфрам/GaN. Это встроенное электрическое поле эффективно раз-

деляет электронно-дырочные пары, генерируемые электронным пучком, таким образом, сигнал наведённого тока может быть зарегистрирован внешним измерительным контуром, подключенным к зондам. Более того, уровень легирования GaN ННК может быть оценен через размер области пространственного заряда (ОПЗ), отображаемый на картах наведённого тока как плато на профиле сигнала [21]. При исследовании ННК, удельное сопротивление которых велико из-за отсутствия легирования, величина поля барьера Шоттки низкая и, соответственно, размер ОПЗ большой, так что электронно-дырочные пары не могут быть эффективно разделены во встроенном поле, что в совокупности с высоким сопротивлением ННК приводит к очень малому измеряемому значению сигнала наведённого тока.

Типичное РЭМ изображение с исследовательским зондом и характерная карта наведённого тока для GaN ННК, выращенного на вицинальной подложке SiC/Si, приведена на рис. 1а и 1б соответственно. На рис. 1а видно, что зонд касается вершины GaN ННК. Как видно из рис. 1б, выращенный на вицинальной подложке SiC/Si GaN ННК демонстрирует ясно различимую область сигнала наведённого тока вблизи интерфейса зонд/ННК, что указывает на крайне высокую степень легирования ННК.

Противоположная картина наблюдается для GaN ННК, выращенных на сингулярных подложках SiC/Si. На рис. 2а и 2б приведены типичное

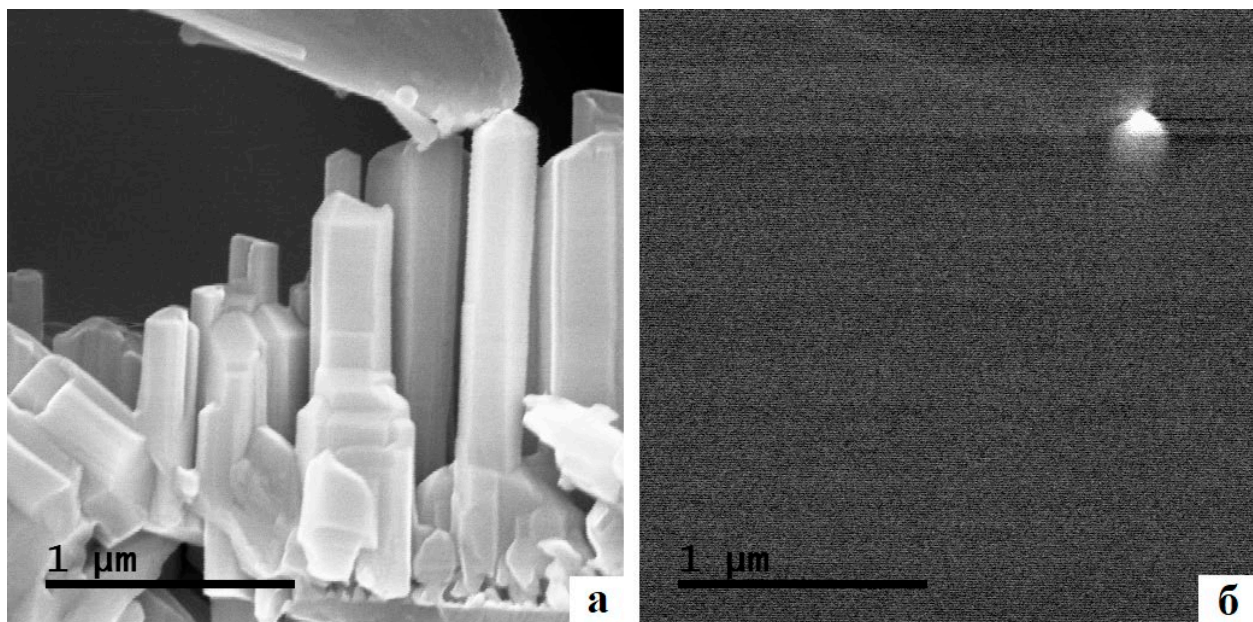


Рис. 1. Типичное РЭМ изображение с исследовательским зондом (а) и характерная карта наведённого тока для GaN ННК, выращенного на вицинальной подложке SiC/Si (б)

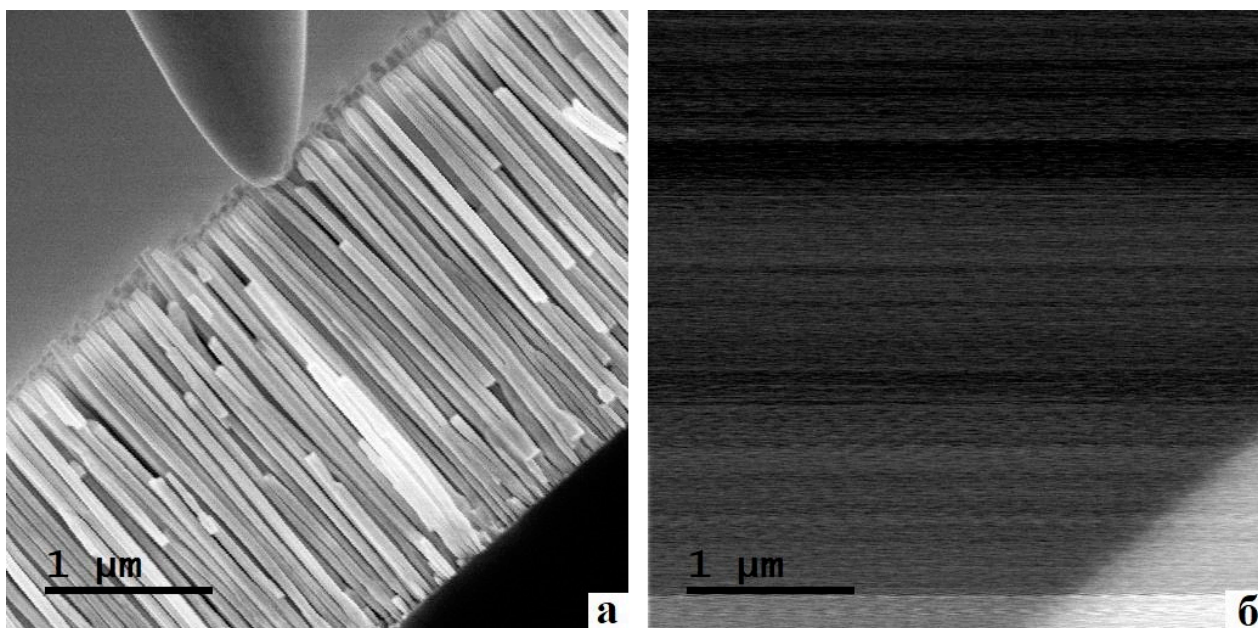


Рис. 2. Типичное РЭМ изображение с исследовательским зондом (а) и характерная карта наведённого тока для GaN ННК, выращенного на сингулярной подложке SiC/Si (б)

РЭМ изображение с исследовательским зондом и характерная карта наведённого тока для такого ННК. Как видно из рисунков, выращенный на сингулярной подложке GaN ННК не демонстрирует сигнала наведённого тока, что указывает на отсутствие легирования в таком ННК.

4. Заключение

Таким образом, методом картирования тока, наведенного электронным пучком, нами было подтверждено спонтанное легирование GaN ННК, выращенных на вицинальных пластинах SiC/Si. В свою очередь, было показано, что выращенные на сингулярных подложках SiC/Si GaN ННК не демонстрирует сигнала наведённого тока, что указывает на отсутствие легирования в таком ННК.

Заявленный вклад авторов

Резник Р. Р. – выращивание образцов, планирование эксперимента, написание текста, итоговые выводы. Гридчин В. О. – выращивание образцов. Котляр К. П. – измерения образцов с помощью РЭМ. Неплох В. В. – анализ полученных результатов. Осипов А. В. – изготовление подложек для роста. Кукушкин С. А. – изготовление подложек для роста. Saket O. – исследование электрофизических свойств образцов. Tchernycheva M. – исследование электрофизических свойств образцов, анализ результатов. Цырлин Г. Э. – планирование экспериментов, анализ результатов.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет известных финансовых конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в этой статье.

Список литературы

1. Kente T., Mhlanga S. D. Gallium nitride nanostructures: Synthesis, characterization and applications. *Journal of Crystal Growth*. 2016;444: 55–72. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2016.03.033>
2. Patra S. K., Schulz S. Electrostatic built-in fields in wurtzite III-N nanostructures: Impact of growth plane on second-order piezoelectricity. *Physical Review B*. 2017;96(15): 155307. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.96.155307>
3. Gridchin V. O., Kotlyar K. P., Reznik R. R., Borodin B. R., Kudryashov D. A., Alekseev P. A., Ciriln G. E. Electrical properties of InGaN nanostructures with branched morphology synthesized via MBE on p-type Si (111). *Journal of Physics: Conference Series*. 2020;1695(1): 012030. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1695/1/012030>
4. Pearton S. J., Ren F. GaN electronics. *Advanced Materials*. 2000;12(21): 1571–1580. [https://doi.org/10.1002/1521-4095\(200011\)12:21<1571::AID-ADMA1571>3.0.CO;2-T](https://doi.org/10.1002/1521-4095(200011)12:21<1571::AID-ADMA1571>3.0.CO;2-T)
5. Chen F., Ji X., Lau S. P. Recent progress in group III-nitride nanostructures: From materials to applications. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2020;142: 100578. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2020.100578>

6. Gridchin V. O., Kotlyar K. P., Reznik R. R., ... Cirlin G. G. Multi-colour light emission from InGaN nanowires monolithically grown on Si substrate by MBE. *Nanotechnology*. 2021;32(33): 335604. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/ac0027>
7. Tijent F. Z., Voss P., Faqir M. Recent advances in InGaN nanowires for hydrogen production using photoelectrochemical water splitting. *Materials Today Energy*. 2023;33: 101275. <https://doi.org/10.1016/j.mtener.2023.101275>
8. Mäntynen H., Anttu N., Sun Z., Lipsanen H. Single-photon sources with quantum dots in III–V nanowires. *Nanophotonics*. 2019;8(5): 747–769. <https://doi.org/10.1515/nanoph-2019-0007>
9. Leandro L., Gunnarsson C. P., Reznik R., ... Akopian, N. Nanowire quantum dots tuned to atomic resonances. *Nano Letters*. 2018;18(11): 7217–7221. <https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.8b03363>
10. Heiss M., Fontana Y., Gustafsson A., ... Fontcuberta i Morral A. Self-assembled quantum dots in a nanowire system for quantum photonics. *Nature Materials*. 2013;12(5): 439–444. <https://doi.org/10.1038/NMAT3557>
11. Deshpande S., Frost T., Yan L., ... Bhattacharya P. Formation and nature of InGaN quantum dots in GaN nanowires. *Nano Letters*. 2015;15(3): 1647–1653. <https://doi.org/10.1021/nl5041989>
12. Consonni V. Self-induced growth of GaN nanowires by molecular beam epitaxy: A critical review of the formation mechanisms. *Physica Status Solidi (RRL)–Rapid Research Letters*. 2013;7(10): 699–712. <https://doi.org/10.1002/pssr.201307237>
13. Arthur J. R. Molecular beam epitaxy. *Surface Science*. 2002;500(1-3): 189–217.
14. Dubrovskii V. G. Theory of diffusion-induced selective area growth of III–V nanostructures. *Physical Review Materials*. 2023;7(2): 026001. <https://doi.org/10.1103/PhysRevMaterials.7.026001>
15. Tribu A., Sallen G., Aichele T., ... Kheng K. A high-temperature single-photon source from nanowire quantum dots. *Nano Letters*. 2008;8(12): 4326–4329. <https://doi.org/10.1021/nl802160z>
16. Alekseev P. A., Sharov V. A., ... Lähderanta E. Piezoelectric current generation in wurtzite GaAs nanowires. *Physica Status Solidi (RRL) – Rapid Research Letters*. 2018;12(1): 1700358. <https://doi.org/10.1002/pssr.201700358>
17. Cirlin G. E., Reznik R. R., Shtrom I. V., ... Akopian N. AlGaAs and AlGaAs/GaAs/AlGaAs nanowires grown by molecular beam epitaxy on silicon substrates. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2017;50(48): 484003. <https://doi.org/10.1088/1361-6463/aa9169>
18. Cirlin G. E., Dubrovskii V. G., Soshnikov I. P., ... Glas F. Critical diameters and temperature domains for MBE growth of III–V nanowires on lattice mismatched substrates. *Physica Status Solidi (RRL) – Rapid Research Letters*. 2009;3(4): 112–114. <https://doi.org/10.1002/pssr.200903057>
19. Talalaev V. G., Tomm J. W., Kukushkin S. A., ... Cirlin G. E. Ascending Si diffusion into growing GaN nanowires from the SiC/Si substrate: up to the solubility limit and beyond. *Nanotechnology*. 2020;31(29): 294003. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/ab83b6>
20. Lavenus P., Messanvi A., Rigutti L. ... Tchernycheva M. Experimental and theoretical analysis of transport properties of core–shell wire light emitting diodes probed by electron beam induced current microscopy. *Nanotechnology*. 2014;25(25): 255201. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/25/25/255201>
21. Yakimov E. B., Borisov S. S., Zaitsev S. I. EBIC measurements of small diffusion length in semiconductor structures. *Semiconductors*. 2007;41: 411–413. <https://doi.org/10.1134/s1063782607040094>

Информация об авторах

Резник Родион Романович, к. ф.-м. н., заведующий лабораторией, Санкт-Петербургский государственный университет; Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет имени Ж. И. Алфёрова Российской академии наук; Институт аналитического приборостроения Российской академии наук (Санкт-Петербург, Российская Федерация).

<https://orcid.org/0000-0003-1420-7515>
moment92@mail.ru

Гридчин Владислав Олегович, к. ф.-м. н., м. н. с., Санкт-Петербургский государственный университет; Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет имени Ж. И. Алфёрова Российской академии наук; Институт аналитического приборостроения Российской академии наук (Санкт-Петербург, Российская Федерация).

<https://orcid.org/0000-0002-6522-3673>
gridchinfo@gmail.com

Котляр Константин Павлович, к. ф.-м. н., м. н. с., Санкт-Петербургский государственный университет; Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет имени Ж. И. Алфёрова Российской академии наук; Институт аналитического приборостроения Российской академии наук (Санкт-Петербург, Российская Федерация).

<https://orcid.org/0000-0002-0305-0156>
konstantin21kt@gmail.com

Непlox Владимир Владимирович, к. ф.-м. н., с. н. с., Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет имени Ж. И. Алфёрова Российской академии наук (Санкт-Петербург, Российская Федерация).

<https://orcid.org/0000-0001-8158-0681>
vnepllox@gmail.com

Осипов Андрей Викторович, д. ф.-м. н., гл. н. с., Институт проблем машиноведения Российской академии наук (Санкт-Петербург, Российская Федерация).

<https://orcid.org/0000-0002-2911-7806>
andrey.v.osipov@gmail.com

Кукушкин Сергей Арсеньевич, д. ф.-м. н., заведующий лабораторией, Институт проблем машиноведения Российской академии наук (Санкт-Петербург, Российская Федерация).

<https://orcid.org/0000-0002-2973-8645>
sergey.a.kukushkin@gmail.com

Omar Saket, к. ф.-м. н., н. с., Центр нанонаук и нанотехнологий (C2N), Университет Париж-Сакле (Палезо, Франция).

<https://orcid.org/0000-0002-9002-5871>
omar.saket@c2n.upsaclay.fr

Maria Tchernycheva, д. ф.-м. н., заведующая лабораторией, Центр нанонаук и нанотехнологий (C2N), Университет Париж-Сакле (Палезо, Франция).

<https://orcid.org/0000-0003-4144-0793>
maria.tchernycheva@c2n.upsaclay.fr

Цырлин Георгий Эрнстович, д. ф.-м. н., заведующий лабораторией, Санкт-Петербургский государственный университет; Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет имени Ж. И. Алфёрова Российской академии наук; Институт аналитического приборостроения Российской академии наук (Санкт-Петербург, Российская Федерация).

<https://orcid.org/0000-0003-0476-3630>
cirlin.beam@mail.ioffe.ru

Поступила в редакцию 20.09.2023; одобрена после рецензирования 28.09.2023; принята к публикации 16.10.2023; опубликована онлайн 25.12.2023.