

На правах рукописи



Сысоева Светлана Геннадьевна

**ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ И РАЗРУШЕНИЕ ГЕТЕРОСТРУКТУР
НА ОСНОВЕ InGaN/GaN ПРИ ОБЛУЧЕНИИ СИЛЬНОТОЧНЫМ
ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ**

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Томск 2018

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ФГАОУ ВО НИ ТПУ).

Научный руководитель: **Олешко Владимир Иванович**
доктор физико-математических наук, профессор

Официальные оппоненты: **Никифоров Сергей Владимирович**
доктор физико-математических наук, доцент
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», профессор кафедры «Физические методы и приборы контроля качества»

Липатов Евгений Игоревич
кандидат физико-математических наук,
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт сильноточной электроники Сибирского отделения
Российской академии наук, научный сотрудник лаборатории
оптических излучений

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
Сибирского отделения Российской академии наук

Защита состоится «16» мая 2018 г. в 14:00 на заседании диссертационного совета Д 212.269.02 при ФГАОУ ВО НИ ТПУ по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ФГАОУ ВО НИ ТПУ и на сайте <http://portal.tpu.ru/council/909/worklist>

Автореферат разослан «___» _____ 2018 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.269.02
доктор физико-математических наук
старший научный сотрудник

М.В. Коровкин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Исследование наноструктурированных материалов является одним из наиболее активно развивающихся направлений современной физики конденсированного состояния. В этих исследованиях важное место отводится изучению люминесцентных свойств и радиационной стойкости гетероструктур на основе квантоворазмерной активной области InGaN/GaN, что связано с необходимостью решения новых фундаментальных и прикладных проблем оптоэлектроники и нанофотоники.

Благодаря созданию и совершенствованию гетероструктур на основе нитридов III-группы твердотельная электроника за последние два десятилетия достигла впечатляющих результатов. На базе данных материалов разработаны различные компоненты фотоники, силовой и СВЧ-электроники. Потребность в гетероструктурах InGaN/GaN продолжает неуклонно расти. Производство высококачественных наногетероструктур с заданными характеристиками и высокой надежностью требует, в первую очередь, глубокого понимания механизмов излучательной рекомбинации и деградации в данных материалах. Кроме того, в процессе выращивания гетероструктур необходимы эффективные, экспрессные и недорогие методы их диагностики.

Степень разработанности темы исследования. Свойства наноразмерных структур сильно отличаются от таковых для объемных полупроводниковых макрокристаллов и могут быть исследованы с применением современных высокоинформативных методов, в частности метода импульсной люминесцентной спектроскопии с временным разрешением и возбуждением сильноточным электронным пучком (СЭП) наносекундной длительности. Термин «сильноточный электронный пучок» используется в значении, которое было заложено в него в первых работах [1, 2] по исследованию взрывной электронной эмиссии с применением высоковольтных генераторов импульсных напряжений. На сегодняшний день СЭП успешно применяется в качестве источника возбуждения люминесценции макрокристаллов [3], позволяя получить информацию о процессах излучательной рекомбинации в образцах, линейные размеры которых превышают глубину проникновения высокоэнергетических электронов. Значение тока СЭП достигает величины $10^3 - 10^5$ А. В отличие от слаботочных электронных пучков, плотность тока j которых не превышает 10^{-5} А/см², сильноточные характеризуются величиной $j \geq 1$ А/см², что обуславливает создание высокого уровня и плотности ионизации одновременно, формирование плотной электронно-дырочной плазмы, передачу кристаллической решетке энергии, достаточной для быстрого разогрева

(термоудар), формирование больших электрических полей и интенсивных продольных и изгибных акустических волн [2, 4]. В отличие от макрокристаллов возможности и преимущества применения СЭП для исследования свойств наногетероструктур, выращенных в различных технологических условиях, на момент начала данной работы были не изучены, кроме того отсутствовали работы по определению радиационной стойкости гетероструктур на основе InGaN-квантовых ям (КЯ), в частности их разрушения, под действием СЭП, что необходимо для применения высокоэнергетических электронных пучков в качестве источника возбуждения люминесценции данных материалов.

Цель работы – экспериментальное выявление закономерностей люминесценции и определение механизма разрушения гетероструктур на основе квантоворазмерной активной области InGaN/GaN, выращенных на сапфировых подложках, при облучении СЭП наносекундной длительности.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Проведение измерений амплитудных и спектрально-кинетических характеристик катодолюминесценции (КЛ) гетероструктур InGaN/GaN и эпитаксиальных слоев GaN с разной плотностью дислокаций при возбуждении СЭП и их сравнение с характеристиками фотолюминесценции (ФЛ) исследуемых образцов.

2. Определение влияния уровня возбуждения на люминесцентные характеристики гетероструктур InGaN/GaN.

3. Выявление особенностей и определение механизма формирования разрушений в гетероструктурах InGaN/GaN и эпитаксиальных слоях GaN при облучении СЭП.

4. Оценка возможности и преимуществ применения СЭП для исследования и диагностики гетероструктур InGaN/GaN и эпитаксиальных слоев GaN, выращенных в разных технологических условиях.

Научная новизна работы

1. Обнаружен переход спонтанного излучения InGaN-КЯ и слоев GaN в сверхлинейный режим в гетероструктурах с плотностью дислокаций $\sim 10^7 - 10^8 \text{ см}^{-2}$, не имеющих искусственно созданных зеркал обратной связи, при достижении порогового значения плотности энергии СЭП, величина которого индивидуальна для каждого образца и варьируется в пределах $H = 0,1 \div 0,2 \text{ Дж/см}^2$ при $T = 300 \text{ К}$.

2. Обнаружена желто-зеленая полоса в спектрах ФЛ синих светодиодных гетероструктур InGaN/GaN, которая имеет одинаковое положение максимума (2,25 эВ) в образцах с различным дизайном активной области InGaN/GaN,

а положение максимума ее полосы возбуждения совпадает с максимумом спонтанной КЛ слоев GaN (3,36 – 3,37 эВ), что дает основания предполагать о связи желто-зеленой полосы с излучательной рекомбинацией в дефектах, присутствующих в слоях GaN. Для желто-зеленой люминесценции исследуемых гетероструктур сформирована схема энергетических переходов.

3. Установлена величина плотности дислокаций в эпитаксиальных слоях GaN $\sim 8 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$, ниже которой наблюдается резкое (близкое к линейному) увеличение интенсивности экситонной полосы КЛ и ФЛ слоев GaN, а выше которой наблюдается существенное снижение порога инициирования радиационно-стимулированного электрического пробоя и хрупкого раскола в данных материалах.

4. Установлены два механизма формирования разрушений в гетероструктурах InGaN/GaN под действием СЭП – электроразрядный и термоупругий. Первый реализуется при многократном импульсном облучении образцов СЭП с плотностью энергии $H \geq 0,15 \div 0,30 \text{ Дж/см}^2$, второй – при однократном импульсном облучении с $H \geq 0,6 \text{ Дж/см}^2$.

5. На основе анализа закономерностей и особенностей разрушения гетероструктур InGaN/GaN различной предыстории установлено, что микроразрушения, индуцированные в гетероструктурах под действием СЭП, формируются в местах локализации электрических микронеоднородностей технологического происхождения, что легло в основу запатентованного способа диагностики электрических микронеоднородностей в данных материалах.

6. Обнаружено, что микроразрушения, образовавшиеся в гетероструктурах InGaN/GaN под действием СЭП, проявляются в виде темных точек и линий на фоне спонтанной люминесценции InGaN-КЯ и могут выступать в роли пассивных оптических элементов, которые перераспределяют стимулированное излучение InGaN-КЯ в пространстве.

Теоретическая значимость работы. Результаты диссертационной работы вносят вклад в фундаментальные исследования процессов излучения в тонкопленочных гетероструктурах с квантоворазмерной активной областью InGaN/GaN и формирования в них электронно-пучковых разрушений при облучении высокоэнергетическим СЭП наносекундной длительности. Установлен ряд закономерностей люминесценции гетероструктур InGaN/GaN, возбуждаемой СЭП. Сформирована схема энергетических переходов, приводящих к формированию дефектной желто-зеленой люминесценции в гетероструктурах InGaN/GaN, выращенных в различных технологических условиях. Экспериментально обоснована применимость моделей электро-

разрядного и термоупругого механизмов разрушения гетероструктур InGaN/GaN и эпитаксиальных слоев GaN при облучении СЭП.

Практическая значимость работы. В диссертационной работе показана возможность использования СЭП наносекундной длительности для люминесцентного контроля и диагностики гетероструктур на основе квантоворазмерных слоев InGaN/GaN, главными преимуществами которого являются однородное возбуждение всех слоев и получение информации о структуре как о сложной оптической системе, не вызывая появления новых полос в спектрах КЛ. Разработан способ диагностики электрических микронеоднородностей в гетероструктурах с различным дизайном активной области InGaN/GaN, позволяющий визуализировать пространственное распределение электрических микронеоднородностей при облучении гетероструктуры СЭП. Обнаружено, что микроразрушения, возникающие в гетероструктурах InGaN/GaN под действием СЭП, не изменяют спектральный состав люминесценции, а лишь перераспределяют стимулированное излучение квантовых ям InGaN/GaN в пространстве, что делает возможным применение данных электронно-пучковых разрушений в качестве пассивных оптических элементов.

Методология и методы исследования. Методологической основой диссертационного исследования являются общенаучные и специальные методы, применяемые в области радиационной физики твердого тела. Среди специальных методов исследования можно выделить: время-разрешенную люминесцентную спектрометрию, регистрацию интегральных спектров люминесценции, измерение спектров возбуждения и пропускания, микрофотографирование распределения остаточных разрушений и люминесценции образцов.

Люминесцентные характеристики исследуемых образцов измерялись с использованием различных источников возбуждения (СЭП, N₂-лазер, Хе-лампа), что позволило варьировать уровень возбуждения в широком диапазоне и изучать нелинейные процессы в наногетероструктурах, такие как переход спонтанной люминесценции в режим стимулированного излучения, электрический пробой и разрушение. Проведены аналогии между наблюдаемыми закономерностями разрушения в гетероструктурах на основе квантоворазмерной активной области InGaN/GaN и в макрокристаллах полупроводников и диэлектриков. Многочисленные экспериментальные данные обобщены, на их основе сформулированы научные положения и выводы.

Научные положения, выносимые на защиту

1. В гетероструктурах на основе квантоворазмерной активной области InGaN/GaN с плотностью дислокаций менее 10^8 см^{-2} , не имеющих искусственно созданных зеркал обратной связи, осуществляется переход спонтанной люминесценции квантовых ям InGaN и базового слоя GaN в стимулированный режим при облучении образцов СЭП с плотностью энергии, превышающей пороговое значение, величина которого индивидуальна для каждой гетероструктуры и варьируется в диапазоне $0,1 - 0,2 \text{ Дж/см}^2$ при $T = 300 \text{ К}$.

2. Основными факторами разрушающего воздействия сильноточного электронного пучка на гетероструктуры InGaN/GaN, выращенные на сапфировых подложках, являются – электрический пробой, приводящий к формированию микроразрушений в зоне облучения, и термоударные напряжения, приводящие к формированию макротрещин и отколов в зоне облучения и за ее пределами.

3. Микроразрушения, индуцированные сильноточным электронным пучком в гетероструктурах InGaN/GaN, выращенных на сапфировых подложках, имеют неоднородное пространственное распределение по поверхности гетероструктуры и формируются в местах локализации электрических микронеоднородностей технологического происхождения.

Достоверность результатов. Научные положения и выводы, представленные в работе, подкреплены результатами многочисленных экспериментов, которые характеризуются воспроизводимостью и непротиворечивостью. Для решения поставленных задач использовались современные методы исследования и комплексный подход. Измерения осуществлялись при использовании аттестованного оборудования, выполнении требуемых калибровок приборов и юстировки оптических трактов. Обработка данных проводилась с применением статистических методов, расчеты – на основе известных формул. Полученные результаты не противоречат фундаментальным положениям физики конденсированного состояния, радиационной физики твердого тела и согласуются с литературными данными, полученными для полупроводниковых макрокристаллов.

Личный вклад автора. Общая постановка цели и задач исследования проведена совместно с научным руководителем. Выбор методов их решения, проведение экспериментов, обработка, анализ и интерпретация результатов, формулировка защищаемых положений и выводов диссертации выполнены лично автором. В работах, опубликованных в соавторстве, соискателю принадлежат результаты, вошедшие в сформулированные защищаемые положения.

Апробация работы. Основные результаты диссертации докладывались на международных и всероссийских конференциях: 3rd International Congress on Radiation Physics and Chemistry of Condensed Matter, High Current Electronics and Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows (Tomsk, 2012); Международная научно-практическая конференция «Актуальные проблемы радиофизики» (Томск, 2012; Томск, 2013); Всероссийская конференция «Нитриды галлия, индия и алюминия: структуры и приборы» (Москва, 2013; Санкт-Петербург, 2015); 17th International Conference on Radiation Effects in Insulators (Helsinki, 2013); International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (Tomsk, 2014; Tomsk, 2016); VI Международная научно-техническая конференция молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» (Томск, 2017).

Публикации. Основные результаты диссертации опубликованы в 16 печатных работах, из них 7 научных статей в рецензируемых журналах из перечня ВАК, 1 патент на изобретение, 1 научная статья в рецензируемом электронном журнале, и 7 тезисов в материалах конференций.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и списка цитируемой литературы, изложенных на 156 страницах машинописного текста. Работа включает 65 рисунков, 11 таблиц и список литературы из 174 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обосновывается актуальность темы исследования, сформулирована цель, приведены новые научные результаты, полученные в ходе исследования, показана теоретическая и практическая значимость работы, сформулированы научные положения, выносимые на защиту.

Первая глава является обзором отечественных и зарубежных литературных данных в области взаимодействия СЭП с полупроводниками и диэлектриками, исследований люминесценции и деградации гетероструктур InGaN/GaN. Выявлены актуальные проблемы в данных областях исследования, сформулированы ключевые задачи диссертационной работы.

Во **второй главе** представлено описание исследуемых образцов и методических особенностей проведения экспериментов.

В качестве образцов использовались светодиодные гетероструктуры на основе квантоворазмерной активной области InGaN/GaN и эпитаксиальные слои GaN, выращенные методом металлоорганической газофазной эпитаксии на сапфире [0001] в различных технологических условиях на предприятиях,

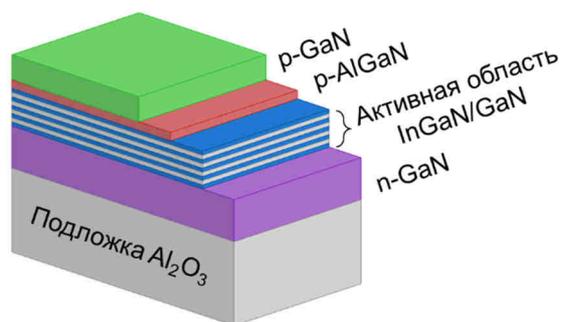


Рис. 1. Общая схема исследуемых гетероструктур ГС-1 – ГС-7.

область InGaN/GaN в разных гетероструктурах (Рис. 1) состояла из множественных КЯ (в ГС-1, ГС-4 – ГС-7), короткопериодных сверхрешеток (в ГС-2) и одиночной КЯ (в ГС-3). Плотность дислокаций в образцах ГС-1 – ГС-7 варьировалась в диапазоне $\sim 10^7 - 10^9 \text{ см}^{-2}$. Содержание пронизывающих дислокаций в образцах GaN-1 – GaN-4 (Рис. 2) представлено в табл. 1.

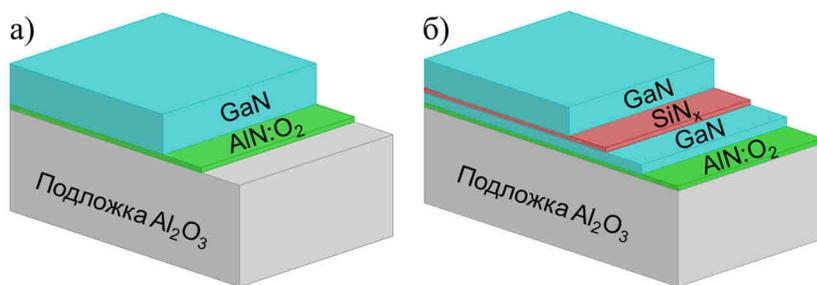


Рис. 2. Структура образцов GaN-1 (а) и GaN-2 – GaN-4 (б).

В ходе экспериментальных исследований применялись такие методики как фото- и катодолуминесцентная спектрометрия с наносекундным временным разрешением, измерение спектров пропускания и возбуждения, интегральных (за импульс возбуждения) спектров люминесценции, низкотемпературные (в диапазоне 15 – 300 К) измерения спектров излучения, фотографирование спектров люминесценции и микрофотографирование распределения остаточных разрушений и люминесценции образцов. В качестве источников возбуждения люминесценции использовались: СЭП (Табл. 2), формируемый с помощью импульсного ускорителя электронов на базе ГИН-600; импульсный N₂-лазер; импульсная Хе-лампа, входящая в состав спектрофлуориметра Cary Eclipse.

Табл. 2. Параметры СЭП

Параметр СЭП	Значение параметра СЭП
Максимальная энергия электронов, кэВ	350
Средняя энергия электронов, кэВ	250
Длительность импульса тока электронов, нс	15
Плотность тока пучка электронов, А/см ²	0,1 ÷ 1000
Плотность энергии пучка электронов, Дж/см ²	0,005 ÷ 1

расположенных в России, Германии и Тайване. В рамках данной работы образцам присвоены условные обозначения: ГС-1 – ГС-7 для гетероструктур на основе квантоворазмерной активной области InGaN/GaN (Рис. 1) и GaN-1 – GaN-4 для эпитаксиальных слоев нитрида галлия (Рис. 2). Активная

Табл. 1. Плотность дислокаций в образцах GaN-1 – GaN-4

Образец	Плотность дислокаций, см ⁻²
GaN-1	$2,0 \cdot 10^9$
GaN-2	$7,6 \cdot 10^8$
GaN-3	$4,8 \cdot 10^8$
GaN-4	$2,6 \cdot 10^8$

Третья глава посвящена выявлению закономерностей и особенностей люминесценции гетероструктур InGaN/GaN и эпитаксиальных слоев GaN при возбуждении СЭП.

Пронизывающие дислокации, образующиеся в процессе роста эпитаксиальных слоев GaN, способствуют рекомбинации носителей заряда в слоях GaN по безызлучательным каналам. При плотности дислокаций $\leq 8 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ наблюдается резкое (близкое к линейному) увеличение интенсивности экситонной полосы КЛ и ФЛ слоев GaN. Для гетероструктур InGaN/GaN наблюдается корреляция между плотностью дислокаций и формированием полос стимулированного излучения InGaN-КЯ. Выявлены следующие закономерности *стимулированной КЛ квантоворазмерной активной области InGaN* в гетероструктурах, не имеющих искусственно созданных зеркал обратной связи:

- появление узкой линии излучения (FWHM ≈ 17 мэВ) на низкоэнергетическом крыле полосы спонтанной КЛ (FWHM ≈ 110 мэВ) при достижении порогового значения плотности энергии СЭП (Рис. 3). Порог перехода спонтанного излучения в стимулированный режим индивидуален для каждого образца. Для гетероструктур с плотностью дислокаций $\sim 10^7 - 10^8 \text{ см}^{-2}$ пороговое значение лежит в пределах $H = 0,1 \div 0,2 \text{ Дж/см}^2$ при $T = 300 \text{ К}$, для образцов с плотностью дислокаций $\geq 10^9 \text{ см}^{-2}$ стимулированная КЛ InGaN отсутствует вплоть до верхнего значения $H = 0,5 \text{ Дж/см}^2$, используемого для возбуждения люминесценции гетероструктур;
- сверхлинейный рост интенсивности полосы при увеличении плотности энергии СЭП выше порогового значения;
- уширение полосы при плотности энергии $H \geq 0,3 \text{ Дж/см}^2$ (Рис. 3);
- малое время затухания $\tau < 15 \text{ нс}$ (не превышающее временное разрешение экспериментальной установки);
- снижение порога перехода спонтанной люминесценции InGaN в стимулированный режим при уменьшении температуры (Рис. 4).

В спектрах КЛ ряда гетероструктур InGaN/GaN наблюдается формирование *стимулированной люминесценции базового слоя GaN* (Рис. 3), для которой характерны следующие особенности: появление узкой линии излучения на низкоэнергетическом крыле спонтанной полосы GaN при более высоких значениях плотности энергии СЭП ($H \approx 0,18 \div 0,20 \text{ Дж/см}^2$), чем для InGaN-КЯ; присутствие спонтанной полосы GaN (при 3,36 – 3,37 эВ) на фоне полосы стимулированной люминесценции GaN вплоть до верхнего значения $H = 0,5 \text{ Дж/см}^2$, используемого для возбуждения исследуемых образцов; уширение полосы при плотности энергии $H \geq 0,3 \text{ Дж/см}^2$; малое время затухания $\tau < 15 \text{ нс}$.

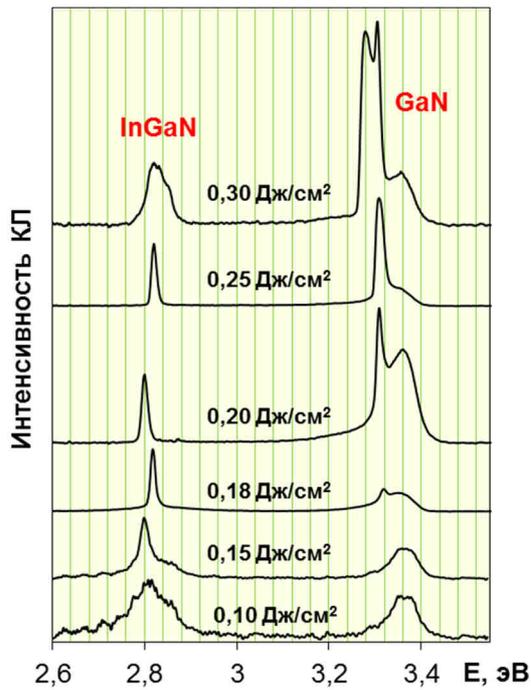


Рис. 3. Спектры КЛ образца ГС-2 при облучении СЭП с разной плотностью энергии, масштабированные таким образом, что интенсивность КЛ полосы InGaN при всех уровнях возбуждения одинакова. $T = 300$ К.

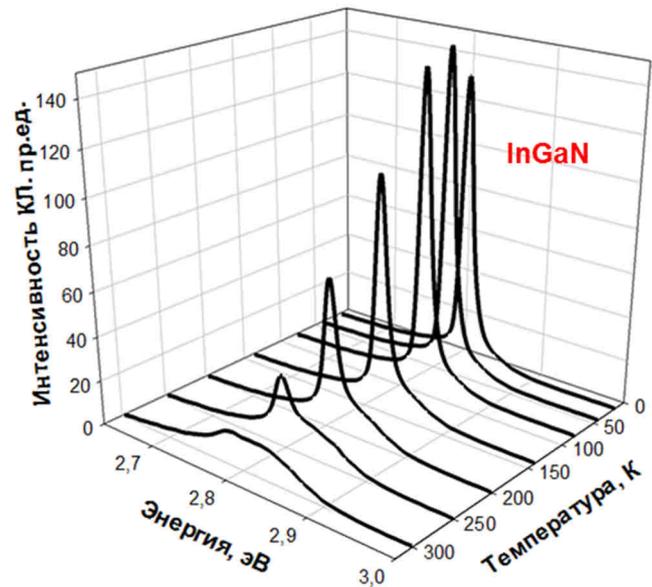


Рис. 4. Температурная зависимость спектров КЛ полосы InGaN образца ГС-1 при облучении СЭП с $H = 0,056$ Дж/см².

Для спонтанной люминесценции квантоворазмерной активной области InGaN выявлены следующие закономерности:

- высокоэнергетический сдвиг и увеличение полуширины полосы с ростом уровня возбуждения (Рис. 5);
- высокоэнергетический сдвиг и увеличение интенсивности полосы при уменьшении температуры от 300 до 15 К;
- низкоэнергетический сдвиг и уменьшение полуширины полосы с ростом временной задержки регистрации спектров (Рис. 6);
- неэкспоненциальный характер затухания люминесценции. Время затухания люминесценции InGaN-КЯ достигает десятков наносекунд при $T = 300$ К и определяется предысторией образцов и уровнем возбуждения;
- влияние количества КЯ на положение спектра люминесценции в образцах, выращенных в одинаковых технологических условиях. Полоса излучения множественных КЯ InGaN находится в низкоэнергетической области по сравнению с полосой излучения одиночной КЯ InGaN при одинаковых уровнях возбуждения;
- незначительное влияния уровня возбуждения на длительность импульса КЛ в образце с одиночной КЯ (Рис. 7, а);

– сильное влияние уровня возбуждения на длительность импульса КЛ в спектральной области, соответствующей низкоэнергетическому крылу полосы InGaN в образце с множественными КЯ (Рис. 7, б).

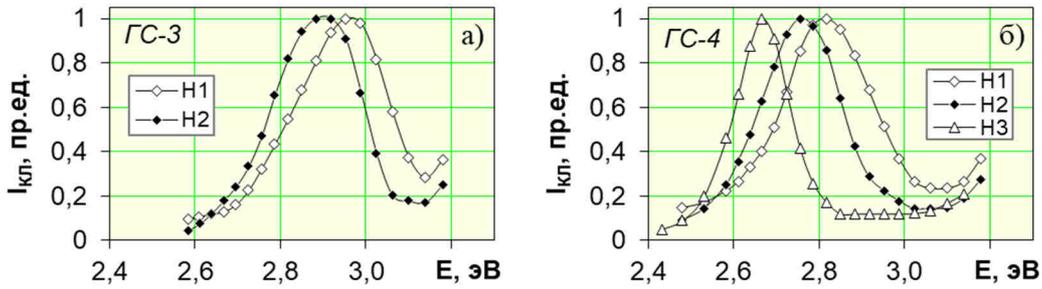


Рис. 5. Нормированные спектры КЛ InGaN-КЯ в образцах ГС-3 (а) и ГС-4 (б), измеренные при плотностях энергии СЭП: $H1 = 0,25 \text{ Дж/см}^2$, $H2 = 0,01 \text{ Дж/см}^2$, $H3 = 0,005 \text{ Дж/см}^2$.

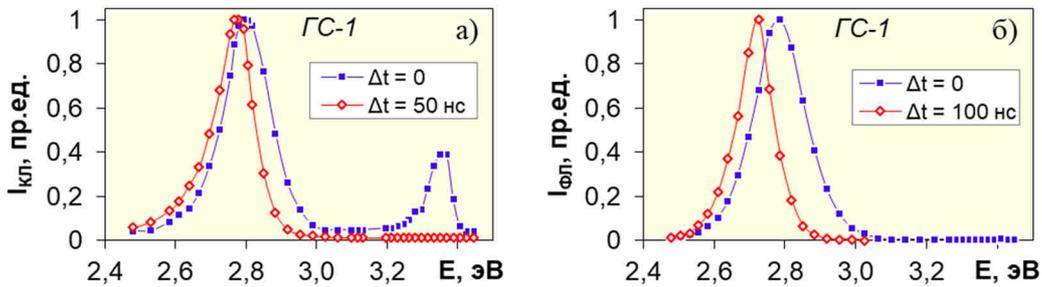


Рис. 6. Нормированные спектры время-разрешенной люминесценции образца ГС-1 при возбуждении СЭП с $H = 0,01 \text{ Дж/см}^2$ (а) и N_2 -лазером с $W = 2 \cdot 10^4 \text{ Вт/см}^2$ (б).

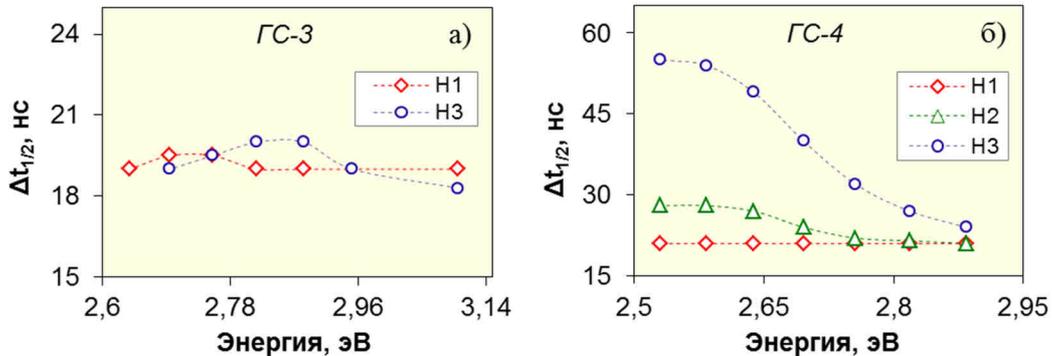


Рис. 7. Зависимость длительности импульса КЛ, измеренная на полувысоте, от энергии излучения образцов ГС-3 (а) и ГС-4 (б) при разных плотностях энергии СЭП:
 $H1 = 0,25 \text{ Дж/см}^2$, $H2 = 0,05 \text{ Дж/см}^2$, $H3 = 0,01 \text{ Дж/см}^2$.

Закономерности спонтанной люминесценции InGaN-КЯ согласуются с моделью излучательной рекомбинации в хвостах двумерной плотности состояний. Особенности стимулированной КЛ InGaN-КЯ и слоев GaN дают основание предположить, что механизм ее возникновения обусловлен излучательной рекомбинацией в электронно-дырочной плазме, образующейся при достижении уровня возбуждения порогового значения, и самопроизвольным формированием обратной связи при участии граней облучаемой пластины и неоднородностей кристаллической решетки.

Вклад люминесценции подложки Al_2O_3 в спектр КЛ гетероструктур InGaN/GaN при облучении СЭП оказался незначительным на фоне полос люминесценции активной области InGaN и слоев GaN , интенсивность которых не менее чем на порядок превосходит интенсивность излучения подложки. Для регистрации КЛ подложек Al_2O_3 при облучении образцов со стороны гетероструктуры плотность энергии СЭП должна иметь значение $H \geq 0,3 \text{ Дж/см}^2$.

Обнаружена желто-зеленая полоса в спектрах ФЛ исследуемых образцов (Рис. 8, а), которая имеет одинаковое положение максимума (2,25 эВ) в гетероструктурах с различным дизайном активной области InGaN . Положение максимума полосы возбуждения желто-зеленой ФЛ совпадает с максимумом спонтанной люминесценции слоев GaN (3,36 – 3,37 эВ), а в спектре возбуждения желто-зеленой ФЛ отдельных образцов присутствует «дополнительная» низкоэнергетическая полоса и высокоэнергетический «хвост», что дает основания предположить о формировании близких по составу дефектных комплексов в слоях GaN синих светоизлучающих гетероструктур на основе InGaN -КЯ, ответственных за возникновение желто-зеленой люминесценции. На основе спектров возбуждения и люминесценции желто-зеленой и основной синей полос (Рис. 8), измеренных на спектрофлуориметре Cary Eclipse, сформированы схемы энергетических переходов в исследуемых гетероструктурах InGaN/GaN .

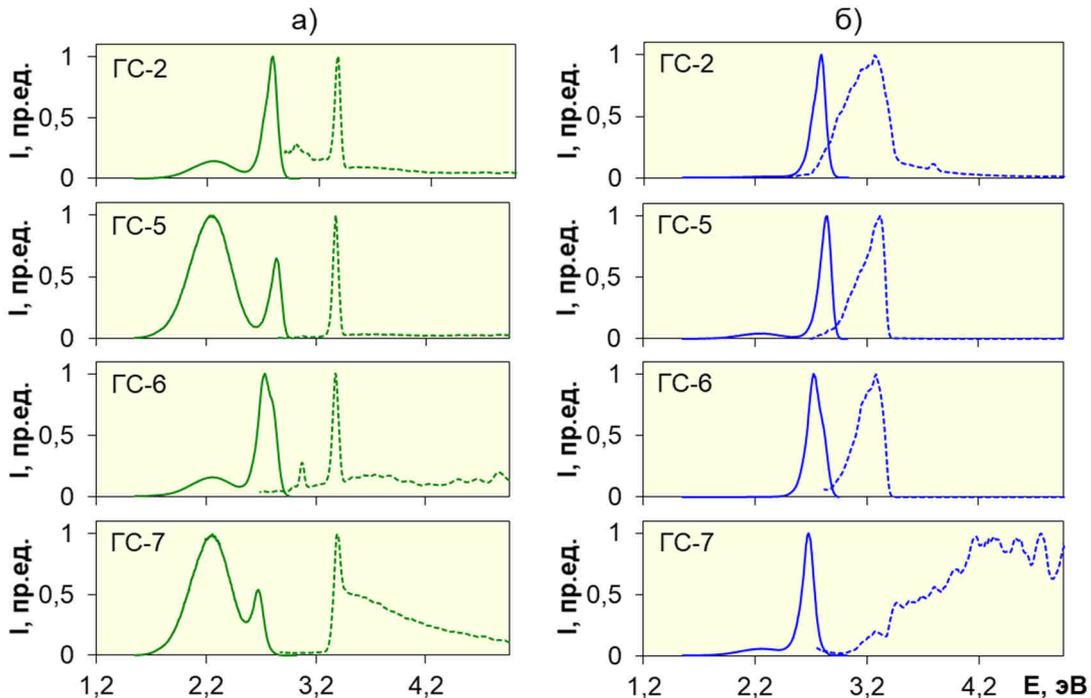


Рис. 8. Спектры люминесценции (сплошная линия), измеренные при фотовозбуждении с энергией, соответствующей максимуму спектра возбуждения (штриховая линия) желто-зеленой (а) и синей (б) ФЛ, в различных гетероструктурах.

В четвертой главе представлены результаты экспериментальных исследований разрушения эпитаксиальных слоев GaN и гетероструктур InGaN/GaN, выращенных на подложках Al₂O₃. В частности, внимание сфокусировано на морфологии, пороговых условиях и механизмах разрушения данных материалов при многократном облучении СЭП наносекундной длительности.

Установлено, что облучение гетероструктур InGaN/GaN СЭП с плотностью энергии, превышающей пороговые значения, приводит к формированию микроразрушений. Экспериментально определенные пороги разрушения гетероструктур составляют $H_n = 0,15 \div 0,3$ Дж/см².

На рис. 9 показан общий для всех образцов вид микроразрушений, возникающих при облучении СЭП, представляющих собой «россыпь» темных точек и пятен. Природа данных разрушений, вероятно, связана с наличием системы протяженных дефектов, характерной для гетероструктур на основе InGaN/GaN. Дефекты структуры считаются «предпочтительными» местами локализации тока в светодиодных гетероструктурах InGaN/GaN. При облучении гетероструктур СЭП действует подобный механизм токовой локализации на дефектах структуры. Основная часть наблюдаемых микроразрушений формируется при первых импульсах облучения СЭП, если плотность энергии пучка $H \geq H_n$. Дальнейшее увеличение числа импульсов приводит к незначительному проявлению новых разрушений.

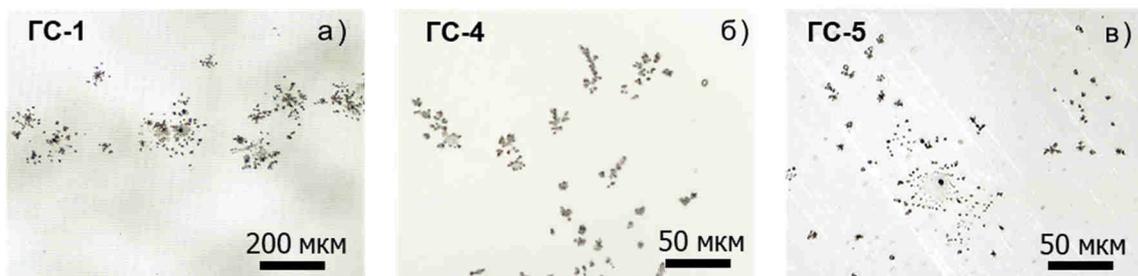


Рис. 9. Фотографии микроразрушений в образцах ГС-1 (а), ГС-4 (б), ГС-5 (в) после 10 импульсов облучения СЭП при $H = 0,25$ Дж/см².

В исследуемых гетероструктурах также зафиксировано появление специфических форм и комбинаций микроразрушений, фотографии некоторых из них показаны на рис. 10. Наблюдаемое многообразие морфологии разрушений объясняется разнообразием технологических особенностей роста гетероструктур, способствующих формированию специфических дефектов и их комплексов, которые проявляются при многоимпульсном облучении СЭП.

При плотности энергии СЭП $H \geq 0,6$ Дж/см² в гетероструктурах зафиксированы разрушения в форме каналов разряда, отколов и трещин (Рис. 11 и 12). Углы между трещинами принимают разнообразные значения, некоторые из

наблюдаемых трещин не являются прямыми, а представляют собой линии с плавно изменяющимся направлением от нескольких единиц до нескольких десятков градусов (Рис. 12).

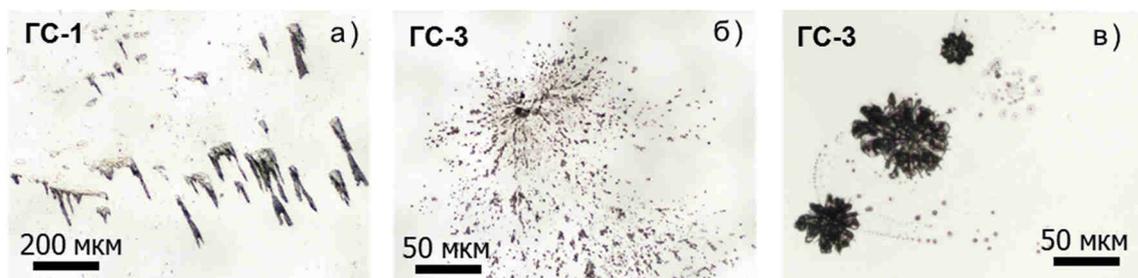


Рис. 10. Фотографии специфических микроурушений в образцах ГС-1 (а) и ГС-3 (б, в) после многоимпульсного облучения СЭП при $H = 0,25$ Дж/см².



Рис. 11. Морфология разрушений в образцах ГС-4 (а) и ГС-7 (б, в) после облучения СЭП при $H = 0,6$ Дж/см².

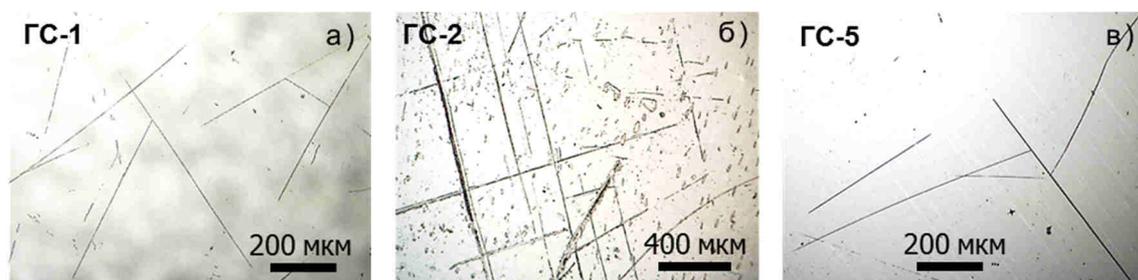


Рис. 12. Трещины, образовавшиеся в образцах ГС-1 (а), ГС-2 (б) и ГС-5 (в) после облучения СЭП при $H = 1$ Дж/см².

Обнаружено, что при высокой плотности дислокаций ($\sim 10^9$ см⁻²) в эпитаксиальных слоях GaN, выращенных на подложках Al₂O₃, снижается порог инициирования радиационно-стимулированного электрического пробоя и хрупкого раскола. Под действием СЭП с $H = 0,25$ Дж/см² в образце GaN-1, имеющем наибольшую плотность дислокаций ($\sim 10^9$ см⁻²), зафиксированы разрушения, морфология которых идентична морфологии разрушений при развитии электрического пробоя в макрокристаллах полупроводников и диэлектриков (Рис. 13, а и б). В образцах GaN-2 – GaN-4, имеющих меньшую плотность дислокаций ($\sim 10^8$ см⁻²) по сравнению с GaN-1, при идентичных условиях облучения микроурушения не наблюдаются. Многоимпульсное облучение СЭП с $H \geq 0,6$ Дж/см² приводит к возникновению локальных разрушений

во всех образцах GaN-1 – GaN-4. В образце GaN-1 при такой плотности энергии произошел раскол кристаллической пластины (Рис. 13, в).

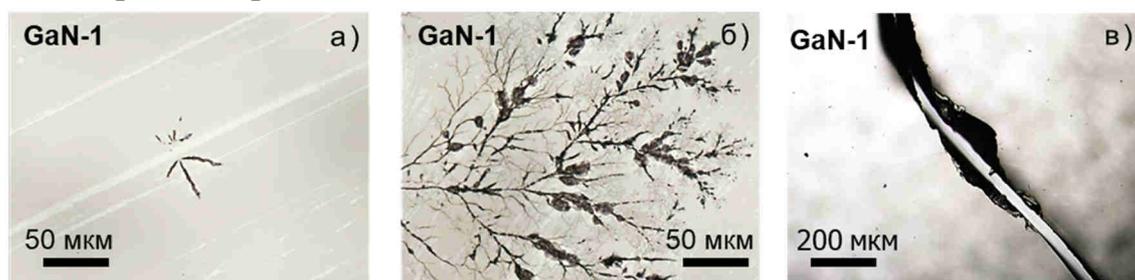


Рис. 13. Каналы электрического пробоя в образце GaN-1, сформировавшиеся под действием СЭП с $H = 0,25$ Дж/см² (а, б), и хрупкий раскол образца GaN-1 (две части образца приставлены друг к другу) при облучении СЭП с $H = 0,6$ Дж/см² (в).

Наблюдаемые особенности разрушения эпитаксиальных слоев GaN и гетероструктур InGaN/GaN оказались подобными разрушениям макрокристаллов полупроводников и диэлектриков под действием СЭП. Локальные микроразрушения в виде россыпи темных точек и пятен, а также каналы электрического пробоя формируются в зоне торможения электронного пучка по *электроразрядному механизму*, обусловленному высокой скоростью ввода заряда ($10^{10} - 10^{11}$ Кл·м⁻³·с⁻¹ [5]) в материал и возникновением сильных электрических полей в области торможения СЭП. Пороговое значение плотности энергии СЭП для возникновения таких разрушений в исследуемых образцах варьируется в пределах $0,15 - 0,3$ Дж/см². Формирование трещин и разломов в зоне облучения и за ее пределами происходит в результате радиационно-индуцированного термоудара, лежащего в основе *термоупругого механизма* разрушения структур, обусловленного мгновенным разогревом зоны облучения высокоэнергетическими электронами при высокой скорости ввода энергии СЭП в материал ($10^{11} - 10^{13}$ Гр·с⁻¹ [5]). Пороговое значение плотности энергии СЭП, приводящее к разрушению исследуемых образцов по данному механизму составляет $H \geq 0,6$ Дж/см².

Выявленные особенности разрушающего воздействия СЭП на гетероструктуры, выращенные на подложках Al₂O₃, с различным дизайном активной области InGaN/GaN позволили разработать экспрессную методику диагностики электрических микронеоднородностей в данных материалах, суть которой заключается в визуализации пространственного распределения электрических микронеоднородностей при облучении гетероструктуры СЭП.

В **пятой главе** представлены первые результаты экспериментальных исследований пространственного распределения спонтанной и стимулированной люминесценции гетероструктур InGaN/GaN с электронно-пучковыми разрушениями при разных уровнях возбуждения.

Электронно-пучковые разрушения проявляют себя как дефекты темных линий и точек на фоне спонтанной синей люминесценции InGaN (Рис. 14). В спектрах люминесценции исследуемых образцов после образования электронно-пучковых разрушений не появляются новые полосы излучения. По всей видимости, микроразрушения, сформировавшиеся в образцах при многократном облучении СЭП, являются центрами безызлучательной рекомбинации.

Для образцов, в спектрах КЛ которых наблюдается стимулированное излучение InGaN при достижении плотности энергии СЭП порогового значения, характерно образование «галло» вокруг зоны облучения и появление микрозон свечения в зоне облучения, яркость и количество которых увеличивается с ростом плотности энергии СЭП. Природа наблюдаемых микрозон свечения связана с отражением стимулированного излучения InGaN от электронно-пучковых микроразрушений, о чем свидетельствуют следующие факты: яркие микрозоны свечения регистрируются только в образцах, в спектрах люминесценции которых наблюдается стимулированное излучение InGaN-КЯ; пространственное распределение микрозон свечения совпадает с областями локализации электронно-пучковых разрушений (Рис. 15); спектральный состав люминесценции исследуемых гетероструктур до и после формирования электронно-пучковых разрушений не изменяется; при облучении гетероструктур СЭП с плотностью энергии ниже порогового значения для формирования стимулированного излучения InGaN, микроразрушения регистрируются на фоне однородной синей люминесценции в виде дефектов темных линий и точек; при облучении гетероструктур с электронно-пучковыми разрушениями внешним источником лазерного излучения ($\lambda = 400 - 450$ нм) под определенным углом наблюдается отражение излучения от микроразрушений.

В образце ГС-5 на фоне стимулированной синей люминесценции InGaN-КЯ зафиксировано появление ярких микрозон свечения, представляющих собой концентрические кольца вокруг светлого либо темного пятна (Рис. 16). Механизм формирования данных колец основан на явлении дифракции Френеля на круглом отверстии. Роль таких отверстий выполняют электронно-пучковые разрушения округлой формы, локализованные в слоях гетероструктуры ГС-5 (Рис. 17). Диаметр центрального пятна у разных микрозон свечения составляет около 4 – 5 мкм, что сопоставимо с размерами наблюдаемых округлых разрушений в образце ГС-5 (от десятых долей до единиц микрометров, что удовлетворяет условию возникновения дифракции синей люминесценции).

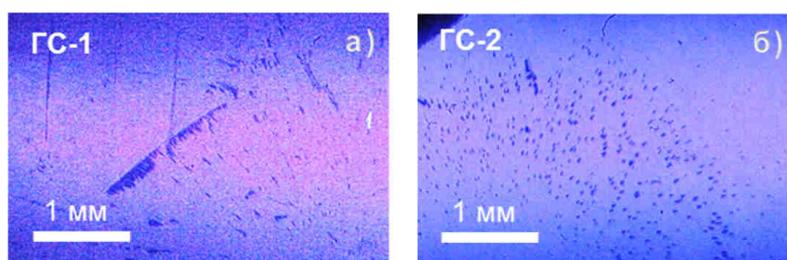


Рис. 14. Микрзоны остаточных разрушений в образцах ГС-1 (а) и ГС-2 (б) на фоне люминесценции, возбуждаемой N_2 -лазером ($W \sim 10^4$ Вт/см 2).

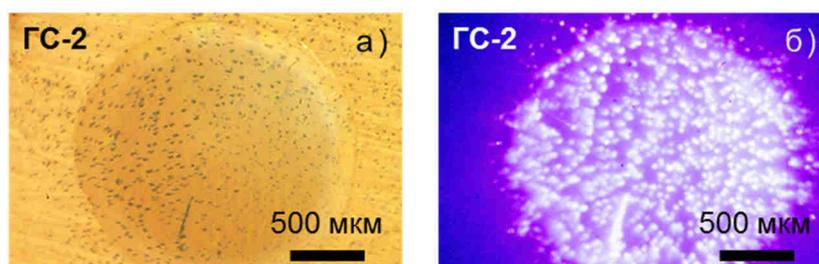


Рис. 15. Распределение микроразрушений (а) и люминесценции (б), возбуждаемой СЭП ($H = 0,25$ Дж/см 2), по поверхности образца ГС-2. Просвечивающаяся окрестность соответствует границам диафрагмы-коллиматора ускорителя электронов.

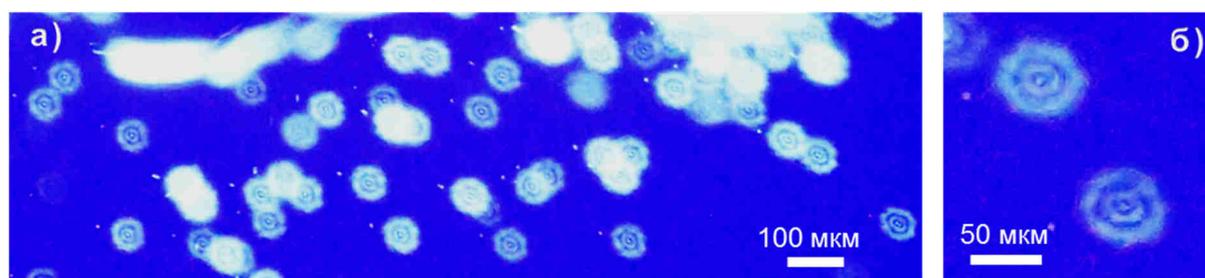


Рис. 16. Фотографии свечения образца ГС-5 при облучении СЭП ($H = 0,5$ Дж/см 2).

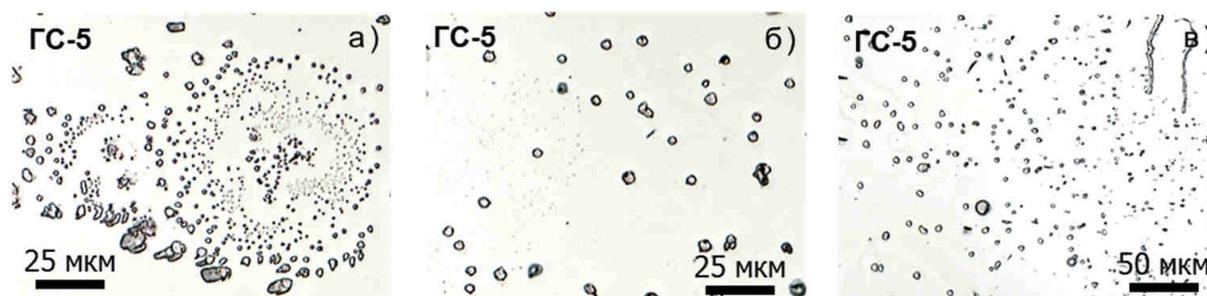


Рис. 17. Фотографии микроразрушений, образовавшихся в образце ГС-5 после многоимпульсного облучения СЭП при $H = 0,25$ Дж/см 2 .

Форма электронно-пучковых разрушений определяется особенностями дизайна и технологии роста гетероструктур. Полученные экспериментальные результаты дают основание предполагать, что микроразрушения, образующиеся под действием СЭП в гетероструктурах InGaN/GaN, выращенных по определенной технологии, могут использоваться в роли элементов дифракционной оптики.

В заключительном разделе диссертации представлены **основные выводы** диссертационного исследования.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Главными преимуществами применения СЭП наносекундной длительности для люминесцентных исследований и диагностики гетероструктур с различным дизайном активной области InGaN/GaN (по сравнению с фотовозбуждением) являются однородность возбуждения люминесцирующих слоев, получение информации о гетероструктуре как о сложной оптической системе, в которой активная область InGaN, базовый слой GaN и подложка Al₂O₃ дают вклад в интегральные характеристики КЛ. При этом импульсное облучение СЭП (в отличие от стационарного электронного возбуждения) не вызывает появления новых полос в спектре люминесценции исследуемых структур.

2. Выявленные закономерности спонтанной КЛ и ФЛ квантоворазмерной активной области InGaN, в том числе плавный характер изменения длительности люминесценции образцов по спектру излучения множественных КЯ, согласуются с моделью излучательной рекомбинации в хвостах двумерной плотности состояний.

3. В гетероструктурах, не имеющих искусственно созданных зеркал обратной связи, осуществляется переход спонтанного излучения квантовых ям InGaN и базового слоя GaN в стимулированный режим при достижении плотности энергии возбуждающего СЭП порогового значения, которое индивидуально для каждого образца и варьируется в пределах $H = 0,1 \div 0,2$ Дж/см² в гетероструктурах с плотностью дислокаций менее 10^8 см⁻² при $T = 300$ К. Механизм возникновения стимулированной КЛ InGaN и слоев GaN в исследуемых гетероструктурах обусловлен излучательной рекомбинацией в электронно-дырочной плазме и самопроизвольным формированием обратной связи при участии граней облучаемой пластины и неоднородностей кристаллической решетки.

4. Желто-зеленая полоса, обнаруженная в спектрах ФЛ синих светодиодных гетероструктур, имеет одинаковое положение максимума (2,25 эВ) в образцах с различным дизайном активной области InGaN/GaN, а положение максимума ее полосы возбуждения совпадает с максимумом спонтанной КЛ слоев GaN, что свидетельствует о связи желто-зеленой полосы с излучательной рекомбинацией в дефектах, присутствующих в слоях GaN.

5. Пронизывающие дислокации, образующиеся в процессе роста эпитаксиальных слоев GaN, способствуют рекомбинации носителей заряда по безызлу-

чительным каналам и снижают радиационную стойкость данных материалов. Величина плотности дислокаций $\sim 8 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ является пороговой, ниже которой наблюдается резкое (близкое к линейному) увеличение интенсивности экситонной КЛ и ФЛ слоев GaN, а выше которой наблюдается существенное снижение порога инициирования радиационно-стимулированного электрического пробоя и хрупкого раскола.

6. Основными механизмами формирования разрушений в гетероструктурах на основе квантоворазмерной активной области InGaN/GaN под действием СЭП являются электроразрядный и термоупругий, которые отличаются величиной порога возникновения и характером морфологии разрушений. Первый реализуется при многократном импульсном облучении образцов СЭП с плотностью энергии $H \geq 0,15 \div 0,30 \text{ Дж/см}^2$ и приводит к формированию микроразрушений в виде россыпи темных точек и пятен, а также каналов электрического пробоя в зоне облучения. Второй реализуется при однократном импульсном облучении СЭП с $H \geq 0,6 \text{ Дж/см}^2$ и приводит к формированию трещин и отколов в зоне облучения и за ее пределами.

7. Облучение гетероструктур InGaN/GaN СЭП приводит к формированию микроразрушений в местах локализации электрических микронеоднородностей технологического происхождения, на основе чего разработан способ диагностики электрических микронеоднородностей в гетероструктурах InGaN/GaN, выращенных на подложках Al_2O_3 , с произвольным дизайном активной области, позволяющий визуализировать пространственное распределение электрических микронеоднородностей в данных материалах при облучении СЭП.

8. Микроразрушения, образовавшиеся в гетероструктурах InGaN/GaN под действием СЭП, в процессе люминесценции образцов проявляются в виде темных точек и линий на фоне спонтанного излучения InGaN-КЯ и могут выступать в роли пассивных оптических элементов (локальных «зеркал», дифракционных микроструктур), которые не влияют на спектральный состав люминесценции, перераспределяя стимулированное излучение квантоворазмерной активной области InGaN в пространстве.

Список работ, опубликованных автором по теме диссертации

1. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Люминесценция тонкопленочных светодиодных структур при возбуждении сильноточным электронным пучком / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**), В.И. Корепанов, В.М. Лисицын, И.А. Прудаев, О.П. Толбанов // Изв. вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 1. – С. 55-58.

2. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Суперлюминесценция светодиодных гетероструктур при возбуждении сильноточным электронным пучком / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**), В.И. Корепанов, В.М. Лисицын, И.А. Прудаев, О.П. Толбанов // Изв. вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 1/2. – С. 175-177.
3. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Время-разрешенная фотолюминесценция в квантовых ямах InGaN/GaN / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**) // Изв. вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 7/2. – С. 82-86.
4. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Деградация светодиодных гетероструктур на основе InGaN/GaN при возбуждении сильноточным электронным пучком / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**) // Изв. вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 8/3. – С. 97-101.
5. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Время-разрешенная люминесцентная спектроскопия гетероструктур на основе InGaN/GaN-квантовых ям / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**), В.И. Корепанов, В.М. Лисицын // Изв. вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 8/3. – С. 111-115.
6. Gorina, S.G. (**Sysoeva, S.G.**) Effect of dislocation density on exciton luminescence intensity of GaN epitaxial layers / V.I. Oleshko, S.G. Gorina (**S.G. Sysoeva**), S.V. Lazarev, V.V. Lopatin // Изв. вузов. Физика. – 2014. – Т. 57, № 12/3. – С. 62-65.
7. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Морфология разрушений в гетероструктурах InGaN/GaN под действием сильноточного электронного пучка / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**) // ПЖТФ. – 2015. – Т. 41, № 15. – С. 75-82.
8. Способ диагностики электрических микронеоднородностей в полупроводниковых гетероструктурах на основе InGaN/GaN : пат. 2606200 Рос. Федерация : МПК Н 01 L 21/66 / Олешко В.И., Горина С.Г. (**Сысоева С.Г.**) – № 2015141417 ; заявл. 29.09.2015 ; опубл. 10.01.2017, Бюл. № 1.
9. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Механизмы разрушения в гетероструктурах InGaN/GaN под действием сильноточного электронного пучка / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**) // Учен. зап. физ. фак-та Моск. ун-та. – 2015. – № 5. – 155501.
10. Gorina, S.G. (**Sysoeva, S.G.**) Spectral and kinetic characteristics of luminescence of AlGaIn/InGaN/GaN heterostructures excited by high-current electron beam / V.I. Oleshko, S.G. Gorina (**S.G. Sysoeva**), V.I. Korepanov, V.M. Lisitsyn // 3rd International Congress on Radiation Physics and Chemistry of Condensed Matter, High Current Electronics and Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows : Abstr. – Tomsk, 2012. – P. 35-36.

11. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Время-разрешенная люминесцентная спектроскопия светодиодных гетероструктур на основе InGaN/GaN-квантовых ям / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**), В.И. Корепанов, В.М. Лисицын // Нитриды галлия, индия и алюминия – структуры и приборы : тезисы докладов 9-й Всероссийской конференции. – М., 2013. – С. 18-19.
12. Gorina, S.G. (**Sysoeva, S.G.**) Time-resolved luminescent spectroscopy of LED heterostructures based on InGaN/GaN-quantum wells excited by high current electron beam / V.I. Oleshko, S.G. Gorina (**S.G. Sysoeva**), V.I. Korepanov, V.M. Lisitsyn // Radiation Effects in Insulators : Abstr. 17th Int. Conf. – Helsinki, Finland, 2013. – PA 19.
13. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Стимулированная люминесценция светодиодных гетероструктур при возбуждении сильноточным электронным пучком / М.А. Козубова, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**), Е.И. Бабкина // Современные техника и технологии : сборник трудов XIX Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. – Томск, 2013. – Т. 3. – С. 435-436.
14. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Время-разрешенная люминесцентная спектроскопия эпитаксиальных слоев GaN, выращенных на подложках Al₂O₃ / С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**), Ли Цзысюань, А.В. Сычева // Современные техника и технологии : сборник докладов XX Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. – Томск, 2014. – Т. 2. – С. 103-104.
15. Горина, С.Г. (**Сысоева, С.Г.**) Морфология разрушений, образующихся в гетероструктурах InGaN/GaN под действием сильноточного электронного пучка / В.И. Олешко, С.Г. Горина (**С.Г. Сысоева**) // Нитриды галлия, индия и алюминия – структуры и приборы : тезисы докладов 10-й Всероссийской конференции. – СПб., 2015. – С. 197-198.
16. **Sysoeva, S.G.** Luminescent diagnostics of LED heterostructures based on InGaN/GaN / V.I. Oleshko, **S.G. Sysoeva**, A.V. Sychova, Li Zixuan // Energy Fluxes and Radiation Effects: Abstracts of International Congress. – Tomsk, 2016. – P. 379.

Список сокращений и условных обозначений

КЛ	–	катодолюминесценция
КЯ	–	квантовая яма
СЭП	–	сильноточный электронный пучок
ФЛ	–	фотолюминесценция
FWHM	–	full width at half maximum (полная ширина на половине высоты)

Список цитируемой литературы

1. Ковальчук, Б. М. Сильноточный наносекундный ускоритель для исследования быстропротекающих процессов / Б. М. Ковальчук [и др.] // ПТЭ. – 1981. – № 4. – С. 15-18.
2. Вайсбурд, Д. И. Сильноточные электронные ускорители. Физика мощных радиационных воздействий / Д. И. Вайсбурд, Г. А. Месяц // Вестник АН СССР. – 1983. – № 1. – С. 62-70.
3. Корепанов, В. И. Применение сильноточных электронных пучков наносекундной длительности для контроля параметров твердых тел / В. И. Корепанов, В. М. Лисицын, В. И. Олешко // Изв. вузов. Физика. – 2000. – Т. 43, № 3. – С. 22-30.
4. Барденштейн, А. Л. Генерирование изгибных волн в твердом теле плотным электронным пучком наносекундной длительности / А. Л. Барденштейн, В. И. Быков, Д. И. Вайсбурд // Письма в ЖЭТФ. – 1995. – Т. 61, № 2. – С. 98-100.
5. Oleshko, V. Catastrophic processes in dielectrics in irradiation by high-current electron beams / V. Oleshko [et al.] // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. – 2010. – V. 268, N. 19. – P. 3265-3268.