

**РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ им. А.Ф. ИОФФЕ**

На правах рукописи

КОМИССАРОВА Татьяна Александровна

**ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИТРИДА ИНДИЯ И
ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ НА ЕГО ОСНОВЕ**

специальность

01.04.10 - физика полупроводников

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

доктор физ.-мат. наук

ИВАНОВ С.В.

Санкт-Петербург

2011

Содержание

Содержание	2
Введение	6
Глава 1 Свойства нитрида индия и твердых растворов на его основе. Характеристика проблем, рассматриваемых в диссертации (литературный обзор)	15
1.1. Перспективы применения InN и $In_xGa_{1-x}N$ с высоким содержанием In.....	15
1.2. Переход от «широкозонного» к «узкозонному» InN.....	17
1.3. Нитрид индия – композитное соединение.....	21
1.4. Электрофизические свойства InN.....	26
1.4.1. Собственные дефекты и непреднамеренно встраиваемые примеси.....	27
1.4.2. Поверхностный аккумуляционный слой.....	28
1.4.3. Эпитаксиальные слои InN, легированные Mg.....	32
1.4.4. Осцилляции Шубникова-де Гааза в слоях InN.....	34
1.5. Свойства твердых растворов $In_xGa_{1-x}N$	35
1.5.1. Явления фазового распада и сегрегации металлического In, их связь с оптическими свойствами $In_xGa_{1-x}N$	35
1.5.2. Электрические свойства $In_xGa_{1-x}N$	39
ГЛАВА 2. Исследованные образцы и экспериментальные методики	41
2.1. Описание исследованных образцов.....	41
2.2. Электрофизические измерения в постоянном слабом магнитном поле.....	45
2.3. Электрофизические измерения в сильных импульсных магнитных полях.....	50
Глава 3 Электрофизические свойства InN. Влияние кластеров металлического In	52

3.1. Поведение эпитаксиальных слоев InN и намеренно сформированных композитных структур InN/In в слабом магнитном поле.....	53
3.2. Низкотемпературные особенности поведения удельного сопротивления.....	56
3.3. Аномальные зависимости коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля. Качественное объяснение.....	61
3.4. Теоретическая аппроксимация зависимостей коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля.....	66
3.4.1. Зависимость коэффициента Холла от магнитного поля.....	66
3.4.2. Магнитосопротивление.....	68
3.4.3. Транспортные параметры электронов в полупроводниковой матрице InN.....	72
3.5. Влияние электрических параметров матрицы InN и количества кластеров In на величину эффекта магнитосопротивления.....	74
3.6. Эффект отрицательного магнитосопротивления в сильнолегированных слоях InN:Mg.....	78
Глава 4. Электрофизические свойства InN. Электрические свойства поверхностного, приинтерфейсного слоев и объема полупроводниковой матрицы InN.....	81
4.1. Осцилляции Шубникова-де Гааза: объемный слой.....	82
4.1.1. Циклотронная эффективная масса электронов.....	82
4.1.2. Квантовое и транспортное времена релаксации электронов в объеме матрицы InN.....	86
4.2. Осцилляции Шубникова-де Гааза: двумерный поверхностный слой.....	88

4.3. Влияние поверхностного слоя на электрические свойства полупроводниковой матрицы InN.....	93
4.4. Свойства приинтерфейсного слоя вблизи гетерограницы InN/GaN.....	95
4.5. Электрические свойства объема полупроводниковой матрицы InN в зависимости от условий роста.....	96
Глава 5. Электрофизические свойства твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$.....	99
5.1. Электрические свойства $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ в слабых магнитных полях.....	99
5.2. Электрические свойства $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ в сильных магнитных полях.....	101
5.2.1. Критическое содержание In в твердом растворе $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$	105
5.2.2. Фазовый распад. Особенности поведения коэффициента Холла.....	105
5.2.3. Фазовый распад. Эффект сильного отрицательного магнитосопротивления.....	110
Заключение.....	113
Список цитируемой литературы.....	117
Основные работы, включенные в диссертацию.....	130

Список сокращений

Обозначение	Расшифровка
УФ	Ультрафиолетовый
ИК	Инфракрасный
СВЧ	Сверхвысокочастотный
МПЭ	Молекулярно-пучковая эпитаксия
МПЭ ПА	Молекулярно-пучковая эпитаксия с плазменной активацией
ГФЭМОС	Газофазная эпитаксия из металлоорганических соединений
ШдГ	Шубников – де Гааз
МС	Монослой
АЦП	Аналого-цифровой преобразователь

Введение

Актуальность проблемы.

Соединения A^3N являются перспективными материалами для практического использования в опто- и микроэлектронике. В настоящее время на основе соединений $In_xGa_{1-x}N$ ($x < 15\%$) и $Al_xGa_{1-x}N$ ($x < 20\%$) практически завершена разработка и освоен промышленный выпуск светодиодов зеленого, синего и ближнего ультрафиолетового (УФ) спектральных диапазонов, а также лазерных диодов синего и УФ диапазонов [1*]. Созданы высокоомощные сверхвысокочастотные транзисторы на основе гетероструктур GaN/AlGaN [1*].

Нитрид индия и твердые растворы InGaN, обогащенные In, считаются ключевыми материалами с точки зрения расширения возможностей применения нитридов III-ей группы в зелено-красной и ИК областях спектра. Для InN были также предсказаны лучшие, по сравнению с другими соединениями A^3N , транспортные параметры, в частности малая эффективная масса электронов и их высокая подвижность. Это делает данный материал крайне перспективным для создания на его основе высокоэффективных СВЧ транзисторов. Однако существующий в настоящее время ряд проблем в понимании электрофизических свойств данного материала привел к тому, что, несмотря на интенсивные в течение последнего десятилетия исследования InN, ни одно из предсказанных применений в микроэлектронике пока не реализовано.

Одной из проблем является сложность контроля транспортных параметров электронов в InN. Значения фоновой концентрации электронов в InN остаются достаточно высокими ($10^{18} \div 10^{19} \text{ см}^{-3}$), а величины подвижности электронов ($100 \div 2300 \text{ см}^2/\text{Вс}$) значительно ниже теоретически предсказанного уровня. Кроме того, значения холловской концентрации и подвижности в InN варьируются в широких пределах для образцов, выращенных в разных условиях. Причины такого разброса данных в настоящее время недостаточно изучены, а сами транспортные параметры слабо поддаются контролю. Это обуславливает сложность воспроизводимого роста слоев InN с заданными

транспортными параметрами, необходимыми для практического использования материала.

Существуют экспериментальные данные о наличии на поверхности эпитаксиальных пленок InN аккумуляционного слоя. С помощью методов фотоэмиссионной спектроскопии, спектроскопии энергетических потерь электронов и вольт-фарадных измерений с использованием электролита было экспериментально доказано его существование, определены значения концентрации электронов в поверхностном слое в некоторых образцах и толщины поверхностного слоя. Во многих работах, посвященных исследованию электрических свойств InN, полагается, что поверхностный аккумуляционный слой шунтирует объемный слой («объем») пленок InN, транспортные параметры которого необходимо вычислять с учетом такого влияния. Однако экспериментальных доказательств такого влияния поверхностного слоя на электрические измерения слоев InN к настоящему моменту не представлено, равно как достоверно неизвестно и значение подвижности электронов в поверхностном слое, что приводит к невозможности корректного учета их влияния при определении транспортных параметров объема эпитаксиальных пленок InN.

Еще одной особенностью проводимых до настоящего времени исследований электрических свойств InN является то, что во всех исследованиях электрических свойств нитрид индия рассматривался как обычный вырожденный однородный полупроводник. Тогда, как известно, что из-за слабой энергии связи In-N, наличия преципитатов металлического In на ростовой поверхности InN и большой плотности протяженных дефектов, в процессе роста слоев InN может происходить спонтанное образование кластеров металлического In [2*]. Открытое ранее и детально исследованное сильное влияние нанокластеров In на оптические свойства пленок InN [3*,4*] указывает на то, что InN является не обычным полупроводником, а представляет собой композитное соединение, состоящее из полупроводниковой матрицы InN и кластеров металлического In. Поскольку данная точка зрения

находит активных противников в международном нитридном сообществе, детальных экспериментальных исследований по возможному влиянию таких кластеров на электрические свойства пленок InN к началу диссертационной работы в мире не проводилось.

Аналогичные процессы кластеризации металлического In могут наблюдаться и в соединениях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с высоким содержанием In ($> 20\%$). Образование In кластеров стимулируется явлениями фазового распада вследствие большого рассогласования периодов кристаллической решетки InN и GaN, а также процессами аккумуляции In на дефектах. Наличие таких металл-обогащенных областей может приводить к снижению эффективности излучательной рекомбинации в $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, что несомненно является одной из причин (наряду с генерацией протяженных дефектов), препятствующей расширению спектрального диапазона эффективной работы светодиодов и лазерных диодов на основе InGaN в длинноволновую область спектра. Поэтому представлялось необходимым определение критического состава твердого раствора, при котором начинается кластеризация металлического In.

Таким образом, к моменту начала диссертационной работы отсутствовало детальное понимание электрофизических процессов, протекающих в нитриде индия, во взаимосвязи с условиями его получения, его структурными свойствами и морфологией. Исследование электрофизических свойств эпитаксиальных слоев InN и In-обогащенных твердых растворов InGaN с рассмотрением всех возможных факторов, оказывающих влияние на электрические свойства этих соединений, а также экспериментальное определение их количественного вклада, является актуальным как с научной, так и с практической точек зрения.

Цели и задачи работы.

Цель работы заключалась в исследовании электрофизических свойств слоев InN и твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x > 0.2$), полученных методом молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией азота, с детальным

рассмотрением всех факторов, которые оказывают влияние на электрические свойства данных соединений.

Для достижения поставленной цели в ходе работы решались следующие основные задачи:

- Определение основных параметров эпитаксиальных слоев нитрида индия, а также факторов, оказывающих влияние на его электрические свойства:
 - Разработка электрофизических методов определения наличия нанокластеров In в слоях InN и их основных параметров: размеров и концентрации;
 - Оценка степени влияния спонтанно сформированных в процессе роста кластеров металлического In на электрические свойства эпитаксиальных слоев InN;
 - Определение транспортных параметров поверхностного слоя и объема полупроводниковой матрицы InN в зависимости от условий роста. Оценка степени влияния поверхностного слоя на электрические измерения объема слоев InN;
 - Определение вклада приинтерфейсного слоя InN, расположенного вблизи гетерограницы InN/буфер (подложка);
- Определение основных факторов, оказывающих влияние на электрофизические свойства твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ больших составов:
 - Определение критического содержания In в соединениях InGaN, при котором начинается спонтанное образование металл-обогащенных преципитатов.
 - Выяснение влияния явлений фазового распада на электрофизические свойства слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ в диапазоне составов $x > 0.2$.

Научная новизна и практическая значимость работы состоит в проведении комплексного экспериментального и теоретического исследования электрофизических свойств нитрида индия и твердых растворов на его основе с учетом всех возможных влияющих факторов.

1. Впервые показано, что электрическая проводимость эпитаксиальных слоев InN определяется четырьмя вкладками: влиянием спонтанно формирующихся кластеров In, поверхностного, приинтерфейсного слоев и объема полупроводниковой матрицы InN. Электрофизические измерения при низких температурах в широком диапазоне значений магнитных полей (вплоть до 63 Тл) позволяют разделить все эти вклады.

2. Впервые экспериментально определены транспортные параметры электронов (концентрация и подвижность) в аккумуляционном слое на поверхности InN, что позволило оценить степень влияния этого слоя на электрические измерения объемного слоя. Показано, что параметры электронов в поверхностном слое заметно различаются для разных слоев InN.

3. Предложен надежный метод доказательства на основе электрофизических измерений наличия спонтанно формирующихся кластеров металлического In в эпитаксиальных слоях InN.

4. Обнаружено, что наличие кластеров In приводит к аномальной зависимости коэффициента Холла и сопротивления от магнитного поля. Это не позволяет использовать для определения действительных значений концентрации и подвижности электронов в полупроводниковой матрице InN соотношения для обычных полупроводников, как это делалось во всех предыдущих работах, а требует определения в рамках моделей, учитывающих наличие кластеров In.

5. В рамках используемых моделей определено, что процентное содержание металлического In в эпитаксиальных слоях InN варьируется в диапазоне от $(3\pm 1)\%$ - $(7\pm 1)\%$ в зависимости от условий МПЭ ПА роста, а минимальный размер кластеров In составляет 10 – 30 нм.

6. В эпитаксиальных слоях InN обнаружен сильный линейный эффект магнитосопротивления, не насыщающийся вплоть до 63 Тл. Показано, что амплитуда эффекта зависит как от значений концентрации и подвижности электронов в матрице InN, так и от количества кластеров металлического In. Максимальные величины магнитосопротивления были достигнуты в эпитаксиальных слоях InN, выращенных в слегка In-обогащенных условиях ($\text{In}/\text{N} = 1.1$), и составляли 350% при 300 К и 650% при 4.2 К в магнитном поле 25 Тл. Наблюдающийся линейный эффект магнитосопротивления позволяет использовать InN для изготовления датчиков магнитного поля.

7. Показано, что электроны, находящиеся в приинтерфейсном слое InN вблизи гетерограницы с буфером GaN, вносят существенный вклад в полную проводимость эпитаксиального слоя InN, однако не проявляют себя в осцилляциях Шубникова – де Гааза вследствие того, что расстояние между протяженными дефектами (прорастающими дислокациями) в данном слое меньше радиуса циклотронной орбиты электронов. Соотношение концентраций электронов в приинтерфейсном слое и объеме InN может служить критерием структурного совершенства эпитаксиального слоя и степени оптимальности начальной стадии роста.

8. Определено критическое содержание In в твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ (x), при котором начинается спонтанное формирование кластеров металлического In. Обнаружено, что $x = (38 \pm 3)\%$, что накладывает ограничения на использование твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ в оптоэлектронных приборах зеленого и желто-зеленого спектральных диапазонов. Показано, что критическое содержанием In не зависит от стехиометрии роста.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Полная проводимость эпитаксиальных слоев InN, полученных методом молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией, определяется четырьмя составляющими: вкладом спонтанно формирующихся кластеров металлического In, проводимостью объемного, приинтерфейсного и

поверхностного слоев полупроводниковой матрицы InN, – с преобладающим влиянием первых трех вкладов.

2. В эпитаксиальных слоях InN с помощью электрофизических исследований доказано существование кластеров металлического In, спонтанно формирующихся во время роста вследствие малой энергии связи In-N и малой скорости десорбции In с поверхности при стандартных температурах роста. Минимальный размер кластеров In находится в диапазоне (10 ÷ 30) нм, а их процентное содержание увеличивается с (3±1)% до (7±1)% при переходе от стехиометрических к металл-обогащенным условиям роста. Увеличение температуры роста при одинаковых условиях роста также приводит к увеличению процентного содержания кластеров In.

3. Кластеры металлического In оказывают существенное влияние на электрофизические свойства вырожденных эпитаксиальных слоев InN, обладающих n-типом проводимости, приводя к аномальной возрастающей зависимости модуля коэффициента Холла от магнитного поля и сильному линейному эффекту магнитосопротивления.

4. Экспериментально определенная для разных слоев InN концентрация электронов в поверхностном аккумуляционном слое толщиной менее 20 нм находится в диапазоне $(1 \div 3) \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$, а их подвижность составляет $(400 \div 600) \text{ см}^2/\text{Вс}$, причем транспортные параметры электронов в аккумуляционном слое не обнаруживают явной зависимости от условий роста, толщины или уровня легирования эпитаксиальных слоев InN.

5. Электроны, находящиеся в приинтерфейсном слое InN вблизи гетерограницы с буфером GaN, вносят существенный вклад в полную проводимость слоя InN, однако не проявляют себя в осцилляциях Шубникова – де Гааза вследствие того, что расстояние между протяженными дефектами (прорастающими дислокациями) в данном слое меньше радиуса циклотронной орбиты электронов.

6. Критическое содержание индия x в эпитаксиальных слоях твердых

растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, выращенных методом МПЭ ПА, при котором начинается формирование кластеров металлического In, составляет $(38\pm 3)\%$ и не зависит от стехиометрии роста.

Материалы диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих российских и международных конференциях и симпозиумах:

- 7, 8, 9 Российских конференциях по физике полупроводников (Звенигород 2005, Екатеринбург 2007, Новосибирск-Томск 2009)

- Международных конференциях студентов, аспирантов и молодых ученых по фундаментальным наукам «Ломоносов-2005» и «Ломоносов-2006» (Москва 2005, Москва 2006)

- 7 Всероссийской молодежной конференции по физике полупроводников и полупроводниковой опто- и наноэлектронике (Санкт-Петербург 2005)

- XVI, XVIII Уральских международных зимних школах по физике полупроводников (Екатеринбург 2006, Новоуральск 2010)

- XXXV International Schools on the Physics of Semiconducting Compounds “Jaszowiec 2006” (XXXV Международной школе по физике полупроводниковых соединений (Устронь-Яшовец, Польша 2006))

- International conference of physics students (Международной конференции студентов-физиков (Бухарест, Румыния 2006))

- 3-rd international conference on materials science and condensed matter physics (3 Международной конференции по материаловедению и физики конденсированных сред (Кишинев, Р. Молдова 2006))

- 5, 6 Всероссийских конференциях «Нитриды галлия, индия и алюминия – структуры и приборы» (Москва 2007, Санкт-Петербург 2008)

- 7th, 8th International Conferences on Nitride Semiconductors (7, 8 Международные конференции по физике нитридов (Лас Вегас, США 2007; Республика Корея 2009))

- 16th, 18th International Symposiums “Nanostructures: Physics and Technology” (16, 18 Международных симпозиумах «Наноструктуры: физика и технология» (Владивосток 2008, Санкт-Петербург 2010))

- Международном Форуме по нанотехнологиям (Rusnanotech) (Москва 2008)

- XIV, XV Международных симпозиумах «Наноп физика и наноэлектроника» (Нижний Новгород 2010, 2011).

Перечень публикаций, раскрывающих основное содержание диссертационной работы, представлен на стр. 130.

Глава 1. Свойства нитрида индия и твердых растворов на его основе. Характеристика проблем, рассматриваемых в диссертации (литературный обзор)

1.1. Перспективы применения InN и $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с высоким содержанием In

Нитриды III-ей группы находят широкое применение в опто- и микроэлектронике. На основе соединений $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x < 15\%$) и $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x < 15\%$) практически завершена разработка и освоен промышленный выпуск светодиодов зеленого, синего и ближнего ультрафиолетового (УФ) спектральных диапазонов, а также лазерных диодов синего и УФ диапазонов [1*,5*]. Гетероструктуры GaN/AlGaN используются для создания мощных сверхвысокочастотных транзисторов [1*,6*]. За последнее десятилетие появилось большое количество работ, посвященных исследованию нитрида индия. Возросший интерес к данному соединению связан с уникальностью теоретически предсказанных для него параметров, которые могут сделать InN ключевым материалом с точки зрения расширения областей практического применения нитридов III-ей группы.

В работе [7*] с использованием общепринятого до 2002 года значения ширины запрещенной зоны InN $E_g \sim 1.9$ эВ была рассчитана величина эффективной массы электронов m^* , равная $0.11m_0$, которая для InN оказалась значительно меньше, чем для GaN и AlN (табл. 1.1). В серии работ [8*-11*], посвященных расчетам транспортных параметров электронов в InN , было показано, что значения подвижности μ_e и скорости насыщения электронов в нитриде индия намного превосходят данные параметры в GaN и AlN (табл. 1.1). Подвижность электронов в InN при их концентрации $n \sim 10^{16} \text{ см}^{-3}$ и отсутствии компенсации была оценена как $4400 \text{ см}^2/\text{Вс}$ при 300 К и $30000 \text{ см}^2/\text{Вс}$ при 77 К [11*]. Было показано, что увеличение концентрации электронов до 10^{18} см^{-3} или степени компенсации до 0.9 должно приводить к уменьшению подвижности электронов в 10 раз. Такие уникальные транспортные параметры электронов в

Табл. 1.1. Ширина запрещенной зоны и параметры электронов в InN, GaN
и AlN (по материалам [7*-11*,16*,42*-44*])

		«Широкозонный» InN	«Узкозонный» InN	GaN	AlN
E_g , эВ (300 К)		1.9	0.64	3.43	6.14
m^*/m_0		0.11	0.042	0.20	0.32
μ_e , см ² /Вс	300 К	4400 ($n \sim 10^{16}$ см ⁻³)	10000 ($n \sim 10^{17}$ см ⁻³)	1000	300
	77 К	30000 ($n \sim 10^{16}$ см ⁻³)	-	6000	2000
Скорость насыщения, см/с		4.2×10^7 при 65 кВ/см	6.0×10^7 при 22.5 кВ/см	2.9×10^7 при 140 кВ/см	1.7×10^7 при 450 кВ/см

нитриде индия могут сделать данное соединение перспективным материалом для создания на его основе высокоэффективных СВЧ приборов.

Небольшая по сравнению с другими нитридами III-ей группы ширина запрещенной зоны InN может позволить расширить спектральную область работы оптоэлектронных приборов на основе данной системы материалов. Кроме того, может оказаться возможным создание солнечных элементов на основе единой системы материалов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, варьирование ширины запрещенной зоны которых перекрывает весь солнечный спектр.

Таким образом, перспективы практического использования InN и твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с высоким содержанием In послужили причиной начавшихся интенсивных исследований данных материалов.

1.2. Переход от «широкозонного» к «узкозонному» InN

Первые работы, посвященные синтезу InN, появились в 70-х годах XX века. Основным способом получения InN до 1989 года было реактивное распыление индиевого анода. В данном методе индиевый анод разогревается электронным пучком, химическая реакция происходит в потоке азота, который активируется электрическим разрядом в полой катод. Предельное давление выше 10^{-8} Торр, низкие скорость и температура роста (300 К) приводили к тому, что получаемые таким методом образцы InN представляли собой поликристаллические пленки с достаточно высокой концентрацией и низкой подвижностью электронов, находящимися соответственно в диапазонах: $(5 \times 10^{18} \div 6 \times 10^{20}) \text{ см}^{-3}$ и $(10 \div 250) \text{ см}^2/\text{Вс}$ [12*,13*]. Фундаментальный край оптического поглощения в таких структурах лежал в интервале $(1.9 \div 2.05) \text{ эВ}$ [14*,15*].

Улучшение структурного качества пленок InN, их электрических и оптических характеристик стало возможным только с развитием эпитаксиальных методов роста. Нитрид индия обладает рядом особенностей, которые препятствовали быстрому развитию эпитаксиальных методов для

получения слоев InN высокого структурного качества. К таким особенностям можно отнести низкую температуру диссоциации (500°C [17*]; 550°C [18*]; 630°C [19*]); резкое увеличение равновесного давления N_2 при увеличении температуры роста, начиная с 470°C [20*]; низкую эффективность пиролиза NH_3 при низких температурах роста; уменьшение поверхностной подвижности адсорбированных атомов при низкой температуре роста и отсутствие материалов для подложек со сходными с InN постоянными решетки и коэффициентами термического расширения. В случае гетероэпитаксиального роста InN существенное влияние на структурное качество слоя оказывают процедура нитридизации подложки, использование различных буферных слоев, начальная стадия роста, используемые ростовые параметры (температура роста, отношение In/N, скорость роста). В качестве подложек для роста нитрида индия обычно используется сапфир Al_2O_3 (0001), рассогласование параметров кристаллических решеток с которым для InN составляет 25%. Даже в случае использования буферного слоя GaN рассогласование параметров кристаллических решеток достаточно велико и составляет $\sim 12\%$.

Впервые метод газофазной эпитаксии из металлоорганических соединений (ГФЭМОС) был использован для роста InN в 1989 году [21*]. Дальнейшее развитие данного метода для роста InN получил в работах [22*,23*], в которых за счет постростового отжига при $450 - 500^{\circ}\text{C}$ и оптимизации процедуры нитридизации были получены пленки InN с хорошим структурным качеством. Однако значение концентрации электронов в таких образцах оставалось на том же уровне, что и для пленок, полученных методом реактивного распыления индиевого анода $\sim 5 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$. Фундаментальный край оптического поглощения для таких образцов был найден равным $\sim 1.97 \text{ эВ}$.

Использование высокого парциального давления NH_3 в ГФЭМОС реакторах низкого и атмосферного давления позволило увеличить температуру роста до 550°C и эффективность пиролиза NH_3 и получить пленки InN на сапфире без внешнего возбуждения азота [24*,25*]. Высокое кристаллическое качество таких эпитаксиальных слоев InN доказывала величина полуширины

Θ-скана рентгено-дифракционного пика кривой качания (ω -кривая), равная 700 арксек, и ширина линии рамановской E_2 моды - 4.5 см^{-1} . Однако электрические параметры таких слоев еще мало отличались от характеристик поликристаллических пленок InN: $n = 5 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$ и $\mu_e = 270 \text{ см}^2/\text{Вс}$ при 300 К.

Дальнейшее увеличение температуры роста привело к получению эпитаксиальных слоев InN с более высокой степенью однородности [26*]. Использование темплейтов высокотемпературного GaN, выращенного на сапфире, позволило получить эпитаксиальные слои InN с подвижностью электронов $700 \text{ см}^2/\text{Вс}$ при 300 К при концентрации электронов $\sim 5 \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$ за счет улучшения структурного качества [27*]. Однако данных относительно края фундаментального поглощения или спектров фотолюминесценции для таких слоев опубликовано не было.

Использование метода молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией азота для роста пленок InN обеспечило значительный прогресс в получении эпитаксиальных слоев InN высокого качества, которые демонстрировали лучшие структурные и электрические характеристики. Данный метод обладает рядом преимуществ, критичных для роста InN и In-обогащенных $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ слоев, среди них: независимый выбор температуры роста для обеспечения необходимой поверхностной диффузии адсорбированных атомов и стехиометрических условий, соответствующих оптимальному качеству пленок; при низких температурах роста InN методом МПЭ и средних энергиях ионов, ионы могут увеличивать поверхностную подвижность адсорбированных атомов, улучшая качество эпитаксиального слоя; наличие методик аналитического контроля *in situ*.

Концентрация электронов в пленках InN, выращенных методом МПЭ ПА, составляла $(3 \div 9) \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$, а их подвижность была равна $500 \text{ см}^2/\text{Вс}$ [28*]; $760 \text{ см}^2/\text{Вс}$ [29*]; $800 \text{ см}^2/\text{Вс}$ [30*]; $1700 \text{ см}^2/\text{Вс}$ [31*]. В качестве буферных слоев использовались различные материалы: AlN [30*], InN [31*,32*]. Улучшение электрических параметров сопровождалось сужением линий

рамановского спектра (5.6 см^{-1} для f_2 линии [33*]) и Θ -скана рентгено-дифракционного пика кривой качания (336 арксек [34*]).

В эпитаксиальных слоях InN высокого структурного качества, полученных методом МПЭ ПА, впервые удалось обнаружить фотолюминесценцию, что привело к пересмотру величины ширины запрещенной зоны InN. Значение $E_g(\text{InN})$, определенное на основе результатов оптических исследований эпитаксиальных слоев нитрида индия, варьировалось в очень широких пределах: 1.89 эВ [35*]; 1.1 эВ [31*]; 0.9 эВ [36*]; 0.8-0.7 эВ [37*-39*]; 0.65-0.60 эВ [40*]; 0.64 эВ [41*]. В настоящее время общепринятой величиной ширины запрещенной зоны InN является 0.64 эВ при 300 К [42*]. В работе [43*] было показано, что при таком значении E_g , эффективная масса электронов в InN должна быть равна $0.042m_0$. С учетом новых значений E_g и m^* были сделаны новые теоретические расчеты транспортных параметров электронов в нитриде индия [44*] (табл. 1.1).

В качестве объяснений того, почему в некоторых работах измеряется край фундаментального поглощения в InN при энергиях 1.9-2.0 эВ, приводятся эффект Бурштейна-Мосса [45*,46*], квантово-размерные эффекты, связанные с поликристаллической структурой пленок [36*] и образование In_2O_3 в слоях с высоким содержанием кислорода [38*]. Однако с помощью перечисленных эффектов не удается объяснить весь спектр наблюдаемых экспериментальных фактов. Так, вопрос о квантово-размерных эффектах остается в настоящее время открытым, так как нет свидетельств о наблюдении таких эффектов в поликристаллических пленках InN [47*]. Кроме того, некоторые группы обнаружили фотолюминесценцию при энергии, близкой к 0.7 эВ, в поликристаллических пленках, а именно при ~ 0.8 эВ [48*], 0.85 эВ [49*]. В работе [47*] показано, что наличие соединения In_2O_3 с шириной запрещенной зоны 3.75 эВ в пленках InN может привести к измерению значения $E_g(\text{InN}) \sim 1.9$ эВ только при содержании кислорода 37 ат.%, тогда как обычно в поликристаллических пленках InN содержание кислорода не превышает 10 ат.%. Кроме того, и в пленках InN, выращенных методом МПЭ, с

содержанием кислорода 3 ат.%, наблюдался оптический край поглощения 1.8 - 2.0 эВ [50*]. Нужно отметить, что величина сдвига Бурштейна-Мосса в InN достигает аномально больших значений ~ 1 эВ, тогда как в обычных III-V полупроводниках его величина не превышает (100 - 200) мэВ вследствие образования развитого потенциального рельефа [51*]. Авторами работ, посвященных эффекту Бурштейна-Мосса в слоях InN, не принимается во внимание, что для сильнолегированного полупроводника (при концентрациях электронов выше 10^{19} см⁻³) рассмотрение в рамках эффекта Бурштейна-Мосса неприменимо, так как в таких материалах вследствие хаотического распределения заряженных дефектов возникают флуктуации потенциального рельефа [51*], которые приводят к неправильному определению ширины запрещенной зоны из оптических измерений. Таким образом, предложенными способами не удастся объяснить всю совокупность результатов оптических экспериментов.

1.3. Нитрид индия – композитное соединение

Основной особенностью большинства экспериментальных и теоретических работ, посвященных InN, является то, что данное соединение рассматривается в них как обычный полупроводник. Между тем известно, что в процессе роста InN происходит спонтанное формирование кластеров металлического In [2*,3*]. Фундаментальной причиной этого является малая энергия формирования InN [52*]. Слабая In-N и сильная N-N энергии связи приводят к формированию преципитатов металлического In на ростовой поверхности InN [37*]. При температуре подложки ниже 550⁰С, выше которой происходит диссоциация InN, и соотношении потоков In/N = 1 низкое давление паров In над жидкой фазой не позволяет удалить такие кластеры In с ростовой поверхности [53*]. Большая концентрация протяженных дефектов способствует аккумуляции металлического In. Из-за очень узкого температурного диапазона формирования InN ($\sim 50^0$ С), даже незначительные отклонения режима роста

(изменение соотношения потоков, возникновение избыточных напряжений на начальных стадиях роста) приводят к появлению кластеров металлического In.

Обнаружение кластеров In с помощью различных методов структурной характеристики осложнено тем, что InN является метастабильным соединением [54*]. Это приводит к тому, что сильное внешнее воздействие, используемое во многих методах структурной характеристики, может само являться причиной формирования кластеров In или исчезновения спонтанно сформированных в процессе роста металлических кластеров. Подробно такой процесс был исследован в работе [55*] с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии. Было показано, что позиционирование электронного пучка в течение продолжительного времени (несколько минут) на какой-либо области слоя InN приводит к исчезновению существовавших там до измерения нанокластеров In и появлению новых, формирующихся под воздействием электронного пучка. С помощью уменьшения времени позиционирования электронного пучка (< 10 с) удалось обнаружить спонтанно сформировавшиеся в процессе роста InN нанокластеры In (рис. 1.1). Размеры обнаруженных кластеров составляли ($5 \div 20$) нм.

Серия работ [3*,4*,56*,57*] была посвящена исследованию влияния нестехиометрии соединения InN и нанокластеров металлического In на оптические свойства эпитаксиальных слоев InN. В работе [56*] было показано, нестехиометрия InN является одной из причин сильного изменения величины E_g , определенной из оптических измерений, для разных образцов InN. Различие орбитальных энергий In и N приводит к тому, что недостаток или избыток In или N являются причиной того, что нестехиометрический InN может иметь иные фундаментальные энергетические параметры по сравнению со стехиометрическим соединением. На рис. 1.2 приведена зависимость положения края оптического поглощения от соотношения N/In (точками обозначены экспериментальные данные, а сплошные линии – результат расчета для дефектов разного типа).

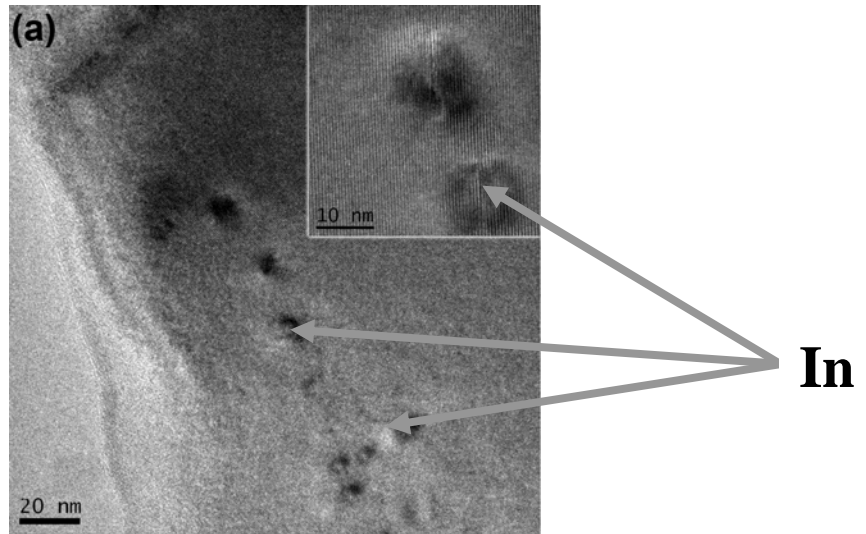


Рис. 1.1. Микрофотография эпитаксиального слоя InN, полученная с помощью просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения [55*]. Стрелками показаны кластеры In, спонтанно сформировавшиеся во время роста InN

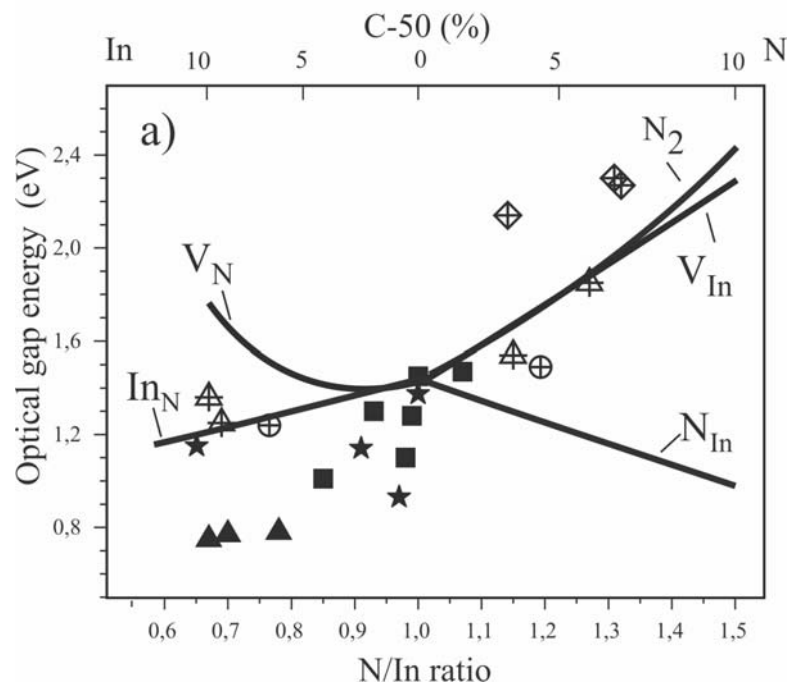


Рис. 1.2. Зависимость положения края оптического поглощения слоев InN от соотношения N/In [56*]. Символами показаны экспериментальные данные, сплошные линии – результат расчета для дефектов разного типа

Видно, что ситуации с $N/In < 1$ и $N/In > 1$ приводят, соответственно, к меньшей и большей энергии, на которой находится край оптического поглощения.

Работы [3*,4*,56*,57*] посвящены исследованию влияния кластеров металлического In, который является плазмонным металлом, на оптические свойства слоев InN. Сравнение изображений микрокатолюминесценции и микрофотографий, полученных с помощью сканирующего электронного микроскопа, показали, что существует пространственная корреляция между областями интенсивного излучения в InN и расположением нанокластеров In (рис. 1.3 А). Интенсивность излучения в области расположения агломератов In выше, чем в близлежащих областях в ~ 70 раз (рис. 1.3 Б) [4*]. Было сделано предположение, что данное наблюдение связано с плазмонными эффектами в кластерах металлического In. В работе [4*] для определения влияния плазмонных эффектов на оптические свойства InN был предпринят сравнительный анализ спектров термически детектируемого оптического поглощения и фототока. Термически детектируемое оптическое поглощение – это наиболее чувствительная методика для обнаружения безизлучательного распада плазмонов, сопровождающегося переходом их энергии в тепло. Такой эффект должен быть сильнее в области ниже края поглощения InN, где он не подавляется межзонными переходами. В свою очередь, фототок определяется генерацией носителей в области межзонного поглощения в полупроводнике. Был обнаружен сдвиг края фототока относительно края термически детектируемого оптического поглощения в более высокие энергии, тогда как в обычном полупроводнике GaN они с хорошей точностью совпадают (рис. 1.4). Таким образом, было показано, что термически детектируемое оптическое поглощение в спектральной области, ниже по энергии относительно края фототока связано с плазмонными эффектами в нанокластерах металлического In. В работе [4*] было показано, что различные оптические процессы в InN происходят в пространственно различных областях, которые находятся под разным влиянием плазмонных возбуждений в кластерах In.

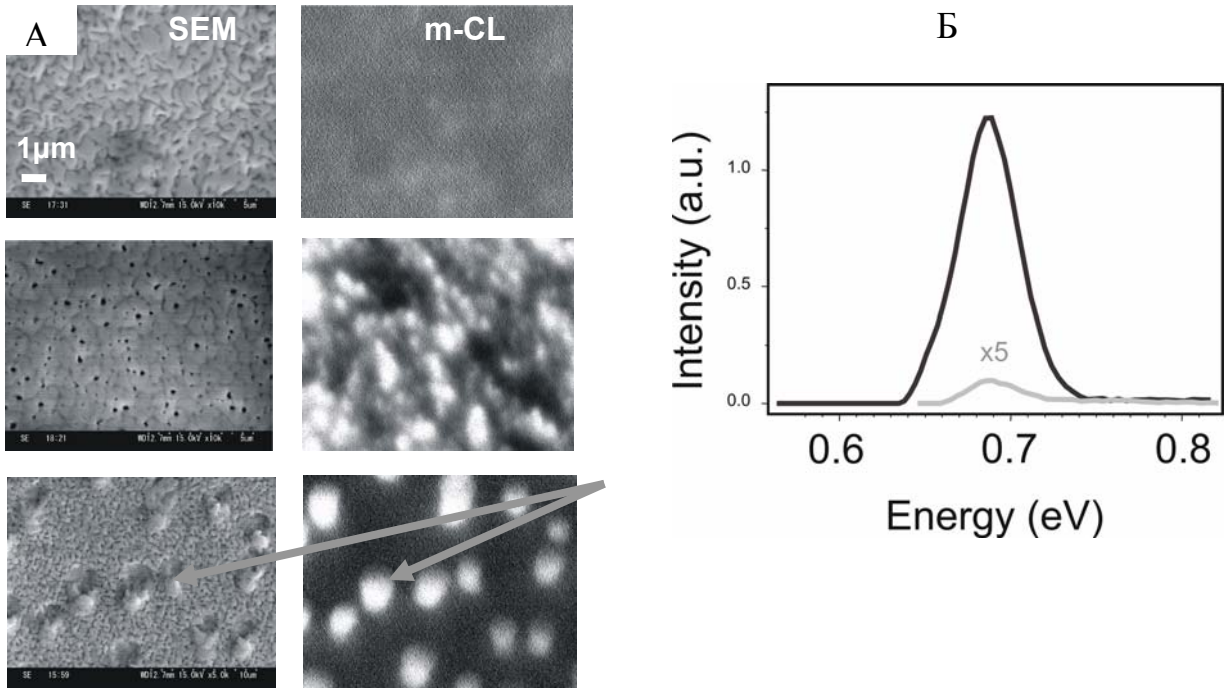


Рис. 1.3. (А) Микрофотографии слоев InN, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа (слева), и изображения микрокатодолуминесценции (справа). Стрелками показаны индий-обогащенные области. (Б) Спектры люминесценции из индий-обогащенной области InN слоя (черная кривая) и из близлежащей области (серая кривая)

[4*]

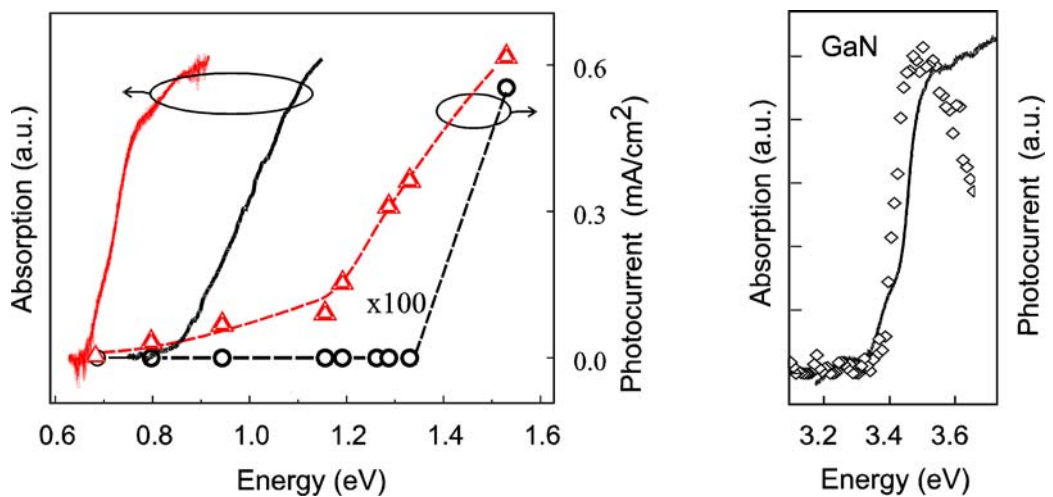


Рис. 1.4. Спектры термически детектируемого оптического поглощения и фототока для двух слоев InN (слева) и для GaN (справа) [4*]

Это приводит к невозможности сравнения характерных энергий различных оптических процессов в InN и определения из них такого фундаментального параметра, как ширина запрещенной зоны.

Таким образом, исследование структурных и оптических свойств InN показали, что нитрид индия не является обычным полупроводником, а должен рассматриваться как композитное соединение, состоящее из полупроводниковой матрицы InN и кластеров металлического In.

1.4. Электрофизические свойства InN

Во всех исследованиях электрофизических свойств InN, проводимых до начала настоящей диссертационной работы, данный материал также рассматривался как обычный вырожденный полупроводник.

Экспериментальные значения концентрации и подвижности электронов в эпитаксиальных слоях InN варьируются в широких пределах для разных образцов, выращенных в различных условиях. Для образцов, выращенных методом ГФЭМОС, величины концентрации электронов лежат в диапазоне $n = (5 \times 10^{18} \div 2 \times 10^{19}) \text{ см}^{-3}$, а подвижность варьируется от 100 до 2000 $\text{см}^2/\text{Вс}$ [58*]. Для образцов, полученных методом МПЭ, диапазоны изменения транспортных параметров еще шире: $n = (\sim 3 \times 10^{17} \div 10^{20}) \text{ см}^{-3}$; $\mu_e = (100 \div 2370) \text{ см}^2/\text{Вс}$ [59*,60*]. Причины такого разброса значений параметров электронов в InN к моменту начала настоящей диссертационной работы известны не были, параметры электронов слабо поддавались контролю, приводя к невозможности воспроизводимого роста пленок InN с заданными транспортными параметрами.

1.4.1. Собственные дефекты и непреднамеренно встраиваемые примеси

Причины высоких значений концентрации электронов и их низкой подвижности в InN, а также широкий разброс значений транспортных параметров электронов в последнее десятилетие интенсивно исследовались и дискутировались. В качестве источников электронов в нелегированных слоях InN рассматривались

- вакансии азота (V_N). Вычисления из первых принципов показали, что вакансии азота имеют самую низкую энергию формирования среди собственных дефектов InN и могут быть основными источниками свободных электронов в пленках InN [61*,62*]. Некоторые экспериментальные результаты подтверждают такие теоретические расчеты [63*]. Однако только с помощью рассмотрения вакансий азота объяснить весь набор экспериментальных данных не удастся.
- примеси водорода, кислорода и кремния. Примеси кислорода и кремния имеют более низкие энергии, чем вакансии азота [61*,64*]. Однако существующие экспериментальные данные не находят однозначного подтверждения того, что за фоновую концентрацию электронов в нелегированных слоях InN ответственны непреднамеренно встраиваемые примеси. В работе [65*] обнаружено, что значения концентрации электронов в эпитаксиальных слоях InN находятся в соответствии с концентрациями непреднамеренно встроенных примесей кислорода и водорода, определенных с помощью вторичной ионной масс-спектрометрии. В тоже время авторы [66*] показали, что только примесями кислорода и водорода нельзя полностью объяснить значения концентрации электронов в нелегированных слоях InN.
- точечные дефекты и краевые дислокации также могут быть рассмотрены в качестве источников электронов в InN. В [67*] было

показано, что краевые дислокации оказывают сильное влияние на величины концентрации и подвижности электронов в слоях InN, выращенных методом ГФЭМОС: увеличение плотности краевых дислокаций приводит к увеличению концентрации электронов и уменьшению холловской подвижности. В тоже время авторы [65*,68*] показали, что наблюдаемую экспериментальную зависимость концентрации электронов в слоях InN, выращенных МПЭ, от толщины нельзя объяснить только влиянием дислокаций, которые действуют только как рассеивающие центры, ограничивая величину подвижности электронов.

Таким образом, предпринятые попытки объяснить наблюдаемые величины концентрации и подвижности электронов в эпитаксиальных слоях InN, разброс значений транспортных параметров электронов только влиянием собственных дефектов и непреднамеренно встраиваемых примесей не увенчались успехом.

1.4.2. Поверхностный аккумуляционный слой

На поверхности эпитаксиальных слоев InN с помощью методов высокоразрешающей спектроскопии энергетических потерь электронов [69*], фотоэмиссионной спектроскопии [70*] и вольт-фарадных характеристик с использованием электролита [71*] был обнаружен аккумуляционный слой. Было показано, что изгиб зон на поверхности пленок InN составляет ~ 1.5 эВ (при $E_g(\text{InN}) = 0.64$ эВ) (рис. 1.5), поверхностная плотность состояний $(2 \div 6) \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$, а толщина слоя равна $(5 \div 10)$ нм [69*-71*].

Экспериментальное обнаружение поверхностного аккумуляционного слоя в пленках InN привело к тому, что в большинстве публикуемых в настоящее время работ, посвященных исследованию электрических свойств InN, полагается, что такой слой оказывает существенное влияние на электрические свойства эпитаксиальных слоев InN, шунтируя объем пленок и не позволяя корректно определять параметры электронов в объеме [72*]. Параметры

электронов в объеме InN в таких работах вычисляются в рамках модели двух параллельно соединенных слоев. Такой подход к анализу электрических свойств эпитаксиальных слоев InN вызывает множество вопросов.

В первую очередь нужно отметить, что никаких достоверных доказательств сильного влияния поверхностного аккумуляционного слоя на электрические свойства InN к моменту начала диссертационной работы опубликовано не было. В качестве единственного экспериментального подтверждения такого влияния в первых работах рассматривался тот факт, что концентрация электронов в пленках InN зависит от толщины и в приближении нулевой толщины не обращается в нуль [73*,74*]. Для объяснения такой экспериментальной зависимости использовалось соотношение

$$n_H d = n_s + n_b d_b, \quad (1.1)$$

где n_H , n_s , n_b – холловская концентрация, концентрация электронов в поверхностном слое и объеме пленки InN, соответственно; d и d_b – толщины пленки InN и ее объема. Однако нужно отметить, что при таком рассмотрении не учитываются подвижности электронов в поверхностном слое и объеме, видимо, полагается, что они являются одинаковыми, хотя обоснованность такого предположения никак не обсуждается и ничем не подтверждается. Даже наоборот, наряду с зависимостью холловской концентрации от толщины, в некоторых работах сообщалось и о том, что холловская подвижность уменьшается при уменьшении толщины пленок InN [74*], что может свидетельствовать о неверности предположения о равенстве подвижностей электронов в объеме и в поверхностном слое. Таким образом, степень влияния поверхностного аккумуляционного слоя на электрические свойства эпитаксиальных слоев InN к моменту начала настоящей диссертационной работы определена не была.

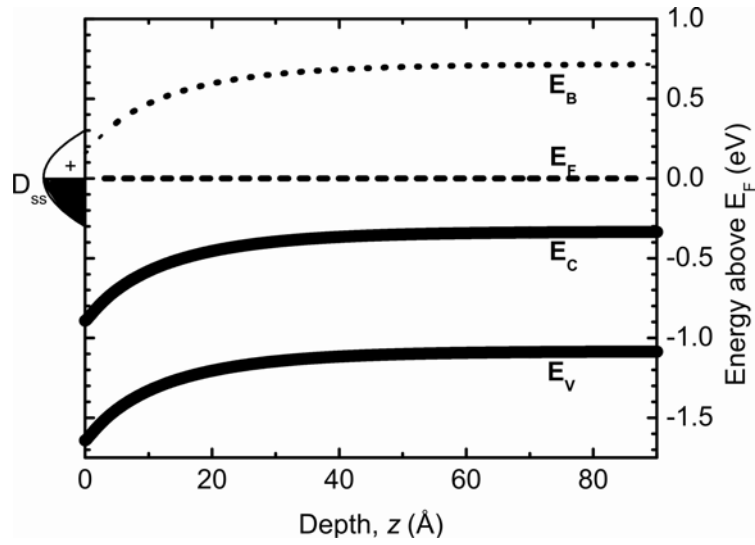


Рис. 1.5. Потолок валентной зоны (E_V) и дно зоны проводимости (E_C), уровень стабилизации энергии Ферми (E_B) по отношению к уровню Ферми (E_F) в приповерхностной области InN. D_{ss} – поверхностные состояния донорного типа [69*]

Кроме того, для расчетов транспортных параметров электронов в объеме пленок InN в модели параллельно соединенных слоев с использованием соотношения (4.1.2) необходимо знание величин концентрации и подвижности электронов в поверхностном слое.

$$n_H d_{film} = \frac{(n_b d_b \mu_b + n_s d_s \mu_s)^2}{n_b d_b \mu_b^2 + n_s d_s \mu_s^2}, \quad (1.2)$$

$$\mu_H = \frac{n_b d_b \mu_b^2 + n_s d_s \mu_s^2}{n_b d_b \mu_b + n_s d_s \mu_s}$$

где n_H , μ_H – значения холловской концентрации и подвижности, d – толщина пленки InN, n_b , μ_b , d_b и n_s , μ_s , d_s – величины концентрации и подвижности электронов и толщина объема и поверхностного слоя InN.

Как правило, параметры электронов в поверхностном слое в работах экспериментально не определяются. В качестве значений их концентрации берутся величины, определенные с помощью высокоразрешающей спектроскопии энергетических потерь электронов и вольт-фарадных измерений с использованием электролита [69*,71*]. При этом предполагается, что транспортные параметры электронов в поверхностном аккумуляционном слое универсальны для всех эпитаксиальных слоев InN. Хотя экспериментальных доказательств такого предположения не представлено.

Величины подвижности электронов в поверхностном слое к моменту начала настоящей диссертационной работы достоверно известны не были. В работе [75*] были проанализированы магнитополевые зависимости коэффициента Холла R_H и удельного сопротивления ρ с помощью количественного анализа спектра подвижности [76*] и аппроксимации с учетом нескольких типов носителей заряда. Было обнаружено, что в исследованных пленках InN существует два типа электронов с разными величинами подвижности, так как предложенный метод не позволяет определить пространственное положение носителей заряда, следуя общепринятому мнению, авторы соотнесли малоподвижные электроны с электронами в

поверхностном аккумуляционном слое. Подвижность таких электронов составляла $(100 \div 200) \text{ см}^2/\text{Вс}$, однако, как отметили авторы работы [75*], используемых величин магнитного поля (до 4.5 Тл) не достаточно для достоверного определения столь малых величин подвижности электронов. В другой работе [77*], использующей измерения в более сильных магнитных полях (до 12 Тл) и те же методы анализа экспериментальных данных, было показано, что малоподвижные электроны обладают намного большими величинами подвижности $(700 \div 800) \text{ см}^2/\text{Вс}$. Помимо этих двух работ, исследований по определению величин подвижности электронов в поверхностном слое опубликовано не было. При этом в некоторых работах, посвященных исследованию электрических свойств InN и определению параметров электронов в объеме InN, использовались значения подвижности электронов в поверхностном слое, определенные в [76*], в других работах – полагалось, что подвижности электронов в объеме пленок InN и в поверхностном слое мало отличаются [73*,74*]. Существует также работа, в которой, предполагается, что подвижность электронов в поверхностном слое очень мала ($< 1 \text{ см}^2/\text{Вс}$) [78*]. Таким образом, к моменту начала настоящей диссертационной работы существовала неопределенность с величиной подвижности электронов в поверхностном слое для разных образцов, что несомненно затрудняет достоверный анализ вклада поверхностного аккумуляционного слоя в электрические свойства эпитаксиальных слоев InN и ставит под сомнение транспортные параметры электронов в объеме InN, вычисленные в рамках модели двух параллельно соединенных слоев.

1.4.3. Эпитаксиальные слои InN, легированные Mg

Еще одной проблемой является получение слоев InN p-типа проводимости. В качестве легирующей акцепторной примеси для данного материала используется Mg, также как это делается в случае с GaN. В первой работе, посвященной легированию слоев InN магнием, было показано [79*], что

легирование с концентрацией Mg от 10^{19} до 3×10^{21} см^{-3} приводит к уменьшению концентрации электронов на порядок величины (до 10^{19} см^{-3}), то есть Mg действительно работает как акцепторная примесь, однако полная компенсация достигнута не была. Также было обнаружено, что при $[\text{Mg}] > 10^{21}$ см^{-3} происходит ухудшение кристаллического качества и поверхностной морфологии эпитаксиальных слоев InN. Нужно отметить, что во всех исследованных в дальнейших работах слоях InN:Mg измерялся коэффициент Холла отрицательного знака.

Обнаружение аккумуляционного слоя на поверхности InN и общепринятый факт, что такой поверхностный слой оказывает существенное влияние на электрические свойства эпитаксиальных слоев InN, привели к тому, что стали появляться работы, в которых сообщалось о легировании пленок InN магнием и о том, что на самом деле такое легирование приводит к p-типу проводимости объема пленок InN, который однако шунтируется поверхностным аккумуляционным слоем, что приводит к невозможности обнаружения свободных дырок с помощью измерений эффекта Холла [80*-83*]. В связи с чем, стало необходимо доказать наличие p-типа проводимости в объеме пленок InN какими-либо другими методами. Сначала были попытки сделать это с помощью метода вольт-фарадных характеристик с использованием электролита [80*-83*]. Однако, как показали в дальнейшем сами авторы подобных статей, данный метод не позволяет определить наличие свободных дырок в объеме пленок InN, а лишь указывает на наличие в них акцепторных примесей [84*]. Недавно была опубликована работа [78*], в которой было представлено первое доказательство наличия в объеме эпитаксиальных слоев InN:Mg p-типа проводимости, основанное на исследовании эффектов Холла и Зеебека. Однако приведенное в данной работе доказательство не выдерживает критики [85*]. Авторами было обнаружено, что для всех легированных Mg слоев InN, знак коэффициента Холла был отрицательным, тогда как для некоторых пленок знак коэффициента Зеебека был найден положительным. Данное наблюдение было объяснено тем, что при

измерении коэффициента Холла поверхностный аккумуляционный слой шунтирует объемный слой, а при измерениях термоэдс – нет. Экспериментальные значения коэффициента Зеебека были аппроксимированы в рамках модели двух параллельно соединенных слоев с использованием следующих значений транспортных параметров электронов в поверхностном слое и дырок в объеме: $n_s \sim 10^{20} \text{ см}^{-3}$, $\mu_s < 1 \text{ см}^2/\text{Вс}$ и $p_b = 10^{18} \text{ см}^{-3}$, $\mu_b = 30 \text{ см}^2/\text{Вс}$. Однако авторы не учли, что при используемых транспортных параметрах электронов и дырок, и коэффициент Холла должен быть отрицательным, тогда как экспериментальные величины положительны. Таким образом, данное объяснение наблюдаемых коэффициентов Холла и Зеебека разного знака является неверным. Кроме того, авторы не учли, что в таком сложном материале, как InN, положительный коэффициент Зеебека может наблюдаться и в случае n-типа проводимости объемного слоя, в силу, например, того, что InN является сильно вырожденным полупроводником, либо из-за возможного влияния эффекта увлечения фононов, либо из-за композитной структуры InN [85*].

Таким образом, в настоящее время не существует достоверных доказательств p-типа проводимости объема эпитаксиальных слоев InN:Mg.

Подводя итог, нужно отметить, что к моменту начала диссертационной работы отсутствовало понимание электрофизических процессов, протекающих в эпитаксиальных слоях InN. Необходимым представляется исследование электрофизических свойств эпитаксиальных слоев InN с рассмотрением всех возможных факторов, оказывающих влияние на электрические свойства InN, экспериментальное определение их количественного вклада.

1.4.4. Осцилляции Шубникова-де Гааза в слоях InN

Несколько работ было посвящено исследованию осцилляций Шубникова-де Гааза в эпитаксиальных слоях InN [86*-88*].

В работах Inushima et al. [86*,87*] были проведены измерения зависимостей сопротивления от магнитного поля (до 15 Тл) при различном угле между \mathbf{B} и кристаллографической осью c пленки InN с вюртцитной структурой. Были обнаружены две серии осцилляций Шубникова-де Гааза, одна из которых исчезала в конфигурации $\mathbf{B} \perp c$, что говорит о том, что вторая серия осцилляций связана с некоей двумерной проводимостью. Авторы связывали первую серию осцилляций ШдГ с проводимостью по объему эпитаксиальных слоев InN. Были определены значения концентрации квантованных электронов в объеме и температура Дингля. Вторая серия осцилляций ШдГ была объяснена вкладом d электронов атомов In [87*].

Работа [88*] посвящена определению эффективной циклотронной массы электронов m_c^* в InN с помощью анализа осцилляций ШдГ. Данная работа была первой опубликованной работой, в которой прямым методом была определена циклотронная эффективная масса электронов на уровне Ферми в InN, она оказалась равна $0.062m_0$ при концентрации квантованных электронов 10^{18} см^{-3} . При использовании $E_g(\text{InN}) = 0.7 \text{ эВ}$ и с учетом непараболичности зоны проводимости InN, авторами было показано, что эффективная масса электрона на дне зоны проводимости равна $0.05m_0$. Нужно отметить, что в работе [88*] наблюдалась одна серия осцилляций Шубникова-де Гааза, в отличие от работ [86*,87*].

1.5. Свойства твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

1.5.1. Явления фазового распада и сегрегации металлического In, их связь с оптическими свойствами $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Твердые растворы $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с $x < 0.15$ широко используются в качестве активного слоя в УФ, фиолетовых и синих светодиодах и лазерных диодах на основе нитридов III-ей группы. Получение эпитаксиальных слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с большим содержанием In высокого структурного качества сопровождается

трудностями, связанными с явлением фазового распада твердого раствора и образованием металл-обогащенных областей.

Причинами фазового распада в слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ являются композиционные напряжения, являющиеся следствием различия ковалентных радиусов атомов In и Ga, которые равны 1.44 и 1.26 Å, соответственно [89*]). Существенное влияние на фазовый распад также имеют компрессионные напряжения, возникающие из-за рассогласования решеток InGaN и буферного слоя GaN. Это может приводить к замедлению распада твердого раствора за счет возникновения дополнительных сдерживающих упругих напряжений, обусловленных выделением In-обогащенной фазы [20*]. С другой стороны, такие явления как поверхностная сегрегация In, причиной которой является слабая связь In-N по сравнению со связью Ga-N [90*,91*], могут усилить процессы распада и образования In-обогащенных кластеров InGaN, поскольку сегрегация эффективно увеличивает содержание In в твердом растворе вблизи поверхности роста эпитаксиального слоя.

Явление фазового распада в твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, усиливающееся при увеличении x , и низкое кристаллическое качество таких слоев привели к тому, что большинство работ, опубликованных до 2002 года, посвящено исследованию $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с небольшим содержанием In ($x < 0.4$). В работах [92*,93*], посвященных исследованию оптических свойств таких слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ было показано, что наличие когерентных локальных флуктуаций состава твердого раствора приводит к локализации носителей заряда в узкозонных In-обогащенных областях. Это способствует их эффективной изоляции от протяженных дефектов - краевых дислокаций, неминуемо возникающих в GaN/InGaN гетероструктурах, выращенных на сильно рассогласованных подложках (сапфир, Si и т.д.), и приводит к резкому увеличению внутреннего квантового выхода светоизлучающих гетероструктур [94*]. Дальнейшее увеличение x , необходимое для расширения спектрального диапазона лазеров и светодиодов в длинноволновую (зелено-желтую) область спектра, помимо увеличения рассогласования периодов кристаллической решетки $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ и

буферного слоя GaN, которое может являться дополнительным источником высокой плотности прорастающих дислокаций, приводит к усилению распада и увеличению содержания In в In-обогащенных кластерах InGaN. При достижении критического содержания при данном размере кластеры теряют свою когерентность, в них образуются дефекты несоответствия и локализация перестает быть эффективной в плане излучательной рекомбинации. Таким образом, в квантовых структурах и объемных слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ существует два противоборствующих механизма рекомбинации: излучательная рекомбинация через локализационные центры и безизлучательная рекомбинация на протяженных дефектах. То есть существует некоторое оптимальное содержание индия в твердом растворе, при котором локализационные центры InGaN остаются когерентными и приводят к усилению эффективности излучения, подавляя транспорт неравновесных носителей заряда к протяженным дефектам. Кроме того, было показано с помощью оптических и композиционных характеристизационных методик [95*,96*], что в твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с относительно большим содержанием In ($x > 0.4$) в процессе фазового распада могут формироваться кластеры чистого InN, а это в свою очередь может привести к возникновению нанокластеров металлического In по аналогии с тем, как это происходит в чистом эпитаксиальном InN (см. 1.3). В результате, в твердых растворах с большим x также наблюдаются оптические эффекты, связанные с плазмонными резонансами в металлических кластерах In [4*].

В 2002 году появилась первая работа [38*], в которой на основе анализа спектров фотолюминесценции и оптического поглощения InN и твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ большого состава ($0.36 < x < 1$), выращенных методом МПЭ ПА при низких температурах, была пересмотрена ширина запрещенной зоны InN. Одним из аргументов была зависимость ширины запрещенной зоны $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ от x (рис. 1.6). Было обнаружено, что край оптического поглощения монотонно сдвигается в сторону больших энергий при уменьшении концентрации In. Полосы люминесценции, которая, как полагали авторы, связана с межзонными переходами, были сдвинуты в красную область спектра

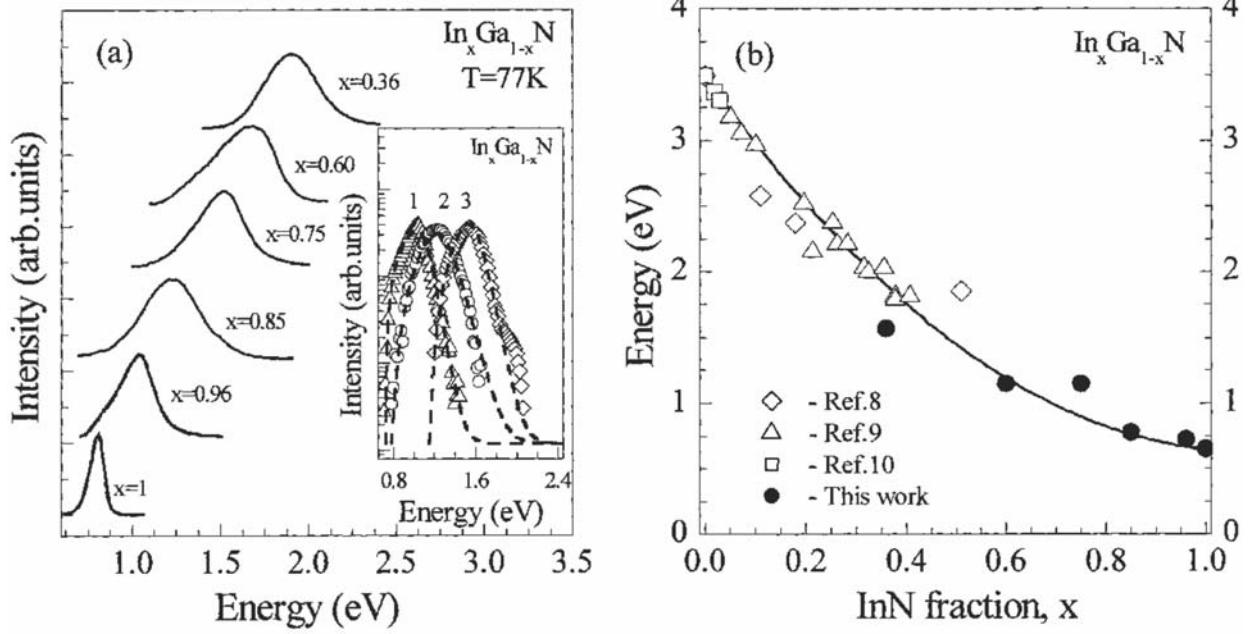


Рис. 1.6. (a) Спектры фотолюминесценции слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, измеренные при 77 К. (b) Зависимость ширины запрещенной зоны от состава твердого раствора x [38*]

по отношению к порогу поглощения. Концентрация электронов в исследованных слоях лежала в диапазоне $(4 \div 7) \times 10^{19} \text{ см}^{-3}$ и наблюдаемые эффекты авторы объяснили сдвигом Бурштейна-Мосса. Была построена зависимость ширины запрещенной зоны $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ от x , обнаружено, что она может быть аппроксимирована уравнением

$$E_g = 3.493 - 2.843x - bx(1 - x), \quad (1.3)$$

с достаточно большим параметром провисания $b = 2.5$ эВ. Нужно отметить, что, несмотря на то, что в ряде работ, посвященных исследованию твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ сообщается о фазовом распаде и появлении металл-обогащенных областей при большом содержании In, авторы [38*] возможность фазового распада и его влияние на оптические свойства исследованных эпитаксиальных слоев не обсуждают, хотя широкий спектр полосы фотолюминесценции, видимо состоящий из двух пиков, наблюдающийся для одного из исследованных слоев, может свидетельствовать о наличии фазового распада в слое. Аналогичный анализ оптических свойств твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с большим содержанием In был проведен еще в нескольких работах, например, в [97*].

1.5.2. Электрические свойства $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Работ, посвященных исследованиям электрофизических свойств твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, опубликовано крайне мало. Специфика публикаций на тему транспортных параметров $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с $x < 0.4$ определяется тем фактом, что данное соединение используется в качестве активного слоя в оптоэлектронных приборах. Отсюда возникает основная задача таких работ – это контроль транспортных параметров электронов в объемных слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ и р-легирование таких слоев. Концентрация электронов в таких слоях обычно варьируется в диапазоне $(4 \times 10^{18} \div 10^{20}) \text{ см}^{-3}$, максимальная подвижность электронов обычно не превышает $10^2 \text{ см}^2/\text{Вс}$ [98*]. В работе [99*] исследовались легированные Mg слои $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x \leq 0.35$). Максимальная

достигнутая концентрация дырок составила $5 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$ для $x = 0.22$ при их подвижности $3 \text{ см}^2/\text{Вс}$. Энергия активации акцептора для твердого раствора $\text{In}_{0.35}\text{Ga}_{0.65}\text{N}$ оказалась равна 43 мэВ.

Исследованию электрических свойств эпитаксиальных слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ и $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}:\text{Mg}$ с высоким содержанием In ($x > 0.4$) посвящено несколько работ [71*, 100*]. Как правило, в таких работах сообщается об исследовании пленок и InN и $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ высокого состава с применением одного и того же подхода к анализу экспериментальных данных, с присущими ему недостатками, описанными в параграфе 1.4. Для эпитаксиальных слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с высоким содержанием индия при анализе электрических свойств также не принимается во внимание возможность фазового распада, наличия кластеров металлического In; считается, что существующий на поверхности аккумуляционный слой шунтирует объем n- или p-типа более высокого структурного качества.

Таким образом, ситуация с исследованиями твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ является еще более сложной, чем в InN . Высокое содержание In приводит к формированию областей с разным содержанием In и металл-обогащенных областей, наличие которых оказывает существенное влияние на оптические свойства слоев и может оказывать влияние на электрические свойства $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$. Это делает необходимым определение критического содержания In, при котором начинают формироваться кластеры металлического In в эпитаксиальных твердых растворах InGaN , а также определение характера влияния фазового распада на электрофизические свойства $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$.

Глава 2. Исследованные образцы и экспериментальные методики

2.1. Описание исследованных образцов

В диссертационной работе исследовались эпитаксиальные слои InN и $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x \geq 0.2$), выращенные методом молекулярно-пучковой эпитаксии с плазменной активацией азота на подложках $c\text{-Al}_2\text{O}_3$ с использованием буферного слоя GaN, полученного методом МПЭ ПА.

Были исследованы нелегированные и легированные Mg пленки InN. Для нелегированных слоев варьировались толщина InN в диапазоне (200 ÷ 2000) нм и соотношение потоков In/N (1; 1.1; 1.38). Слои InN были выращены при двух температурах 480°C и 600°C. Параметры образцов из серии легированных Mg слоев InN представлены в табл. 2.1.

Помимо нелегированных эпитаксиальных слоев InN были исследованы намеренно сформированные композитные структуры InN/In, которые формировались путем периодического осаждения InN толщиной 25 нм и слоев металлического In. Для разных композитных структур время осаждения чистого металлического In варьировалось от 5 до 120 с, что соответствовало номинальной толщине 2-48 монослоев. Все структуры имели 20 периодов, кроме случая, когда толщина In вставки составляла 48 МС, где число периодов равнялось 6. Для определения особенностей распределения металлического In в таких структурах были измерены спектры рентгеновской дифракции и оптического поглощения. Для структур, в которых время осаждения металлического In превышало 20 с, в спектрах рентгеновской дифракции наблюдался (101) пик In (рис. 2.1). Следует отметить, что для того чтобы этот пик был зарегистрирован, необходимо, чтобы толщина индиевых включений достигала десятков атомных плоскостей. Обнаружено, что эффективная величина коэффициента поглощения, рассчитанная для всей структуры ($\alpha_{эфф} \sim 10^5 \text{ см}^{-1}$ при $E = 1.5 \text{ эВ}$), выше значения $\alpha \sim 5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$ при той же энергии, полученного для обычной пленки InN [101*], что свидетельствует о том, что металлический индий присутствует в исследованных структурах.

Табл. 2.1. Параметры пленок InN:Mg, выращенных при соотношении $\text{In/N} = 1.1$ и температуре $T_g = 600^\circ\text{C}$

Образец	Толщина InN, нм	[Mg], см^{-3}
E974	540	0
E978	630	1.3×10^{17}
E980	650	1.1×10^{18}
E981	630	6.0×10^{18}
E1040	630	3.1×10^{19}
E1024	700	1.9×10^{20}
E1041	630	4.2×10^{20}

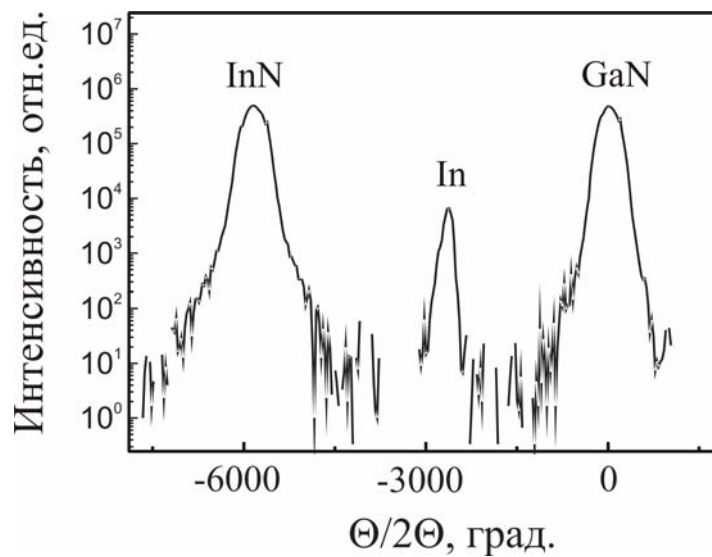


Рис. 2.1. Спектр рентгеновской дифракции намеренно сформированной композитной структуры InN/In, в которой время осаждения металлического In составляло 40 с

Однако, величина $\alpha_{эфф}$ меньше, чем значение, ожидаемое для сплошной металлической пленки ($\alpha \sim 10^6 \text{ см}^{-1}$), то есть вставки индия в намеренно сформированных композитных структурах InN/In не образуют сплошных слоев, а представляют собой массивы хаотически распределенных металлических кластеров.

Были исследованы эпитаксиальные слои $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, выращенные при разных температурах T_g (табл. 2.2). Для разных слоев варьировалось содержание индия x и соотношение потоков In/N, используемое при росте.

Табл. 2.2. Параметры эпитаксиальных слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Образец	x	$T_g, ^\circ\text{C}$	In/N	Толщина слоя InGaN, нм	Толщина буферного слоя GaN, нм
c116	0.38	505	1	700	500
c117	0.35	521	≤ 1.35	1000	800
c123	0.22	585	1.28	360	2000
c130	0.33	583	1.23	680	1500
c134	0.20	585	1.9	300	2000
c140	0.63	585	0.5	270	1000
c146	0.33	620	0.8	230	1000
c150	0.32	640	0.33	230	1000
c223	0.57	630	$1 \leq \text{In/N} < 0.8$	200	2000

2.2. Электрофизические измерения в постоянном слабом магнитном поле

Измерения коэффициента Холла в слабом постоянном магнитном поле (0.06 Тл) и удельного сопротивления в нулевом магнитном поле проводились как в конфигурации Ван дер Пау [102*], так и в стандартной холловской геометрии в диапазоне температур (1.6 ÷ 300) К. Для измерений на поверхности пленок формировались индиевые контакты. На рис. 2.2 представлено расположение электрических контактов в двух конфигурациях. В обоих случаях измерения проводились на постоянном токе. Принципиальная электрическая схема установки представлена на рис. 2.3. На последовательно соединенные образец и постоянное сопротивление R подавалось постоянное напряжение. Для определения величины электрического тока, протекающего через образец, измерялось падение напряжения на постоянном сопротивлении R и использовалось соотношение $I = U_R/R$. Величина электрического тока, протекающего через образец, варьировалась в диапазоне (0.5 ÷ 50) мА.

В геометрии Ван дер Пау (рис. 2.2 а) для определения удельного сопротивления ρ измерялись две величины сопротивления в двух конфигурациях: $R_{12,34} = U_{34}/I_{12}$ и $R_{13,24} = U_{24}/I_{13}$. Далее ρ вычислялось с использованием соотношения:

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{R_{12,34}}{R_{13,24}} f\left(\frac{R_{12,34}}{R_{13,24}}\right), \quad (2.1)$$

где d – толщина слоя InN или InGaN, функция f учитывает расположение контактов, поскольку исследованные образцы имели правильную геометрическую форму и контакты располагались на примерно одинаковом расстоянии друг от друга, то функция f может быть вычислена по формуле

$$f\left(\frac{R_{12,34}}{R_{13,24}}\right) = 1 - \frac{\ln 2}{2} \left(\frac{R_{12,34} - R_{13,24}}{R_{12,34} + R_{13,24}}\right)^2, \quad (2.2)$$

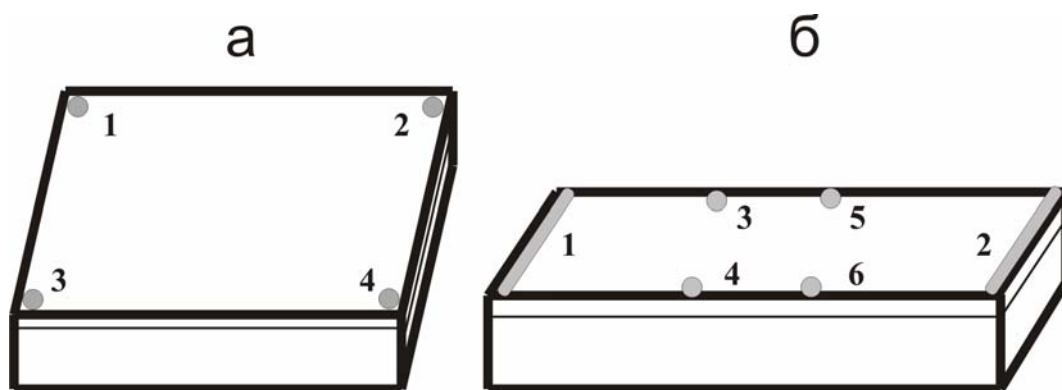


Рис. 2.2. Форма исследованных образцов и расположение контактов для двух геометрий: конфигурация Ван дер Пау (а) и стандартная холловская конфигурация (б)

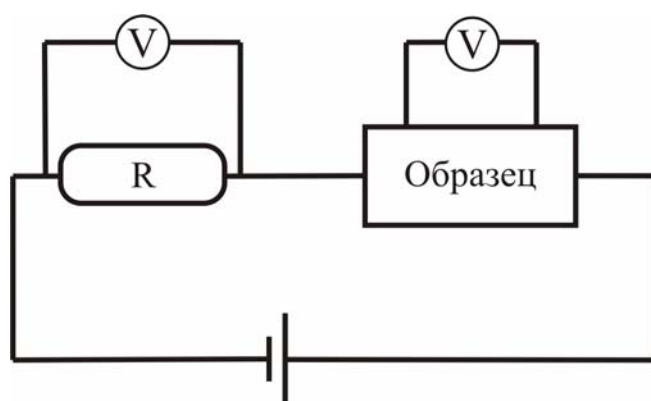


Рис. 2.3. Принципиальная электрическая схема измерений

Коэффициент Холла R_H в геометрии Ван дер Пау определялся с помощью соотношения

$$R_H = \frac{U_{23}d}{I_{14}H}, \quad (2.3)$$

В стандартной холловской геометрии (рис. 2.2. б) ρ и R_H вычислялись с помощью уравнений (2.4) и (2.5).

$$\rho = \frac{U_{35}S}{I_{12}l}, \quad (2.4)$$

где S – площадь поперечного сечения, l – расстояние между контактами.

$$R_H = \frac{U_{34}d}{I_{12}B}, \quad (2.5)$$

где B – индукция магнитного поля.

Для исключения вклада эффекта термоэдс величина напряжения U на потенциальных контактах образца для вычисления ρ и в конфигурации Ван дер Пау, и в стандартной холловской геометрии определялась по двум измерениям с разным направлением электрического тока

$$U = \frac{U_{I+} + U_{I-}}{2}, \quad (2.6)$$

Измерения коэффициента Холла проводились при двух направлениях магнитного поля для исключения вклада эффекта магнитосопротивления. Холловское напряжение U_H вычислялось с использованием соотношения (2.7), в результате чего исключались вклады эффектов термоэдс и магнитосопротивления [103*].

$$U_H = \frac{+U_{I+B+} - U_{I-B+} + U_{I-B-} - U_{I+B-}}{4}, \quad (2.7)$$

Величины постоянного тока через образец и напряжения на потенциальных контактах образца измерялись с точностью $\sim 0.1 - 0.5 \%$. Сравнение значений коэффициента Холла и удельного сопротивления, измеренных в конфигурации Ван дер Пау и стандартной холловской геометрии,

показало, что измерений в обеих геометриях в случае эпитаксиальных слоев InN и $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ приводят к одинаковому результату.

Для измерения температурных зависимостей удельного сопротивления и коэффициента Холла образец (1) помещался на специальный держатель (рис. 2.4). Держатель образца был сконструирован для использования в транспортном сосуде Дьюара, предназначенном для транспортировки и хранения жидкого гелия. В качестве источника постоянного магнитного поля использовался сверхпроводящий соленоид (2), намотанный на внешний латунный стакан (3). Для нагрева образца использовалась печка из константановой проволоки (4). Температура образца измерялась с помощью резистивного датчика (5), расположенного вблизи образца. Согласно технической спецификации температурного датчика, точность измерения температуры составляла 5 мК при 4.2 К и 40 мК при 300 К. Объем между двумя камерами (6) заполнялся газообразным гелием при охлаждении образца и играл роль теплообменного газа, а при работе печки объем (6) вакуумировался.

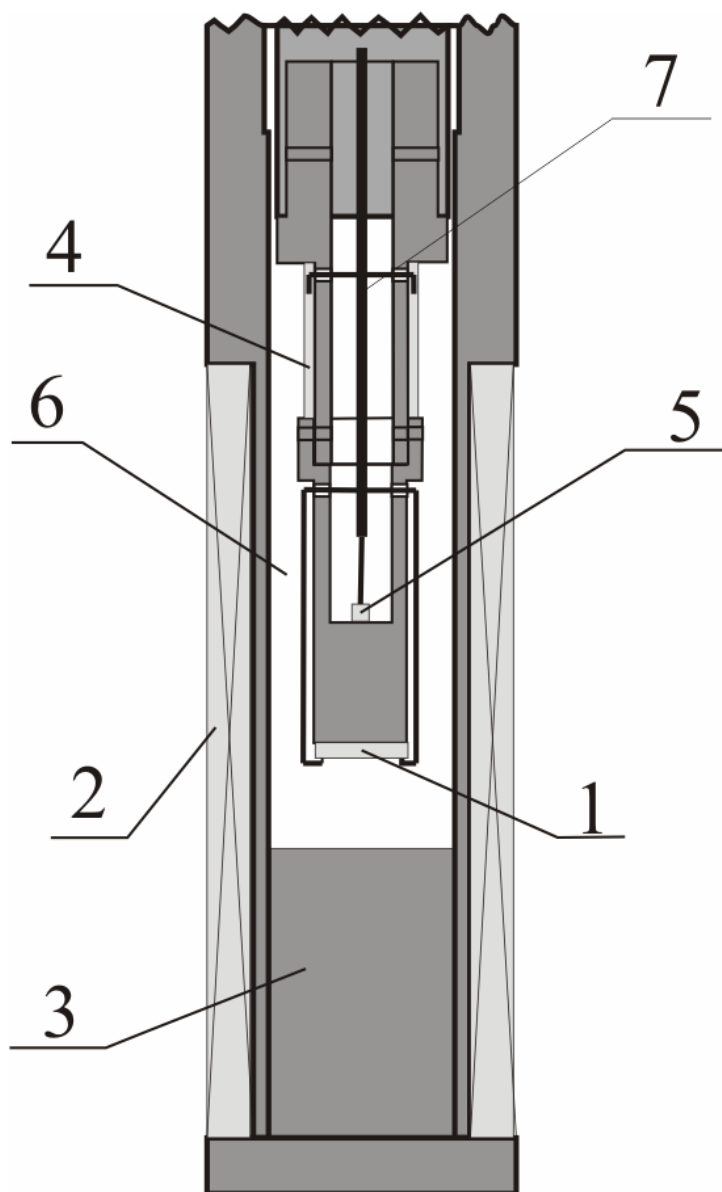


Рис. 2.4. Схема держателя образца для температурных измерений.

1 – Исследуемый образец

2 – Сверхпроводящий соленоид

3 – Внешний латунный стакан

4 – Печка

5 – Резистивный датчик температуры

6 – Объем между внутренней и внешней камерами

7 – Электрические провода

2.3. Электрофизические измерения в сильных импульсных магнитных полях

Измерения в сильных импульсных магнитных полях проводились в двух зарубежных лабораториях: до 30 Тл (Лаборатория Вихури физического факультета Университета Турку, Финляндия) и до 63 Тл (Лаборатория сильных магнитных полей Научно-Исследовательского Центра Дрезден-Россендорф, Германия) в температурном диапазоне ($1.6 \div 300$) К.

Измерения коэффициента Холла и удельного сопротивления проводились в стандартной холловской геометрии, как описано в параграфе 2.2.

Генератор импульсного магнитного поля в Лаборатории Вихури состоял из соленоида, батареи электрических конденсаторов и цепи разряда. Импульс магнитного поля генерировался путем разряда накопленной в конденсаторах энергии через соленоид. Импульсный соленоид располагался в сосуде с жидким азотом. Используемая установка обладает следующими характеристиками:

- максимальное магнитное поле – 30 Тл;
- длительность импульса – 8 мс;
- максимальный ток через соленоид – 10 кА;
- ток, протекающий через образец – ($5 \text{ мкА} \div 0.2 \text{ А}$).

Измерительный комплекс позволяет измерять исследуемые сигналы в момент действия импульса магнитного поля одновременно по четырем независимым каналам (сигнал с катушки, используемой для измерения магнитного поля; с потенциальных контактов образца для измерения удельного сопротивления, с потенциальных контактов образца для измерения коэффициента Холла; с токовых контактов образца), сигналы оцифровываются 12-ти разрядными АЦП, минимальное время преобразования составляет 1 мкс. Результат заносится в буферную память 4x128К. Полоса пропускания измерительного аналогового тракта составляет 0-100 кГц. Указанные параметры позволяют проводить измерения с длительностями импульса магнитного поля, превышающими 1 мс. В измерительном комплексе существует возможность (I) автоматического программного вычитания

сигналов наводки, пропорциональной dH/dt , где H – напряженность магнитного поля, t – время; (II) автоматического вычитания сигнала, пропорционального сопротивлению образца в нулевом магнитном поле, что позволяет расширить динамический диапазон усилительного тракта; (III) увеличения коэффициента усиления только на время действия магнитного поля, что позволяет более качественно выделить сигнал, зависящий от магнитного поля.

Держатель образца содержит катушку измерения магнитного поля, нагреватель образца для регулирования температуры, датчик давления и уровнемер жидкого гелия. Для проведения эксперимента держатель образца вводится внутрь гелиевого криостата, имеющего тонкий палец, расположенный в центре импульсного соленоида.

Генерация импульсов магнитного поля в Лаборатории сильных магнитных полей в Дрездене основана на том же принципе разряда накопленной в конденсаторах энергии через соленоид [104*]. Максимальное магнитное поле составляло 63 Тл, длительность импульса – 150 мс. Измерения проводились при постоянном токе через образец, величина которого находилась в диапазоне (0.5 ÷ 10) мА. В процессе измерения сигналы с потенциальных контактов образца, с известного сопротивления, соединенного последовательно с образцом, и катушек, используемых для измерения магнитного поля, записывались как функции времени. После измерения осуществлялось вычитание сигналов наводки, пропорциональной dH/dt .

Импульсный соленоид располагается в сосуде с жидким азотом. Держатель образца содержит катушки измерения магнитного поля, датчик температуры и помещается в продувной гелиевый криостат в центр импульсного соленоида.

Глава 3. Электрофизические свойства InN. Влияние кластеров металлического In

Настоящая глава диссертационной работы посвящена изучению влияния спонтанно формирующихся кластеров металлического In на электрофизические свойства эпитаксиальных слоев InN [2-6]. Измерены зависимости коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля в интервале температур (1.6 ÷ 300) К в магнитных полях до 30 Тл, а также температурные зависимости удельного сопротивления при температурах (1.6 ÷ 300) К. С помощью электрофизических исследований доказано существование кластеров металлического In в эпитаксиальных слоях InN. Показано, что нанокластеры In оказывают сильное влияние на электрические свойства эпитаксиальных слоев InN, приводя к аномальным зависимостям коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля. Из особенностей поведения удельного сопротивления при температурах ниже 4.2 К, связанных со сверхпроводимостью в кластерах In, определен минимальный размер индиевых включений, который для разных образцов находился в диапазоне (10 ÷ 30) нм. Из аппроксимации зависимости коэффициента Холла от магнитного поля в рамках модели, учитывающей наличие нанокластеров In, определены реальные значения концентрации и подвижности электронов в полупроводниковой матрице InN для разных слоев InN. Из аппроксимации зависимостей удельного сопротивления от магнитного поля для слоев InN, выращенных при разном отношении In/N, определено процентное содержание нанокластеров In (x) в них. Обнаружено, что x увеличивается от (3±1)% до (7±1)% при переходе от стехиометрических условий роста к индий-обогащенным. К увеличению количества нанокластеров In в слое InN приводит также повышение температуры роста.

3.1 Поведение эпитаксиальных слоев InN и намеренно сформированных композитных структур InN/In в слабом магнитном поле

Нелегированный нитрид индия является сильно вырожденным полупроводником при обычных значениях фоновой концентрации электронов ($> 10^{18} \text{ см}^{-3}$), что приводит к тому, что холловская концентрация n_H и подвижность μ_H электронов в эпитаксиальных слоях InN практически не зависят от температуры (рис. 3.1). Первым шагом к определению влияния кластеров металлического In на электрические свойства эпитаксиальных слоев InN стало исследование температурных зависимостей транспортных параметров электронов, измеренных в слабых магнитных полях 0.06 Тл в намеренно сформированных композитных структурах InN/In, наличие кластеров в которых было экспериментально подтверждено с помощью измерений спектров рентгеновской дифракции и оптического поглощения (см. Главу 2), и в обычных эпитаксиальных слоях InN, полученных при аналогичных условиях роста. Было обнаружено, что величины n_H и μ_H в композитных структурах InN/In находятся в том же интервале значений, что для эпитаксиальных слоев InN, выращенных в аналогичных условиях, также демонстрируя и отсутствие температурной зависимости (рис. 3.2). Другими словами, намеренное внедрение металлического In в пленки InN не приводит к каким-либо существенным изменениям транспортных параметров электронов, измеренных в слабых магнитных полях. Данное наблюдение может свидетельствовать о том, что в эпитаксиальных слоях InN, используемых для сравнения с композитными структурами, также существуют нанокластеры металлического In, которые спонтанно сформировались в процессе роста InN, что приводит к похожим электрическим характеристикам сравниваемых образцов. Следовательно, для выявления характера влияния кластеров In на электрические свойства транспортных измерений в слабых магнитных полях при температурах (77 ÷ 300) К недостаточно.

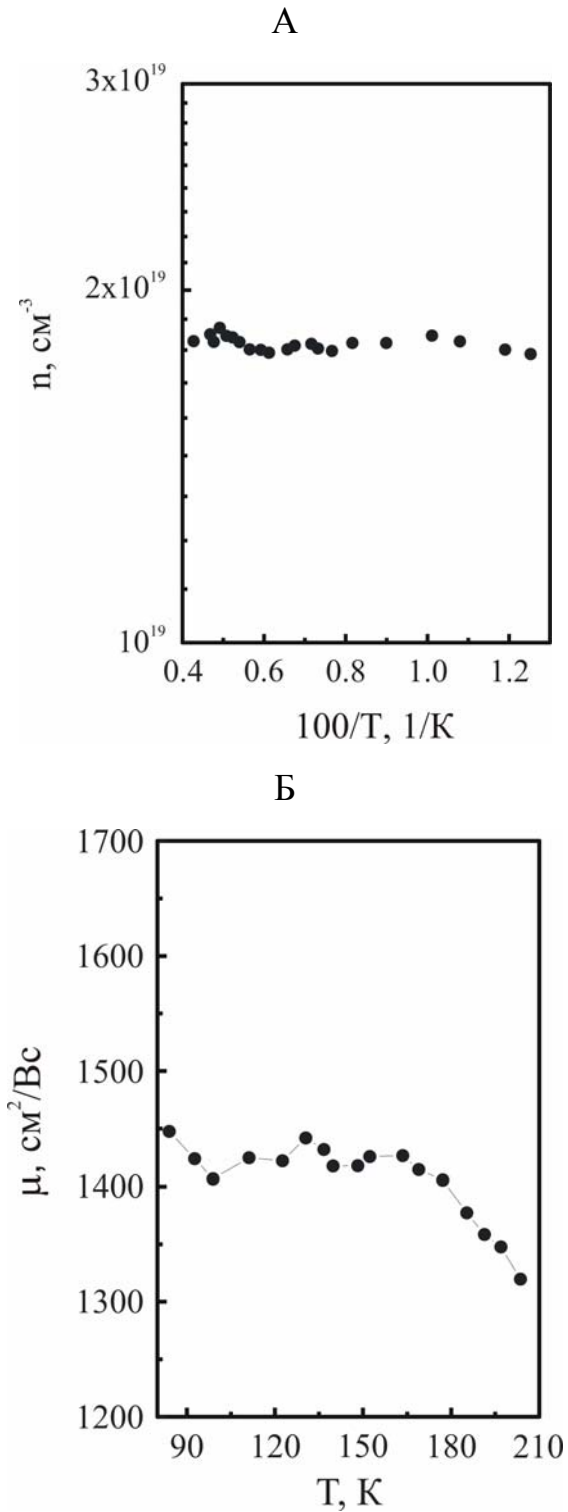


Рис. 3.1. Характерные температурные зависимости холловской концентрации электронов (А) и их подвижности (Б) в нелегированных эпитаксиальных слоях InN

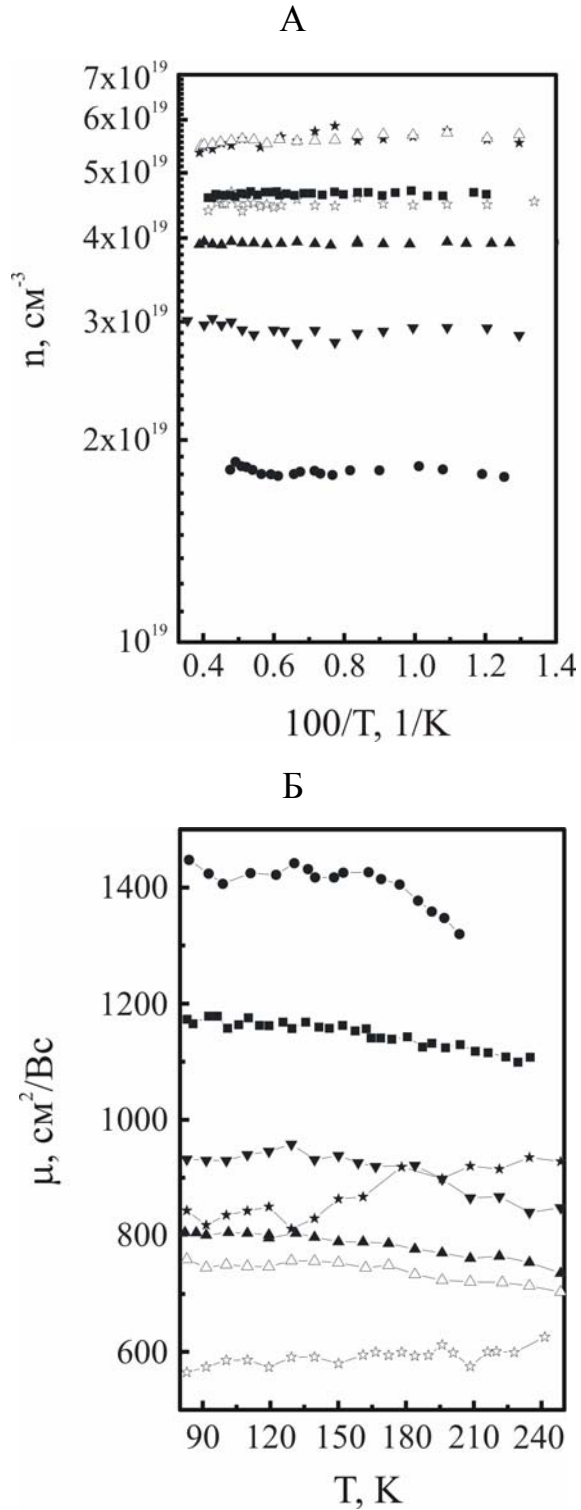


Рис. 3.2. Температурные зависимости холловской концентрации и подвижности электронов в эпитаксиальных слоях InN (● и ■) и композитных структурах InN/In, полученных при разном времени осаждения металлического In: 5 с (▲), 10 с (▼), 20 с (☆), 40 с (★), 120 с (Δ)

3.2 Низкотемпературные особенности поведения удельного сопротивления InN

В отличие от области температур (4.2 ÷ 300) К, где удельное сопротивление практически не зависит от температуры для нелегированных и слаболегированных Mg слоев InN или монотонно увеличивается в случае сильнолегированных InN:Mg пленок (рис. 3.3), при низких температурах (3.6 ÷ 3.9) К наблюдается резкое изменение хода температурной зависимости ρ , удельное сопротивление слоев InN начинает уменьшаться при понижении температуры (рис. 3.4). В силу того, что в пленках InN в процессе роста возможно спонтанное формирование кластеров металлического In, было сделано предположение о том, что наблюдаемая особенность в температурной зависимости ρ , связана с наличием нанокластеров In в исследуемых эпитаксиальных слоях. Действительно, индий – сверхпроводящий металл с температурой сверхпроводящего перехода в объемном материале $T_c = 3.41$ К. В соответствии с законом МакМиллана, при уменьшении размера сверхпроводника происходит увеличение T_c [105*]. Зависимость критической температуры сферических гранул сверхпроводника от их радиуса ($r = d^{grain}/2$) может быть записана в виде [105*,106*]

$$\frac{T_c^{grain}}{T_c^{bulk}} = \frac{1}{1 + 0.674 \left(\frac{a_0}{r} \right)} \exp \left(\frac{1.04(1 + \lambda_{e-ph}^{bulk})}{\lambda_{e-ph}^{bulk} - 0.1(1 + 0.62\lambda_{e-ph}^{bulk})} - \frac{1.04(1 + k\lambda_{e-ph}^{bulk})}{k\lambda_{e-ph}^{bulk} - 0.1(1 + 0.62k\lambda_{e-ph}^{bulk})} \right)$$

$$k = \frac{1 + 0.674 \left(\frac{a_0}{r} \right)}{1 - 0.551 \left(\frac{a_0}{r} \right)}, \quad (3.1)$$

где $\lambda_{e-ph}^{bulk} = 0.71$ - постоянная электрон-фононного взаимодействия, $a_0 = 0.33$ нм – постоянная решетки In [106*]. Температурный диапазон (3.6 ÷ 3.9) К, в котором наблюдается перегиб температурной зависимости ρ , в приближении

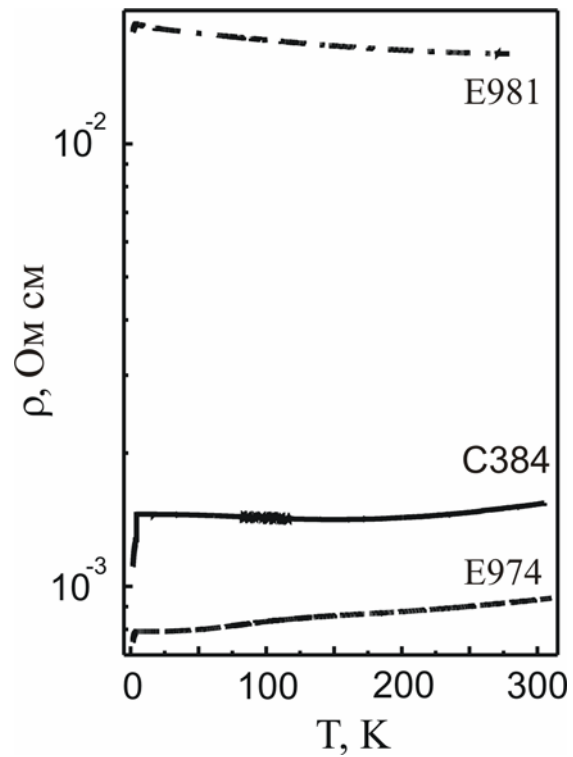


Рис. 3.3. Характерные температурные зависимости удельного сопротивления нелегированных и легированных Mg эпитаксиальных слоев InN в диапазоне температур (1.6 - 300) К

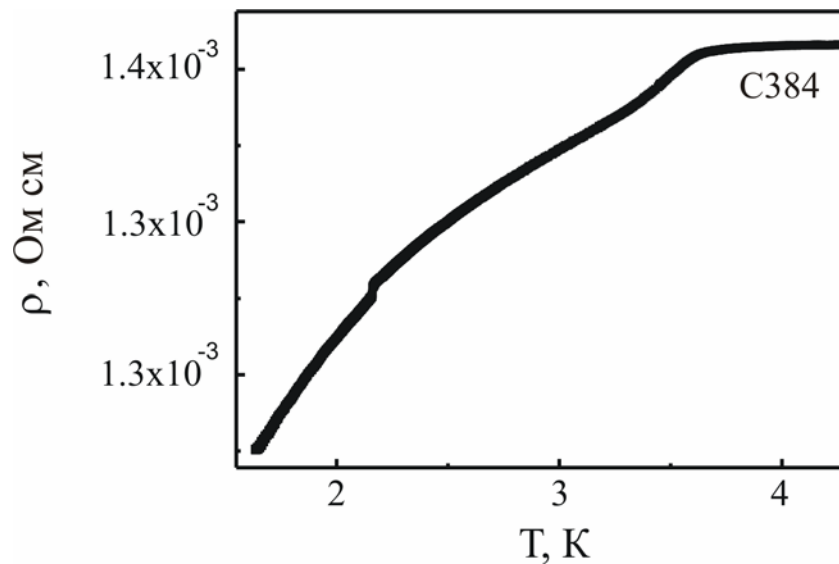


Рис. 3.4. Характерная температурная зависимость удельного сопротивления эпитаксиального слоя InN в области низких температур (1.6 ÷ 4.2) К

сферической формы кластеров In, соответствует их размеру (10 ÷ 30) нм (рис. 3.5).

Таким образом, наблюдаемый перегиб на температурной зависимости ρ связан с началом сверхпроводящего перехода в кластерах металлического In, минимальный размер которых для разных образцов находится в диапазоне (10 ÷ 30) нм, что хорошо согласуется с размерами, определенными с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии [55*].

Зависимость сопротивления от магнитного поля при температурах $T < 4.2$ К также подтверждает наличие кластеров In в исследованных пленках InN. При низких температурах изменяется характер магнитопольевых зависимостей удельного сопротивления (рис. 3.6) в магнитных полях (0.5 ÷ 0.9) Тл. Такая смена характера зависимости удельного сопротивления от магнитного поля может быть объяснена следующим образом. В слабых магнитных полях нанокластеры металлического In находятся в сверхпроводящем состоянии. Увеличение магнитного поля приводит к разрушению сверхпроводимости, и удельное сопротивление растет. Критическое магнитное поле объемного In составляет $H_c = 0.028$ Тл. Критическое магнитное поле сверхпроводника, согласно теории Гинзбурга-Ландау, зависит от его размера, а именно, H_c увеличивается при уменьшении размера сверхпроводника. Для сферических гранул сверхпроводника зависимость $H_c(T)$ имеет вид [107*]

$$\frac{H_c^{grain}(T)}{H_c^{bulk}(T)} = 4\sqrt{5} \frac{\lambda(T)}{d^{grain}} \quad (3.2)$$

$$\lambda(T) = \lambda(0) \left(1 - (T/T_c)^4\right)^{-1/2},$$

$$H_c^{bulk}(T) = H_c^{bulk}(0) \left(1 - (T/T_c)^2\right)$$

где $\lambda(T)$ – глубина проникновения магнитного поля в образец, $\lambda(0) = 64$ нм для объемного In при $T = 0$, $T_c = 3.41$ К. Магнитные поля, при которых происходит смена характера зависимости $\rho(B)$, соответствуют минимальным размерам кластеров In (10 ÷ 30) нм (рис. 3.7).

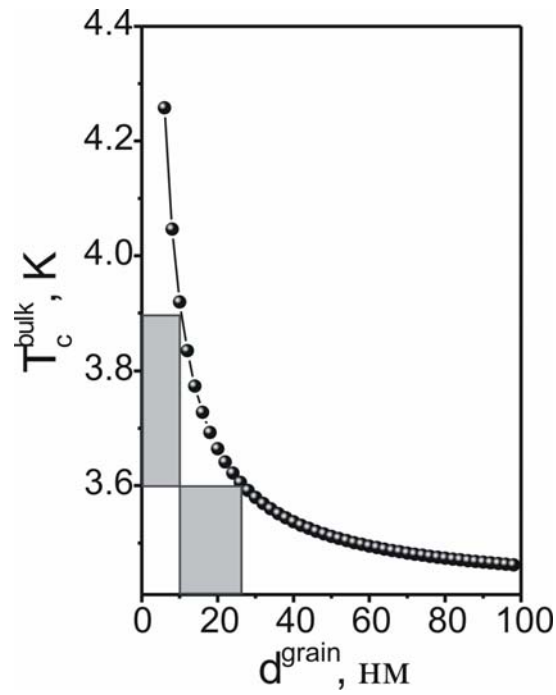


Рис. 3.5. Зависимость температуры сверхпроводящего перехода от размера сверхпроводника сферической формы в соответствии с законом McMillana [105*]

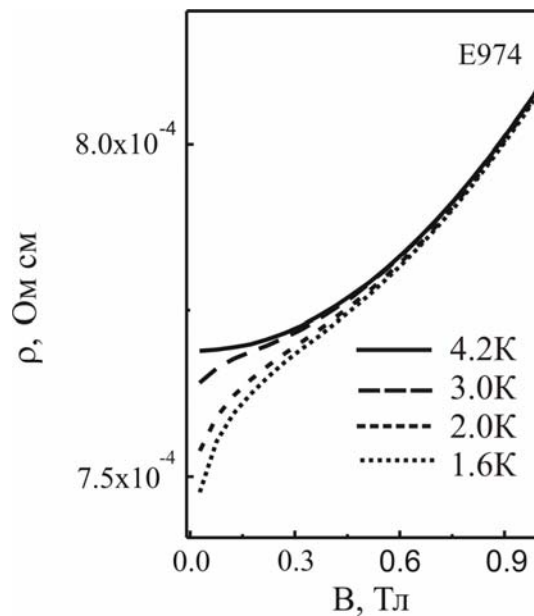


Рис. 3.6. Характерные зависимости удельного сопротивления от магнитного поля при низких температурах и слабых магнитных полях

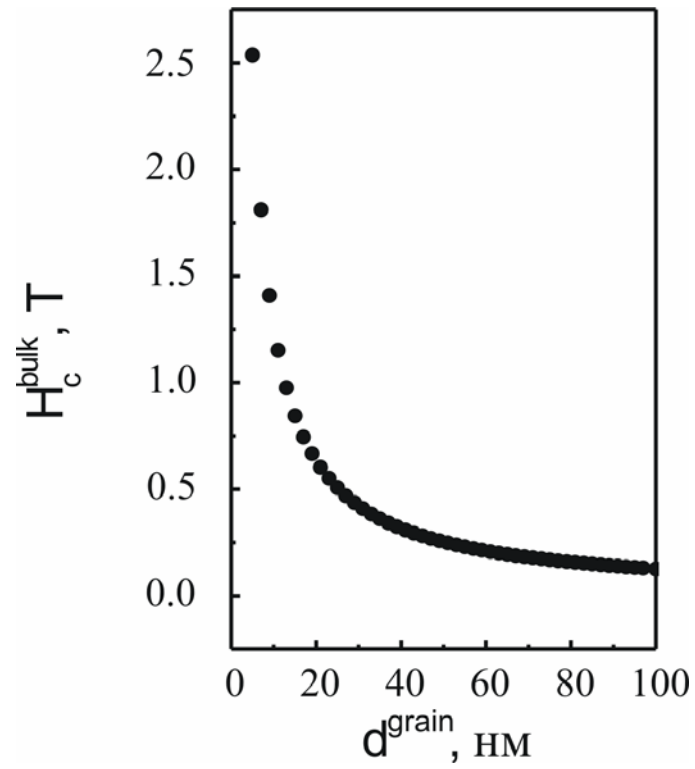


Рис. 3.7. Зависимость критического магнитного поля сверхпроводника сферической формы от его размера в соответствии с теорией Гинзбурга-Ландау [107*]

Таким образом, наблюдаемые низкотемпературные особенности поведения удельного сопротивления исследованных пленок InN подтверждают наличие в них кластеров металлического In, минимальные размеры которых находятся в диапазоне (10 ÷ 30) нм для разных образцов.

3.3 Аномальные зависимости коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля. Качественное объяснение

Измерения магнитолевых зависимостей коэффициента Холла и удельного сопротивления в сильных импульсных магнитных полях до 30 Тл показали, что для всех исследованных пленок InN во всем исследованном температурном диапазоне (4.2 ÷ 300) К модуль коэффициента Холла $|R_H|$ и удельное сопротивление ρ увеличиваются при увеличении магнитного поля (рис. 3.8). Начиная с 2 Тл, удельное сопротивление растет практически линейно, не выходя на насыщение (как показали последующие измерения, насыщение не достигается и в более сильных магнитных полях (до 63 Тл)). Подобные зависимости $|R_H|$ и ρ от магнитного поля не могут быть объяснены в рамках рассмотрения InN как обычного вырожденного полупроводника. Действительно, в вырожденном полупроводнике процессы проводимости определяются электронами на поверхности Ферми, и ни коэффициент Холла, ни удельное сопротивление от магнитного поля зависеть не должны. Если принять во внимание гипотезу о сильном влиянии на электрические свойства второго канала проводимости (поверхностного аккумуляционного слоя), тогда выражение для коэффициента Холла будет иметь вид [108*]

$$R_H(B) = \frac{1}{e} \left[\frac{n_1 \mu_1^2}{1 + \mu_1^2 B^2} + \frac{n_2 \mu_2^2}{1 + \mu_2^2 B^2} \right] \times \left[B^2 \left(\frac{n_1 \mu_1^2}{1 + \mu_1^2 B^2} + \frac{n_2 \mu_2^2}{1 + \mu_2^2 B^2} \right)^2 + \left(\frac{n_1 \mu_1}{1 + \mu_1^2 B^2} + \frac{n_2 \mu_2}{1 + \mu_2^2 B^2} \right)^2 \right]^{-1}, \quad (3.3)$$

где n_1 и μ_1 – двумерная концентрация и подвижность электронов в одном из каналов проводимости, а n_2 и μ_2 – параметры, относящиеся ко второму каналу

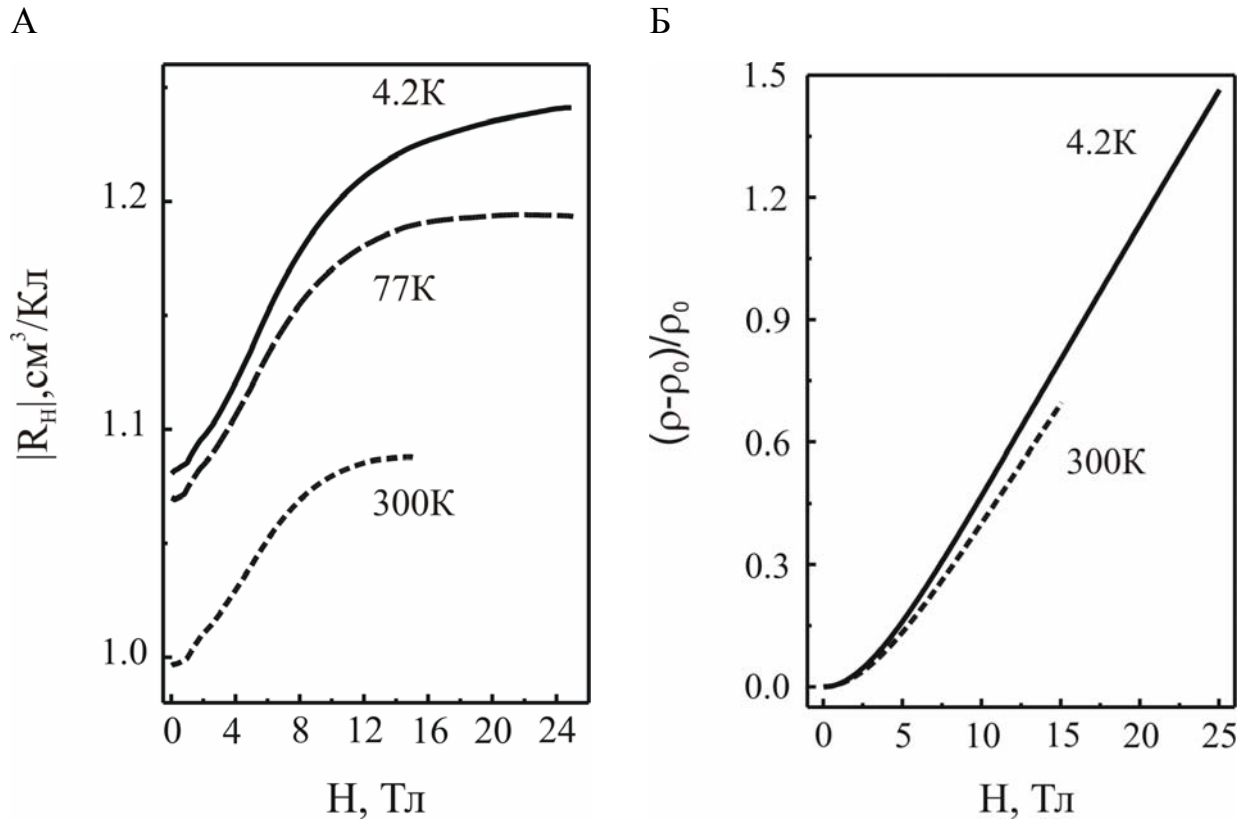


Рис. 3.8. Типичные экспериментальные зависимости модуля коэффициента Холла (А) и магнитосопротивления (Б) от магнитного поля в InN, измеренные при разных температурах

проводимости. Из выражения (3.3) видно, что в случае наличия двух каналов проводимости модуль коэффициента Холла должен уменьшаться с ростом магнитного поля. Удельное сопротивление должно расти по квадратичному закону и выходить на насыщение в магнитных полях, удовлетворяющих условию $B\mu_{1,2} > 1$.

Аналогичные зависимости коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля наблюдались ранее в различных неоднородных материалах: GaAs с металлическими включениями Ga [109*], $Ag_{2+x}Se$ и $Ag_{2+x}Te$ с включениями Ag [110*,111*] и были объяснены влиянием сильно проводящих включений.

Рассмотрим, как нанокластеры In могут влиять на электрические свойства эпитаксиальных слоев InN. На рис. 3.9 (а) представлено схематическое изображение части пленки InN с кластером In. Магнитное поле \mathbf{B} направлено вдоль оси z , которая параллельна кристаллографической оси c пленки InN вюртцитной структуры. Вектор плотности электрического тока \mathbf{j} направлен вдоль оси y . Проводимость кластеров In ($\sigma = 10^5 \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$) намного больше, чем проводимость полупроводниковой матрицы InN ($\sigma = 10^3 \div 10^4 \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$). В этом случае поверхность включений металлического In представляет собой эквипотенциальную поверхность, и вектор напряженности электрического поля \mathbf{E} перпендикулярен этой поверхности. В нулевом магнитном поле вектор плотности электрического тока \mathbf{j} параллелен вектору напряженности \mathbf{E} вне кластера In и линии тока фокусируются на индиевых включениях, что приводит к снижению общего измеряемого удельного сопротивления и коэффициента Холла для пленки InN (рис. 3.9 (б)). В магнитном поле в плоскости x - y действует сила Лоренца, угол между векторами \mathbf{j} и \mathbf{E} в этой плоскости увеличивается, линии электрического тока выталкиваются из кластеров In, в результате удельное сопротивление и коэффициент Холла увеличиваются. В пределе сильных магнитных полей ($\mu_{Hall}B \gg 1$) линии тока становятся параллельными поверхности индиевых включений и электрический ток протекает только через полупроводниковую матрицу InN (рис. 3.9 (в)).

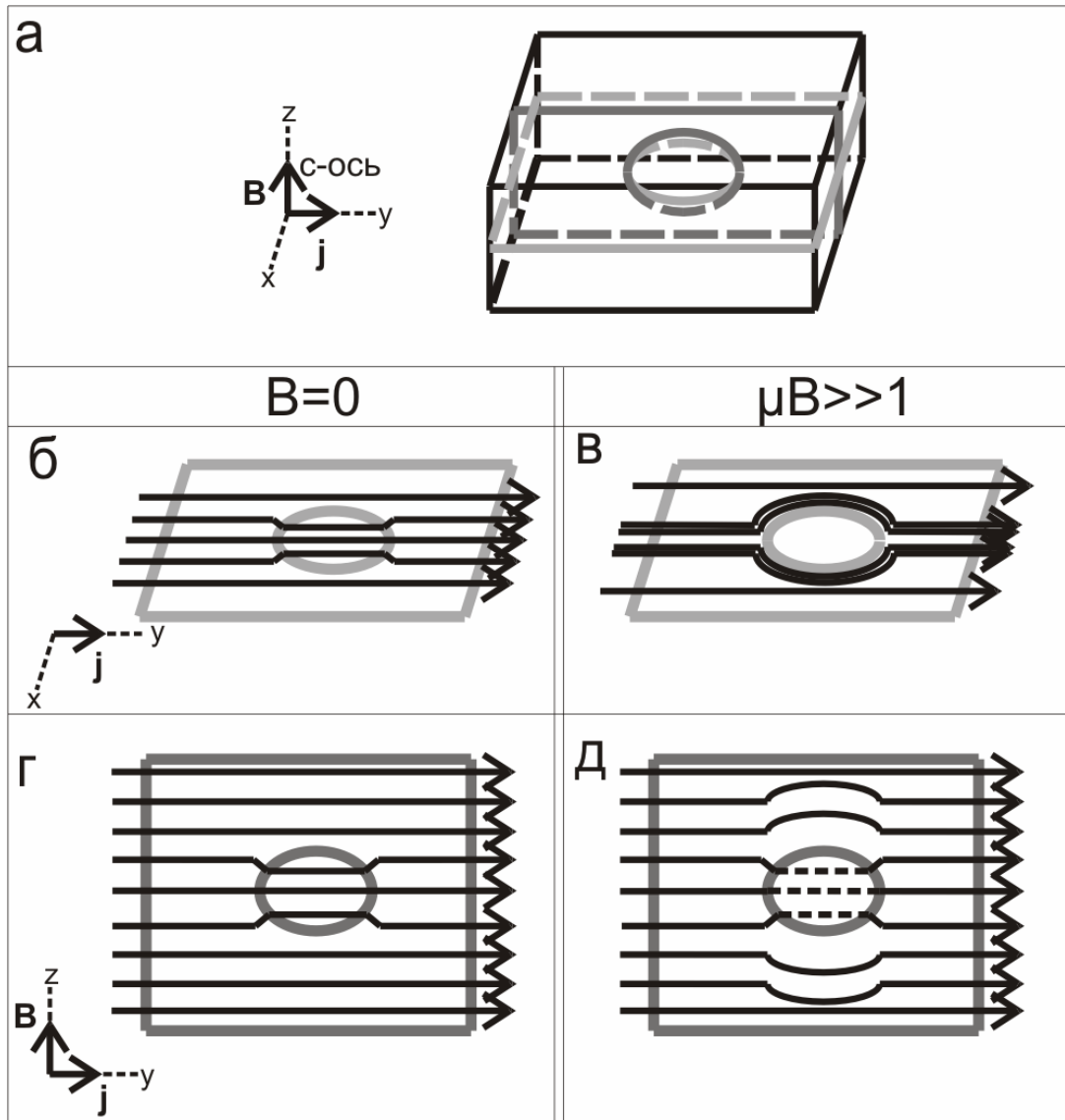


Рис. 3.9. (а) Схематическое изображение части пленки InN с кластером In.

Магнитное поле \mathbf{B} направлено вдоль оси z , которая параллельна кристаллографической оси c пленки, вектор плотности электрического тока \mathbf{j} направлен вдоль оси y . Линии тока (показаны стрелками) в плоскости x - y при $B = 0$ (б) и при $\mu_{Hall} B \gg 1$ (в). Линии тока в плоскости y - z при $B = 0$ (г) и при $\mu_{Hall} B \gg 1$ (д)

Магнитное поле оказывает также влияние на протекание электрического тока в плоскости y - z (рис.3.9 (г)). Известно, что, если в матрице есть включения с существенно другой проводимостью, тогда линии тока в плоскости y - z искривляются вокруг такой неоднородности [112*]. Искривление линий тока повторяет проекцию кластера In на плоскость y - z (рис. 3.9 (г)). В результате, проекция вектора электрического тока на основное направление протекания тока уменьшается и удельное сопротивление увеличивается. Область такого искажения линий тока распространяется на расстояние порядка $\beta \cdot d$ вдоль оси z , где $\beta = \mu_m B$, μ_m – подвижность электронов в полупроводниковой матрице, d – характерный линейный размер кластера In. Таким образом, область искажения линий тока вокруг индиевых включений увеличивается с ростом магнитного поля, приводя к увеличению удельного сопротивления без выхода на насыщение. Например, оценка расстояния, на котором искривляются линии тока в пленке InN с подвижностью электронов в матрице порядка $2000 \text{ см}^2/\text{Вс}$ и размером кластеров In порядка 20 нм, дает 4 нм в магнитном поле $B = 1 \text{ Тл}$ и 120 нм при $B = 30 \text{ Тл}$.

Таким образом, аномальная магнитополевая зависимость коэффициента Холла и линейный рост удельного сопротивления без выхода на насыщение при увеличении магнитного поля связаны с наличием кластеров металлического In в эпитаксиальных слоях InN. Более того, наблюдение аномальной зависимости коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля является достоверным доказательством того, что в исследуемом слое InN есть включения металлического In. Нужно отметить, что подобные зависимости удельного сопротивления от магнитного поля были опубликованы в нескольких работах [86*-88*], посвященных исследованиям электрических свойств InN, однако объяснены они не были. Удельное сопротивление практически линейно росло при увеличении магнитного поля, не выходя на насыщения в магнитных полях до 65 Тл. Наблюдение подобных зависимостей, связанных с наличием кластеров In, в эпитаксиальных слоях InN, выращенных в двух других лабораториях, позволяет заключить, что явление

спонтанного формирования кластеров металлического In является широко распространенным явлением для эпитаксиального InN.

3.4 Теоретическая аппроксимация зависимостей коэффициента Холла и удельного сопротивления от магнитного поля

3.4.1. Зависимость коэффициента Холла от магнитного поля

В работе [109*] была предложена модель для описания зависимости коэффициента Холла от магнитного поля в случае наличия в полупроводнике сильнопроводящих неоднородностей. В качестве модельного объекта был взят полупроводник в цилиндрически симметричной конфигурации Ван дер Пау в неоднородностью цилиндрической формы. Для зависимости коэффициента Холла от магнитного поля было получено выражение

$$(R_H)_{\text{exp}} = \frac{4}{\pi} \frac{\mu_m}{\sigma_m} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(1+\beta^2)}{\left[\frac{(1+\alpha^{4n-2})}{(1-\alpha^{4n-2})} \right]^2 + \beta^2} \frac{(-1)^{n+1}}{(2n-1)}, \quad (3.4)$$

где $\beta = \mu_m B$, $\sigma_m = en_m \mu_m$, μ_m и n_m – подвижность и концентрация электронов в однородном полупроводнике (полупроводниковой матрице), коэффициент α равен отношению объема неоднородности к полному объему полупроводниковой пленки. В работах [109*,113*] отмечается, что, несмотря на рассматриваемую в модели специфическую форму неоднородности и конфигурацию полупроводника, данная модель была успешно применена для аппроксимации экспериментальных данных, полученных для образцов GaAs с сильнопроводящими включениями Ga для измерений как в конфигурациях Ван дер Пау любой симметрии, так и в стандартной холловской геометрии.

Экспериментальные зависимости коэффициента Холла от магнитного поля в исследованных эпитаксиальных слоях InN (рис. 3.10, черная кривая) были аппроксимированы в рамках данной модели (рис. 3.10, серая штриховая линия). Для всех исследованных пленок InN наблюдается хорошее соответствие экспериментальных данных и теоретической аппроксимации, что подтверждает правильность выбранной модели для объяснения наблюдаемых эффектов.

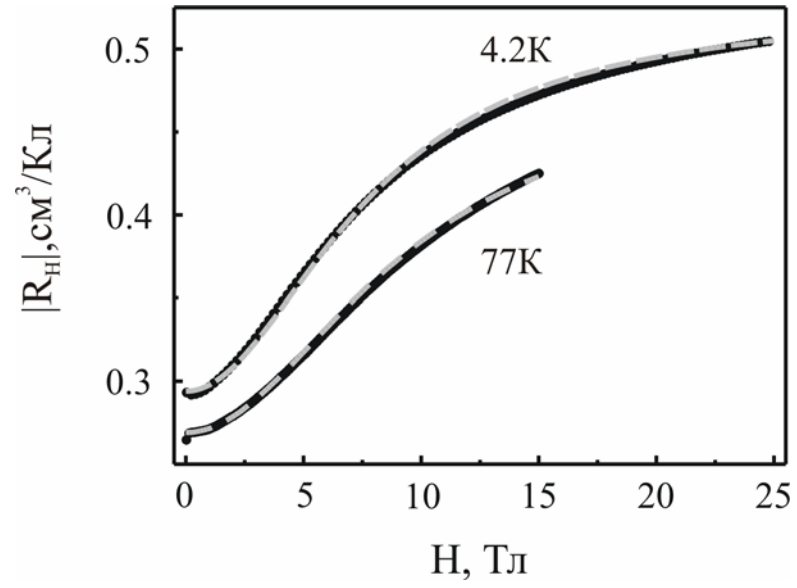


Рис. 3.10. Характерные экспериментальные зависимости модуля коэффициента Холла от магнитного поля при 4.2 и 300 К и их теоретические аппроксимации в рамках модели [109*]

Из аппроксимации были определены значения концентрации n_m и подвижности μ_m электронов в полупроводниковой матрице InN и коэффициент α .

Коэффициент α варьируется в диапазоне (15 - 38)% для разных образцов. Нужно отметить, что в данной модели предполагалось, что все проводящие включения имеют одинаковый размер и цилиндрическую форму, тогда как реальная ситуация в пленках InN является более сложной. Кластеры In в слоях InN имеют разные формы и размеры, поэтому коэффициент α , определенный из аппроксимации магнитополевых зависимостей коэффициента Холла, может отличаться от реального количества кластеров In в пленках InN, более того α должен зависеть от пространственной ориентации индиевых включений и агломератов в слоях InN. Расположение индиевых агломератов вдоль направления протекания электрического тока (например, если они сконцентрированы в границах зерен) должно приводить к более сильной зависимости коэффициента Холла от магнитного поля и, следовательно, к большей величине коэффициента α по сравнению со случаем, когда индиевые включения расположены в перпендикулярных плоскостях. Таким образом, значение α нельзя рассматривать как величину, показывающую абсолютное количество кластеров In в пленках InN, необходимо ввести структурный фактор, учитывающий геометрические параметры кластеров In. В работах [56*,114*], посвященных исследованию зависимости оптических свойств эпитаксиальных слоев InN от отклонения от стехиометрии, было показано, что содержание металлического In в пленках InN может достигать 10 ат.%, то есть можно предположить, что структурный фактор может быть равным примерно 4, так как максимальная величина коэффициента α составляла 38% для слоя InN, выращенного при отношении In/N = 1.38.

3.4.2. Магнитосопротивление

Существует несколько попыток теоретического описания сильного эффекта магнитосопротивления в неоднородных материалах. Эффект линейного магнитосопротивления при низких температурах был

проанализирован Абрикосовым [115*] в рамках концепции квантового магнитосопротивления. Париш и Литтлвуд [110*] предложили классическую модель, основанную на дискретизации неоднородной системы в систему случайных резисторов, которая была проанализирована численно. Классическая аналитическая модель для описания планарных неоднородных материалов в приближении среднего поля была предложена в работе [116*]. Для подтверждения корректности объяснения наблюдаемого большого линейного эффекта магнитосопротивления в исследованных пленках InN с помощью рассмотрения влияния кластеров In экспериментальные зависимости были аппроксимированы в рамках последней модели.

В работе [116*] рассматривались три модели неоднородности: «случайно распределенные капли», «случайный паркет» и «эффективная среда». Для аппроксимации экспериментальных зависимостей в InN была использована модель «случайно распределенных капель», то есть случай, когда одна фаза в виде небольших включений разных размеров и форм растворена в другой фазе. Такая модель неоднородности наиболее близка к реальному распределению металлического индия в пленках InN.

Эффективная проводимость двухфазной изотропной системы (σ_{ik}) в магнитном поле описывается следующим образом

$$\begin{aligned}\sigma_{ik} &= \sigma_d \delta_{ik} + \sigma_t \varepsilon_{ik} \\ \sigma_d(\vec{H}) &= \sigma_d(-\vec{H}), \sigma_t(\vec{H}) = -\sigma_t(-\vec{H})\end{aligned}\quad (3.5)$$

где \mathbf{H} – напряженность магнитного поля, δ_{ik} – символ Кронекера, ε_{ik} – единичный антисимметричный тензор. Магнитосопротивление неоднородной системы равно

$$R(x, H) = \frac{\rho_{ed}(x, H) - \rho_{ed}(x, 0)}{\rho_{ed}(x, 0)} = \sigma_{e0} \frac{\sigma_{ed}}{\sigma_{ed}^2 + \sigma_{et}^2} - 1, \quad (3.6)$$

где σ_{e0} – эффективная проводимость системы без магнитного поля. В модели «случайно распределенных капель» σ_{e0} определяется уравнением

$$\sigma_{e0}(\{\sigma\}, \{x\}) = (\sigma_{10})^{1-x} (\sigma_{20})^x, \quad (3.7)$$

где σ_{10} , σ_{20} – это парциальные проводимости фаз без магнитного поля, x – это относительное количество одной из фаз. Для описания зависимости магнитосопротивления от магнитного поля в неоднородной системе необходимо знать зависимости парциальных проводимостей каждой из фаз от магнитного поля. В данном случае они были аппроксимированы с помощью обычных соотношений для фаз с металлическим типом проводимости:

$$\begin{aligned} \sigma_{id}(H) &= \frac{\sigma_{i0}}{1 + \beta_i^2}, \quad \sigma_{ii}(H) = \frac{\sigma_{i0}\beta_i}{1 + \beta_i^2}, \\ \beta_i &= \mu_i H, \quad i = 1, 2 \end{aligned} \quad (3.8)$$

где $\mu_{1,2}$ – это подвижность электронов в каждой фазе. Таким образом, $R(x, H)$ зависит от пяти параметров: x , σ_1 и μ_1 , σ_2 и μ_2 .

Для аппроксимации экспериментальных зависимостей магнитосопротивления от магнитного поля в исследованных слоях InN, в качестве величин концентрации и подвижности электронов в полупроводниковой матрице InN были взяты параметры n_m и μ_m , полученные из аппроксимации магнитолевых зависимостей коэффициента Холла (параграф 3.4.1). Электрическая проводимость индия составляет $1.16 \times 10^5 \Omega^{-1} \text{ см}^{-1}$ [117*]. Относительное количество кластеров In в пленках InN (x) являлось единственным подгоночным параметром аппроксимации экспериментальных зависимостей удельного сопротивления от магнитного поля в рамках рассматриваемой модели. Было получено, что теоретические зависимости (рис. 3.11, серая кривая) хорошо совпадают с экспериментальными (рис. 3.11, черная кривая) для исследованных слоев InN, что подтверждает тот факт, что сильный линейный эффект магнитосопротивления в эпитаксиальных слоях InN действительно связан с наличием в них кластеров металлического In.

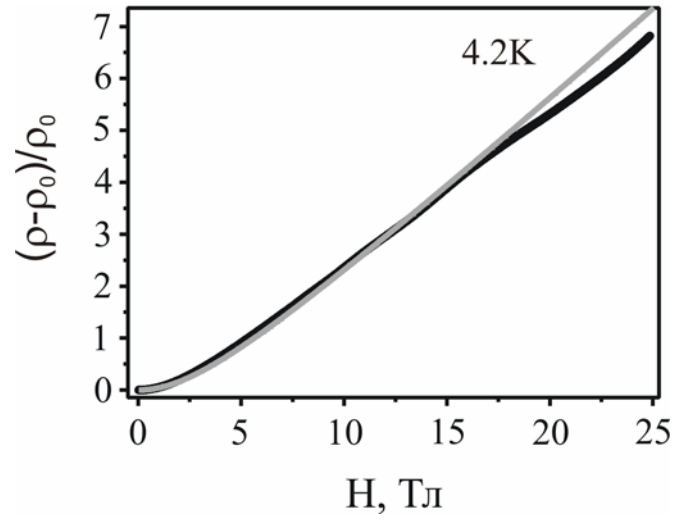


Рис. 3.11. Типичная экспериментальная зависимость магнитосопротивления от магнитного поля (черная кривая) и ее теоретическая аппроксимация в рамках модели (серая кривая) [116*]

Из аппроксимации экспериментальных зависимостей удельного сопротивления от магнитного поля в рамках рассматриваемой модели было получено процентное содержание нанокластеров In (x) в исследуемых слоях InN . Нужно отметить, что поскольку в используемой для аппроксимации теоретической модели не важны геометрические параметры кластеров In , то значение x должно быть близко к реальному количеству кластеров In в пленках InN , в отличие от коэффициента α . Обнаружено, что при переходе от стехиометрических условий роста ($\text{In}/\text{N} = 1$) к индий-обогащенным ($\text{In}/\text{N} > 1$) количество нанокластеров In в слоях InN увеличивается от $(3 \pm 1)\%$ до $(7 \pm 1)\%$ (табл. 3.1). Увеличении температуры роста от 480 до 600⁰С при соотношении $\text{In}/\text{N} = 1.1$ приводит к увеличению x от $(4 \pm 1)\%$ до $(6 \pm 1)\%$. Следовательно, концентрация нанокластеров In в слоях InN определяется соотношением In/N и температурой роста. Сравнение значений x и α для разных образцов (табл. 3.1) позволило определить структурный фактор α/x , который находится в интервале $(4 \div 6)$.

3.4.2. Транспортные параметры электронов в полупроводниковой матрице InN

Для того чтобы определить, насколько сильно влияют кластеры металлического In на измеряемые с помощью эффекта Холла параметры электронов в слоях InN , было проведено сравнение действительных значений концентрации n_m и подвижности μ_m электронов в полупроводниковой матрице InN с величинами $n_H = 1/eR_H$ и $\mu_H = R_H/\rho$, вычисленными исходя из измерений R_H и ρ при одном значении $B = 3$ Тл (так как это делалось во всех предыдущих работах, посвященных исследованию электрических свойств InN). Обнаружено, что даже в случае слоя InN , выращенного при отношении $\text{In}/\text{N} < 1$ и содержащем $(3 \pm 1)\%$ кластеров In , n_H и μ_H заметно отличаются от действительных значений концентрации и подвижности электронов в матрице InN (табл. 3.2). Для слоя InN , выращенного в In -обогащенном режиме и

Табл. 3.1. Величины коэффициента α и x , определенные из аппроксимаций экспериментальных магнитолевых зависимостей коэффициента Холла и удельного сопротивления, для некоторых исследованных слоев InN, выращенных при разном отношении In/N и разных температурах T_g

$T_g, ^\circ\text{C}$	In/N	$d, \text{нм}$	$x, \%$	$\alpha, \%$
480	1	500	3 ± 1	17
480	1.1	1060	4 ± 1	16
480	1.38	250	7 ± 1	38
600	1.1	540	6 ± 1	31

Табл. 3.2. Действительные значения концентрации и подвижности электронов в полупроводниковой матрице и холловские транспортные параметры для двух слоев InN, выращенных в N- и In-обогащенных условиях

$x, \%$	$T, \text{К}$	$n_m, \text{см}^{-3}$	$\mu_m, \text{см}^2/\text{Вс}$	$n_{\text{Hall}}, \text{см}^{-3}$	$\mu_{\text{Hall}}, \text{см}^2/\text{Вс}$
3 ± 1	300	5.4×10^{18}	1300	6.1×10^{18}	1000
	77	5.0×10^{18}	1500	5.6×10^{18}	1150
6 ± 1	300	6.4×10^{18}	1350	1×10^{19}	600
	77	4.3×10^{18}	2500	6×10^{18}	960

содержащем $(6\pm 1)\%$ кластеров металлического In, n_m , μ_m и n_H , μ_H отличаются почти в два раза (табл. 3.2.). Таким образом, для определения действительных транспортных параметров электронов в матрице InN необходимо учитывать влияние кластеров металлического In, использование соотношений для обычных полупроводников приводит к существенным ошибкам при определении значений концентрации и подвижности электронов в матрице InN.

3.5 Влияние электрических параметров матрицы InN и количества кластеров In на величину эффекта магнитосопротивления

Сильный линейный эффект магнитосопротивления, наблюдающийся в эпитаксиальных слоях InN, является практически значимым с точки зрения возможного использования данного материала для создания, например, датчиков магнитного поля. Умение контролировать величину наблюдаемого эффекта магнитосопротивления путем подбора оптимальных условий роста необходимо для реализации такого практического применения.

Как было показано в параграфе 3.3, величина магнитосопротивления определяется двумя эффектами: выталкиванием линий электрического тока из кластеров In в магнитном поле в плоскости x - y (рис. 3.9 (в)) и искажением линий тока вблизи кластеров In в плоскости y - z (рис. 3.9 (д)).

Первый эффект зависит от угла Холла ($\tan\varphi = \beta = \mu_H B$) и соотношения проводимостей полупроводниковой матрицы InN и кластеров In. Полная проводимость кластеров In, в свою очередь, определяется относительным количеством кластеров x , которое зависит от условий роста. На рис. 3.12 представлены зависимости магнитосопротивления от угла Холла для двух слоев InN с одинаковой проводимостью полупроводниковой матрицы ($\sim 10^3 \Omega^{-1}\cdot\text{см}^{-1}$) и разным количеством кластеров In. И действительно, большее количество кластеров In приводит к большей величине магнитосопротивления при том же φ .

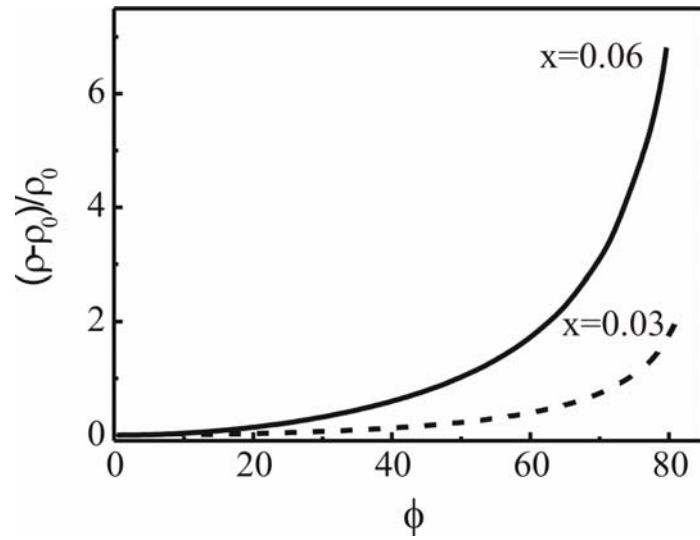


Рис. 3.12. Зависимость магнитосопротивления от угла Холла при $T = 4.2$ К для слоев InN с одинаковой проводимостью ($\sigma = 10^3 \Omega^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$) и разным количеством кластеров In: $x = (6 \pm 1)\%$ (сплошная линия) и $x = (3 \pm 1)\%$ (пунктирная линия)

Амплитуда эффекта искажения линий тока в плоскости y - z зависит от подвижности электронов в полупроводниковой матрице InN μ_m . Измерения пленок InN с одинаковым количеством кластеров In, но с разными значениями μ_m , которые варьировались путем легирования слоев InN Mg, подтвердили это утверждение. Уменьшение величины μ_m при том же значении x приводит к уменьшению величины магнитосопротивления (рис. 3.13). Таким образом, величина эффекта магнитосопротивления управляется выбором условий роста эпитаксиальных слоев InN, и максимальная величина эффекта может быть достигнута в пленках InN с высокой подвижностью электронов в полупроводниковой матрице и, одновременно, содержащих достаточно большое количество кластеров In. Оба условия выполняются в случае высокотемпературного роста эпитаксиальных слоев InN с помощью МПЭ ПА при слегка In-обогащенных условиях ($\text{In/N} = 1.1$). В одном из слоев InN, выращенном в подобных условиях, были достигнуты величины магнитосопротивления в магнитном поле 25 Тл 650% при $T = 4.2$ К и 350% при $T = 300$ К.

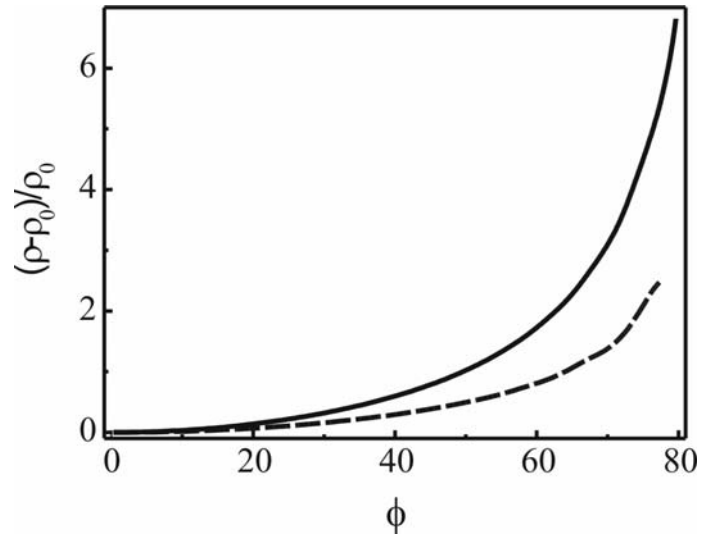


Рис. 3.13. Зависимость магнитосопротивления от угла Холла при $T = 4.2 \text{ K}$ для слоев InN с одинаковым количеством $x = (6 \pm 1)\%$ и разными величинами подвижности электронов в матрице InN: $2200 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ (сплошная линия) и $1500 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ (штриховая линия)

3.6 Эффект отрицательного магнитосопротивления в сильнолегированных слоях InN:Mg

В работах [86*,87*] был обнаружен эффект отрицательного магнитосопротивления, наблюдавшийся в слабых магнитных полях в легированных Si пленках InN. Измерения магнитосопротивления в данных работах проводились только при низких температурах ($0.5 \div 4.2$) К и отрицательное магнитосопротивление было объяснено эффектом слабой локализации.

В исследованных в данной работе легированных эпитаксиальных слоях InN:Mg при $[Mg] \geq 6 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$ эффект отрицательного магнитосопротивления в слабых магнитных полях наблюдался до достаточно высоких температур (150 К) (рис. 3.14), когда влияние квантовых эффектов должно быть пренебрежимо мало. Сосуществование отрицательного и положительного эффектов магнитосопротивления в сильнолегированных слоях InN:Mg было объяснено влиянием кластеров In.

Сильное легирование Mg в условиях роста МПЭ ПА неизбежно приводит к возникновению поверхностного сегрегационного слоя Mg-In [79*], который способствует формированию больших кластеров In в дополнение к маленьким вследствие увеличения поверхностной диффузии In. Увеличение размеров кластеров при увеличении концентрации Mg было подтверждено экспериментально, при повышении $[Mg]$ уменьшалась температура начала сверхпроводящего перехода в кластерах In, что соответствует увеличению минимального размера кластера (табл. 3.3).

Для объяснения эффекта отрицательного магнитосопротивления необходимо предположить, что в сильнолегированных слоях InN:Mg реализуется особое пространственное распределение больших кластеров In и агломератов маленьких, а именно, большие индиевые включения окружены на некотором расстоянии, определяемом длиной диффузии In и локальной дефектной структурой, агломератами маленьких кластеров.

Табл. 3.3. Температура начала сверхпроводящего перехода в кластерах In T_c и минимальный размер кластеров In d_{min} для слоев InN, легированных Mg

Образец	[Mg], см ⁻³	T_c , К	d_{min} , нм
E974	0	3.80	13
E978	1.3×10^{17}	3.72	16
E981	6.0×10^{18}	3.70	18
E1024	1.9×10^{20}	3.65	21
E1041	4.2×10^{20}	3.58	30

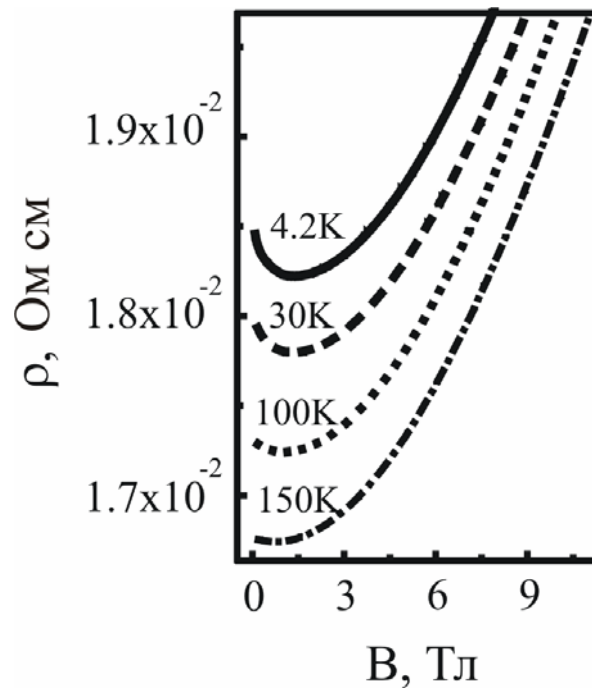


Рис. 3.14. Магнитосопротивления слоя InN:Mg с $[Mg] = 6 \times 10^{18}$ см⁻³

В слабых магнитных полях (< 1.5 Тл), при которых наблюдается отрицательное магнитосопротивление, эффект выталкивания линий электрического тока из кластеров In в плоскости x - y еще достаточно мал и большая часть полного электрического тока сфокусирована на индиевых включениях. Однако искривление линий тока вблизи кластеров In в плоскости y - z существует даже при $B < 1.5$ Тл. Например, для слоя InN:Mg с $[Mg] = 6 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$, $\mu_H = 650 \text{ см}^2/\text{Vs}$ и $d \sim 40$ нм расстояние, на которое простирается область искажения линий тока, оценивается как 2.6 нм в магнитном поле 1 Тл и 3.9 нм при 1.5 Тл и увеличивается при увеличении размера кластера. Таким образом, если расстояние между большим кластером In и агломератами маленьких в плоскости y - z сравнимо с областью искривления линий тока, тогда электрический ток, находящийся под влиянием большого кластера In, выталкивается из полупроводниковой матрицы InN в область с агломератами маленьких индиевых включений. Это приводит к уменьшению сопротивления при увеличении магнитного поля. В более высоких магнитных полях (> 1.5 Тл) эффект выталкивания линий тока из металлических включений становится доминирующим и сопротивление начинает расти.

Глава 4. Электрофизические свойства InN. Электрические свойства поверхностного, приинтерфейсного слоев и объема полупроводниковой матрицы InN

Настоящая глава диссертационной работы посвящена исследованию электрических свойств поверхностного, приинтерфейсного слоев и объема полупроводниковой матрицы InN. Обнаружение осцилляций Шубникова – де Гааза (ШдГ) в ряде исследованных эпитаксиальных слоев InN и InN:Mg позволило разделить вклады поверхностного, приинтерфейсного слоев и объема в проводимость полупроводниковой матрицы InN [7]. Определены транспортные параметры электронов в объеме матрицы, их концентрация, транспортное и квантовое времена релаксации, циклотронная эффективная масса на уровне Ферми. Определены значения концентрации и подвижности электронов в поверхностном слое для разных образцов. Оценена величина влияния поверхностного аккумуляционного слоя на электрические свойства нелегированных и легированных Mg эпитаксиальных слоев InN. Показано, что наличие в слоях InN сильно дефектного приинтерфейсного слоя вблизи гетерограницы InN/GaN с расстоянием между дефектами, меньшим, чем радиус циклотронной орбиты электрона, приводит тому, что электроны, находящиеся в этом слое не вносят вклад в осцилляции Шубникова – де Гааза.

Для анализа осцилляций Шубникова – де Гааза осциллирующая часть зависимости удельного сопротивления от магнитного поля выделялась из полной зависимости путем вычитания монотонно возрастающего магнитосопротивления, связанного с наличием в пленках InN нанокластеров металлического In.

4.1. Осцилляции Шубникова-де Гааза: объемный слой

В магнитных полях до 30 Тл наблюдалась одна серия осцилляций ШдГ (рис. 4.1), период осцилляций в которой сохранялся неизменным в двух конфигурациях $B||c$ и $B\perp c$, где c – кристаллографическая ось (рис. 4.2), что свидетельствует о том, что данная серия осцилляций ШдГ связана с проводимостью по объемному слою полупроводниковой матрицы InN с толщиной и латеральным размером зерна больше, чем радиус циклотронной орбиты электрона $\lambda = \frac{\hbar k_F}{eB}$ (10 ÷ 30) нм (рис. 4.3).

4.1.1. Циклотронная эффективная масса электронов

Значение циклотронной эффективной массы электронов на уровне Ферми m_c^* было определено из температурной зависимости амплитуды данной серии осцилляций ШдГ с использованием соотношения (4.1) [118*]

$$\frac{A(T, B)}{A(T_2, B)} = \frac{T}{T_2} \frac{\sinh\left(\beta T_2 \frac{m_c^*}{m_0} / B\right)}{\sinh\left(\beta T \frac{m_c^*}{m_0} / B\right)}, \quad (4.1)$$

$$\beta = 2\pi^2 k_B m_0 / \hbar e$$

Характерные экспериментальные зависимости амплитуды осцилляций ШдГ от магнитного поля и их аппроксимации с использованием соотношения (4.2) показаны на рис. 4.4. Вычисленные значения m_c^* для слоев InN с разной концентрацией электронов в полупроводниковой матрице представлены в табл. 4.1. Зависимость m_c^* от концентрации электронов связана с непараболичностью зоны проводимости InN [45*].

Нужно отметить, что полученные значения циклотронной эффективной массы электронов на уровне Ферми для исследованных слоев InN хорошо согласуются с величиной $m_c^* = 0.062m_0$ при концентрации

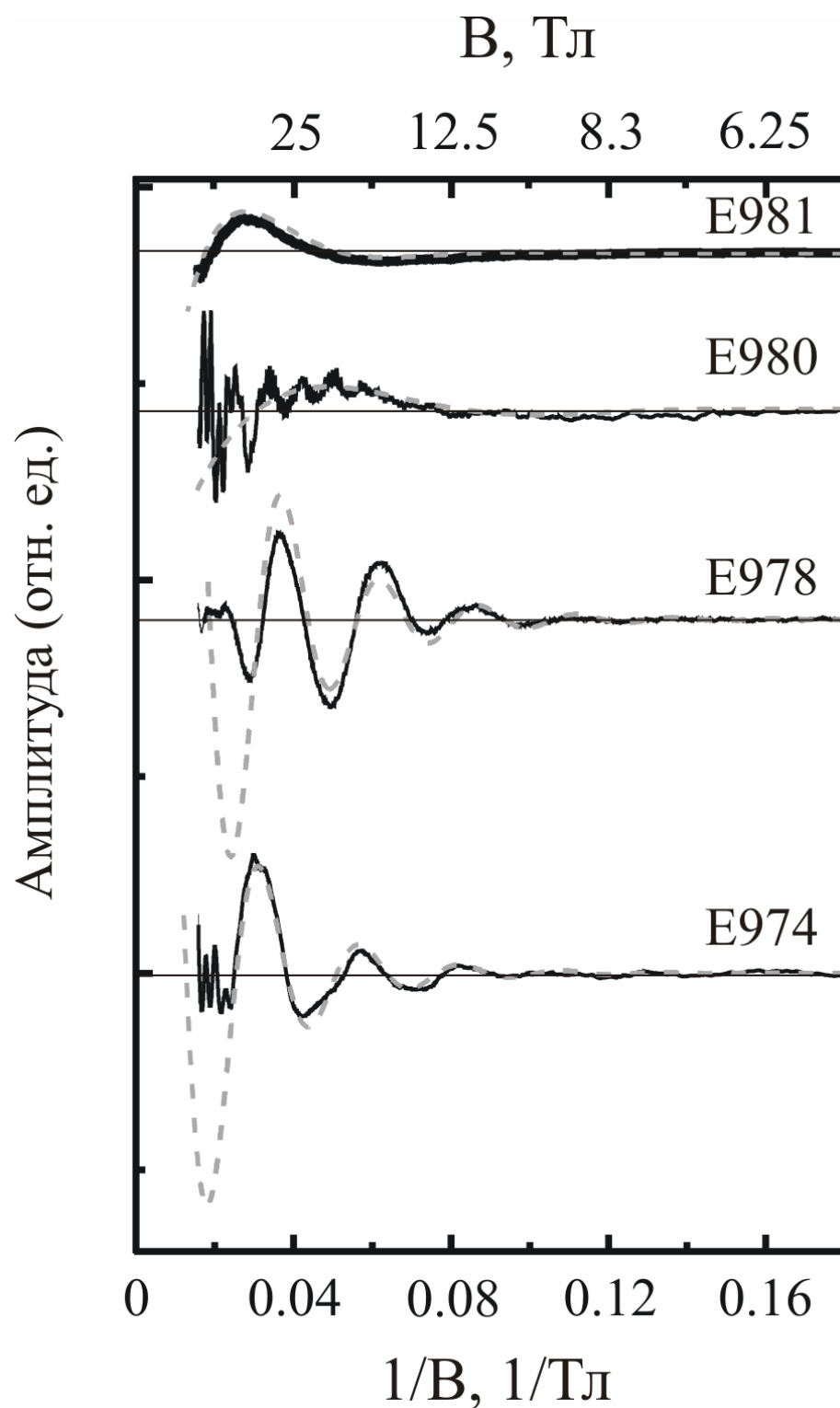


Рис. 4.1. Осцилляции Шубникова-де Гааза на примере серии InN:Mg эпитаксиальных слоев с различным уровнем легирования. Штриховая линия – аппроксимация с помощью соотношения (4.2)

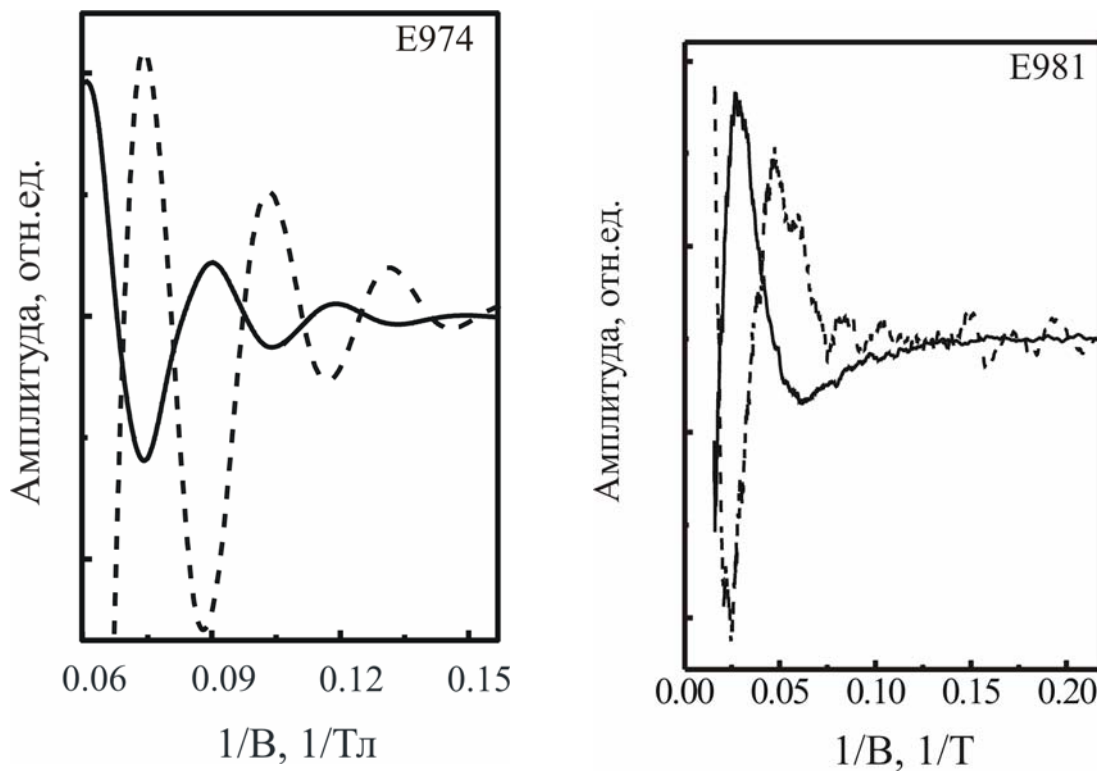


Рис. 4.2. Осцилляции Шубникова-де Гааза для двух InN:Mg слоев с различной концентрацией Mg при 4.2 К в двух конфигурациях $B||c$ (сплошная линия) и $B\perp c$ (штриховая линия), где c – кристаллографическая ось

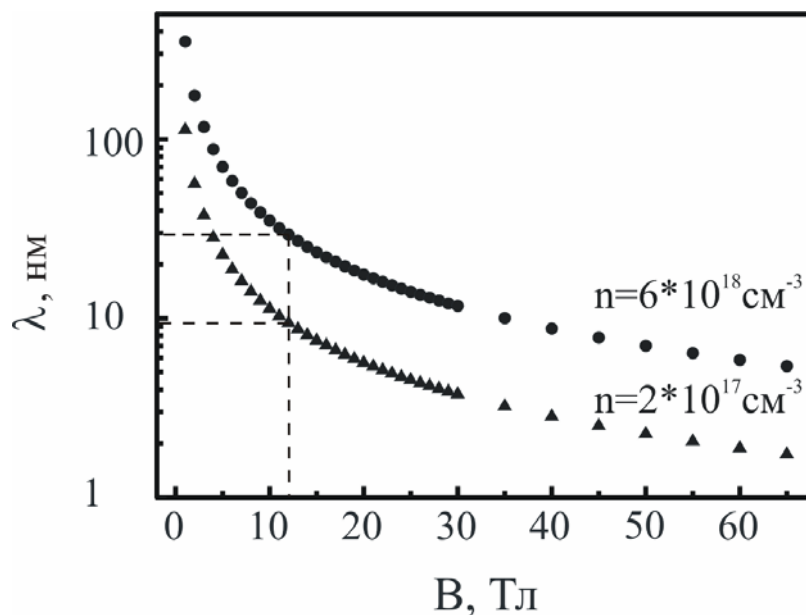


Рис. 4.3. Зависимость радиуса циклотронной орбиты электрона от магнитного поля для разной концентрации 3D электронов

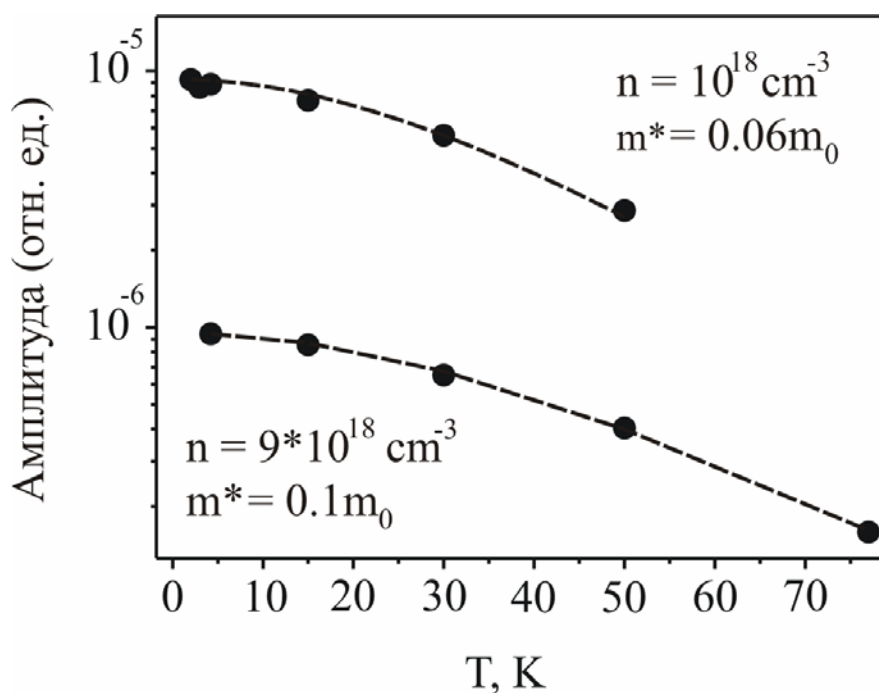


Рис. 4.4. Температурные зависимости амплитуды осцилляций ШдГ первой серии для образцов с разной концентрацией квантованных электронов

Табл. 4.1. Значения циклотронной эффективной массы для образцов с разной концентрацией электронов в матрице InN

$n_m, \text{ cm}^{-3}$	$n_{SdH}^{(1)}, \text{ cm}^{-3}$	m^*/m_0
2.8×10^{18}	1.5×10^{18}	0.05
2.1×10^{18}	1.5×10^{18}	0.065
3.0×10^{18}	1.0×10^{18}	0.058
1.2×10^{19}	1.5×10^{19}	0.1

электронов $\sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$, независимо определенной и опубликованной в работе [88*]. Это позволило для тех пленок InN, для которых в данной работе температурные зависимости осцилляций ШдГ измерены не были, использовать, с учетом непараболичности зоны проводимости InN [45*], величины m_c^* , полученные в [88*].

4.1.2. Квантовое и транспортное времена релаксации электронов в объеме матрицы InN

В случае квадратичного закона дисперсии, осциллирующая компонента удельного сопротивления может быть записана в виде [118*]

$$\Delta\rho(B) \propto \sqrt{\frac{\hbar\omega_c}{2E_F}} \cos\left(\frac{\pi}{2} \frac{gm^*}{m_0}\right) \frac{2\pi^2 k_B T / \hbar\omega_c}{\sinh(2\pi^2 k_B T / \hbar\omega_c)} \times \exp\left(-\frac{2\pi^2 k_B T_D}{\hbar\omega_c}\right) \cos\left(\frac{2\pi E_F}{\hbar\omega_c} - \varphi\right), \quad (4.2)$$

где $\omega_c = eB/m^*$ - это циклотронная частота, E_F - энергия Ферми, g - g-фактор Ланде, $T_D = \frac{\hbar}{2\pi k_B \tau_q}$ - температура Дингля, τ_q - квантовое время релаксации, фаза φ - варьируемый параметр.

Из аппроксимации экспериментальных зависимостей с помощью соотношения (4.2) были определены величины $\tau_q^{(1)}$ квантованных электронов в объеме матрицы InN для разных образцов (табл. 4.2). Значения транспортного времени релаксации электронов в объеме матрицы InN $\tau_t^{(1)}$ были определены из значений подвижности электронов в полупроводниковой матрице μ_m с использованием уравнения (4.3)

$$\mu = \frac{e\tau_t}{m^*}, \quad (4.3)$$

Обнаружено, что для нелегированных и слабелегированных слоев InN, транспортное время релаксации существенно превышает квантовое время релаксации. Это связано с тем, что транспортное время релаксации

Табл. 4.2. Параметры электронов в объеме матрицы InN, определенные из анализа первой серии осцилляций ШДГ и холловских измерений, на примере нескольких исследованных эпитаксиальных слоев InN

№№	[Mg], см ⁻³	n_m , см ⁻³	μ_m , см ² /Вс	$\tau_t^{(1)}$, с	$n_{SDH}^{(1)}$, см ⁻³	$\tau_q^{(1)}$, с	$\mu_{calc}^{(1)}$, см ² /Вс
C443	0	8.7×10^{18}	1400	5×10^{-14}	6.2×10^{18}	2.0×10^{-14}	1320
E974	0	2.8×10^{18}	2000	5.6×10^{-14}	1.5×10^{18}	2.9×10^{-14}	2070
E978	1.3×10^{17}	2.1×10^{18}	2000	7.3×10^{-14}	1.6×10^{18}	3.3×10^{-14}	1730
E980	1.1×10^{18}	2.6×10^{18}	900	3.1×10^{-14}	1.8×10^{17}	3.0×10^{-14}	900
E981	6.0×10^{18}	8.4×10^{17}	600	2.1×10^{-14}	3.3×10^{17}	2.3×10^{-14}	600

определяется средним временем между актами упругого рассеяния, которые существенно изменяют направление импульса электрона

$$\frac{1}{\tau_t} = \int_0^\pi \sigma(\varphi)(1 - \cos \varphi) d\varphi, \quad (4.4)$$

где $\sigma(\varphi)$ – площадь сечения рассеяния, φ – угол рассеяния. Тогда как квантовое время релаксации зависит от всех механизмов рассеяния

$$\frac{1}{\tau_q} = \int_0^\pi \sigma(\varphi) d\varphi, \quad (4.5)$$

Таким образом, величины τ_t и τ_q совпадают только в случае изотропного рассеяния, например при рассеянии на фононах. В случае рассеяния на заряженных центрах вероятность рассеяния максимальна при рассеянии на небольшие углы, поэтому такой типа рассеяния не будет оказывать сильного влияния на величину транспортного времени релаксации, тогда как значение τ_q будет существенно от него зависеть, что приведет к тому, что величина транспортного времени релаксации будет превышать величину τ_q . В работе [119*] было показано, что в случае рассеяния на заряженных центрах величины τ_t и τ_q связаны следующим соотношением

$$\tau_t \cong \left(\frac{E_F}{\hbar} \right)^{1/2} \tau_q^{3/2}, \quad (4.6)$$

Реальные значения транспортного времени релаксации электронов в объеме матрицы InN и их подвижности $\mu_{calc}^{(1)}$ (табл. 4.2) были рассчитаны с использованием соотношений (4.6) и (4.5).

4.2. Осцилляции Шубникова-де Гааза: двумерный поверхностный слой

В магнитных полях $B > 30$ Тл появлялась вторая серия осцилляций Шубникова-де Гааза с меньшим периодом (рис. 4.5), которая исчезала в конфигурации $B_{\perp c}$ (рис. 4.6), что является доказательством того, что она связана с проводимостью по двумерному каналу с толщиной d_s меньше, чем

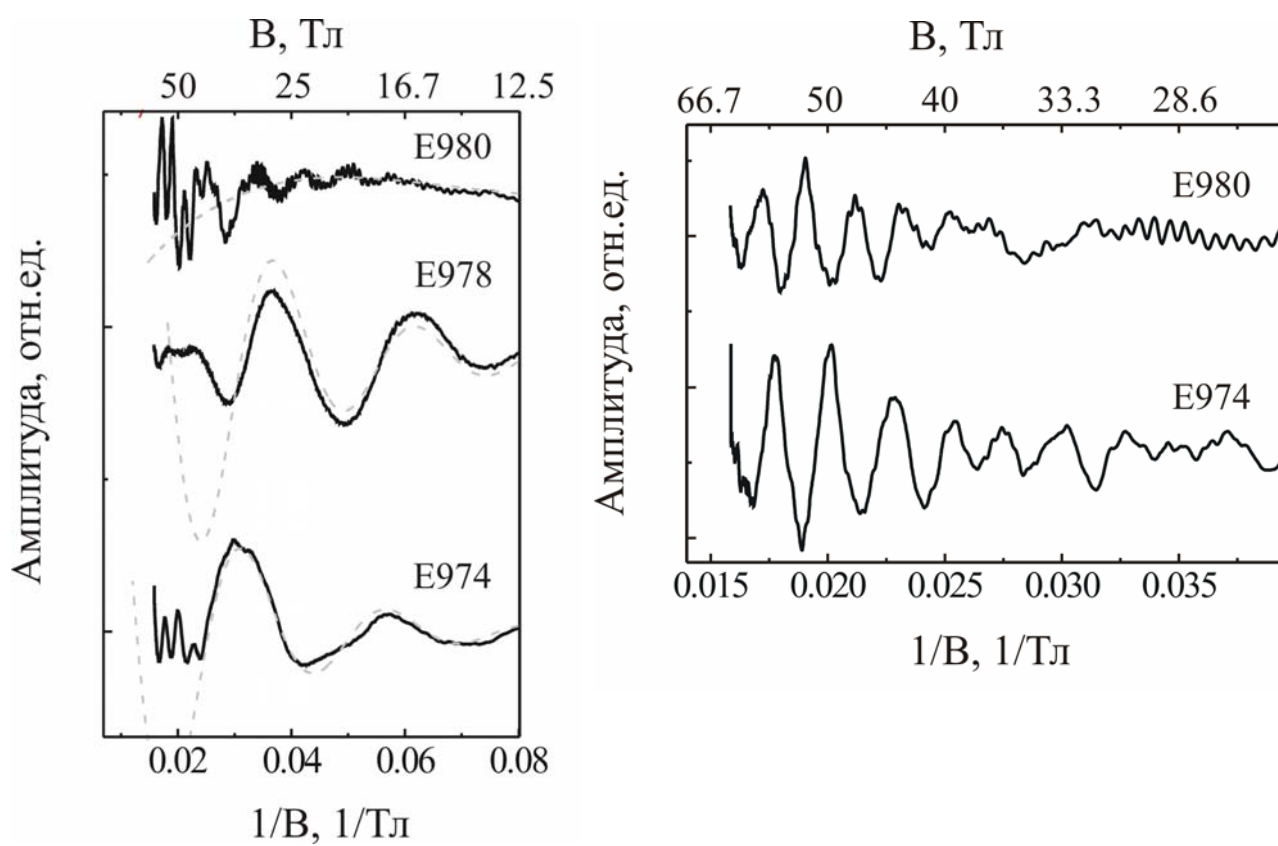


Рис. 4.5. Вторая серия осцилляций Шубникова-де Гааза на примере эпитаксиальных слоев InN:Mg с различным уровнем легирования

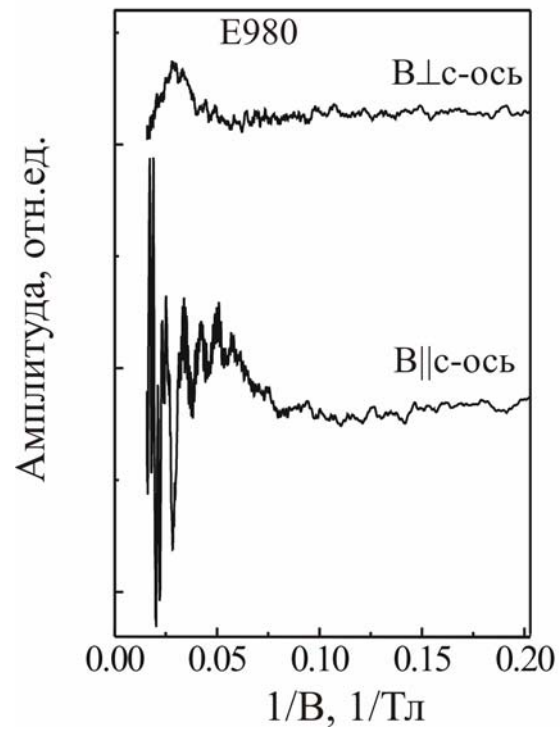


Рис. 4.6. Вторая серия осцилляций ШдГ для образца E980 в двух конфигурациях $V||c$ и $V\perp c$, где c – кристаллографическая ось

радиус циклотронной орбиты электрона (< 20 нм) (рис. 4.7). Логично предположить, что в качестве такого двумерного слоя выступает поверхностный аккумуляционный слой. Значения двумерной концентрации квантованных электронов $n_{SDH}^{(2)}$ (табл. 4.3) были вычислены из периодов осцилляций ШдГ Δ

$$n_{SDH}^{(2)} = \frac{e}{\pi\hbar} \frac{1}{\Delta}, \quad (4.7)$$

Получено, что значения $n_{SDH}^{(2)} = (1 \div 3) \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$ различаются для разных слоев InN, однако находятся в диапазоне опубликованных данных относительно поверхностной плотности состояний [69*-71*].

До настоящего времени была неизвестна подвижность электронов в поверхностном слое, что затрудняло возможность оценки степени влияния поверхностного слоя на электрические свойства InN. Подвижность электронов зависит от транспортного времени релаксации (4.5). Вторая серия осцилляций ШдГ, связанная с поверхностным слоем, появляется при 30 Тл, поэтому, учитывая одно из условий наблюдения осцилляций ШдГ, а именно, $\frac{\hbar}{\tau_q} < \hbar\omega_c$,

можно оценить минимальное квантовое время релаксации электронов в поверхностном слое $\tau_q^{(2)}$ как $\sim 1 \times 10^{-14}$ с. Далее, полагая, что для поверхностного слоя большую роль играет рассеяние на ионизованных дефектах, и используя соотношение (4.6), можно оценить транспортное время релаксации электронов в поверхностном слое, а затем и их подвижность $\mu_{calc}^{(2)}$ (4.5). При таких расчетах в качестве эффективной массы электронов в поверхностном слое было взято значение $m^* = 0.09m_0$, которая была оценена, исходя из высокой плотности электронов в поверхностном слое с учетом непараболичности зоны проводимости InN. Значения подвижности электронов в поверхностном слое были найдены в диапазоне $(400 \div 600) \text{ см}^2/\text{Вс}$ для разных слоев InN (табл. 4.3).

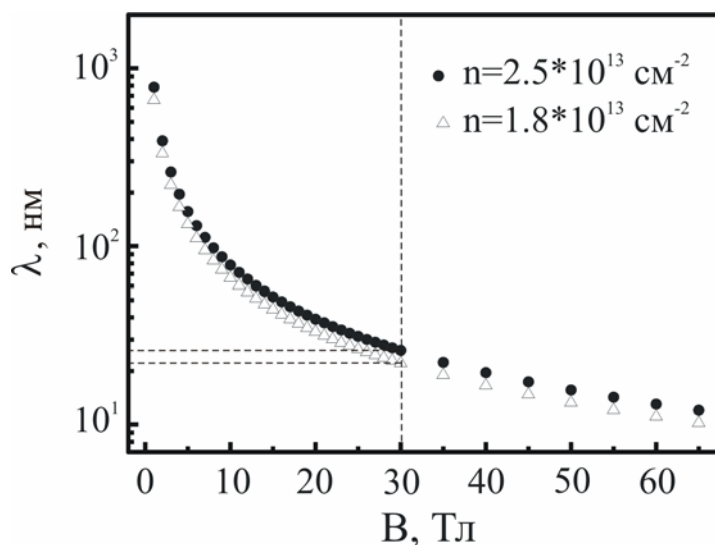


Рис. 4.7. Зависимость циклотронной орбиты 2D электронов от магнитного поля для двух значений 2D концентрации электронов

Табл. 4.3. Параметры электронов в поверхностном слое, определенные из анализа второй серии осцилляций ШдГ, на примере нескольких исследованных эпитаксиальных слоев InN

№№	In/N	T_g , °C	d , нм	[Mg], см ⁻³	$n_{SdH}^{(2)}$, см ⁻²	$\tau_q^{(2)}$, с	$\mu_{calc}^{(2)}$, см ² /Вс
C443	1.38	480	1000	0	1.8×10^{13}	9×10^{-15}	450
E974	1.1	600	540	0	2.1×10^{13}	1×10^{-14}	560
E978	1.1	600	630	1.3×10^{17}	1.1×10^{13}	1×10^{-14}	400
E980	1.1	600	650	1.1×10^{18}	2.5×10^{13}	1×10^{-14}	610

Таким образом, обнаружено, что транспортные параметры поверхностного двумерного слоя находятся в диапазонах $n_{SdH}^{(2)} = (1 \div 3) \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$ и $\mu_{calc}^{(2)} = (400 \div 600) \text{ см}^2/\text{Вс}$, заметно различаясь для разных слоев InN, причем транспортные параметры электронов в аккумуляционном слое не обнаруживают явной зависимости от условий роста, толщины или уровня легирования эпитаксиальных слоев InN (табл. 4.3).

4.3. Влияние поверхностного слоя на электрические свойства полупроводниковой матрицы InN

Из анализа двух серий осцилляций Шубникова-де Гааза были определены значения концентрации и подвижности электронов в поверхностном слое и объеме полупроводниковой матрицы для различных слоев InN (табл. 4.4). В модели двух параллельно соединенных слоев была сделана оценка величины влияния поверхностного слоя на интегрально измеряемые транспортные параметры. В рамках данной модели измеряемые значения концентрации n_{par} и подвижности μ_{par} электронов определяются выражениями

$$n_{par}d = \frac{\left(n_{SdH}^{(1)} d^{(1)} \mu_{calc}^{(1)} + n_{SdH}^{(2)} \mu_{calc}^{(2)} \right)^2}{n_{SdH}^{(1)} d^{(1)} \left(\mu_{calc}^{(1)} \right)^2 + n_{SdH}^{(2)} \left(\mu_{calc}^{(2)} \right)^2}, \quad (4.8)$$

$$\mu_{par} = \frac{n_{SdH}^{(1)} d^{(1)} \left(\mu_{calc}^{(1)} \right)^2 + n_{SdH}^{(2)} \left(\mu_{calc}^{(2)} \right)^2}{n_{SdH}^{(1)} d^{(1)} \mu_{calc}^{(1)} + n_{SdH}^{(2)} \mu_{calc}^{(2)}}$$

где $d^{(1)} = d - d_s$ – толщина объемного слоя InN, величина d_s была взята для расчетов, равной 10 нм. Вычисленные значения n_{par} и μ_{par} представлены в табл. 4.4. Получено, что достаточно сильное различие подвижностей электронов и толщин объемного и поверхностного слоя приводит к незначительному влиянию поверхностного аккумуляционного слоя на холловские измерения нелегированных и слаболегированных Mg слоев InN с высокой подвижностью электронов. Влияние поверхностного слоя становится заметным только в случае пленок InN с небольшой концентрацией и

Табл. 4.4. Параметры электронов в различных слоях матрицы InN для некоторых исследованных эпитаксиальных слоев InN

1	2	3	4	5	6	7
№№	$n_{SdH}^{(1)}$, см ⁻³	$\mu_{calc}^{(1)}$, см ² /Вс	$n_{SdH}^{(2)}$, см ⁻²	$\mu_{calc}^{(2)}$, см ² /Вс	n_{par} , см ⁻³	μ_{par} , см ² /Вс
C443	6.2×10^{18}	1320	1.8×10^{13}	450	6.2×10^{18}	1310
E974	1.5×10^{18}	2070	2.1×10^{13}	560	1.6×10^{18}	1970
E978	1.6×10^{18}	1730	1.1×10^{13}	400	1.6×10^{18}	1700
E980	1.8×10^{17}	900	2.5×10^{13}	610	5.4×10^{17}	730

подвижностью электронов в объеме матрицы InN, то есть в случае сильно компенсированных слоев InN:Mg.

4.4. Свойства приинтерфейсного слоя вблизи гетерограницы InN/GaN

Была обнаружена разница между концентрацией электронов в полупроводниковой матрице n_m (Глава 3) и концентрацией квантованных электронов в объеме матрицы InN $n_{SDH}^{(1)}$ (табл. 4.2), которая не может быть объяснена только с помощью учета влияния поверхностного слоя. Таким образом, можно утверждать, что в матрице InN существуют электроны, которые не вносят вклад в осцилляции Шубникова – де Гааза. Известно, что из-за сильного рассогласования постоянных решеток между пленкой InN и буферным слоем GaN плотность прорастающих дислокаций в приинтерфейсном InN слое обычно намного больше (на 1-2 порядка), чем в объеме InN пленки. Плотность дислокаций вблизи интерфейса InN/GaN оценивается как 10^{11} см^{-2} [120*], что соответствует расстоянию между дислокациями примерно 30 нм. Эта величина сравнима или меньше, чем радиус циклотронной орбиты электрона, поэтому электроны в приинтерфейсном слое не проявляют себя в осцилляциях ШдГ из-за их сильного рассеяния на протяженных дефектах. Другими словами, концентрация электронов, определенная из осцилляций Шубникова-де Гааза отличается от концентрации электронов в объеме полупроводниковой матрице на величину концентрации электронов в приинтерфейсном слое. Нужно отметить, что и в ранее опубликованной работе наблюдалась разница холловской концентрации и концентрации квантованных электронов в пленках InN [88*], однако объяснена она не была.

Разница концентраций n_m и $n_{SDH}^{(1)}$ может служить критерием структурного качества эпитаксиальных слоев InN и эффективности начальной стадии роста в

смысле предотвращения распространения проникающих дислокаций из интерфейса InN/GaN.

4.5. Электрические свойства объема полупроводниковой матрицы InN в зависимости от условий роста

Исследования в сильных магнитных полях показали, что полная проводимость эпитаксиальных слоев InN, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии, определяется четырьмя составляющими: вкладом спонтанно формирующихся кластеров металлического In, проводимостью объемного, приинтерфейсного и поверхностного слоев полупроводниковой матрицы InN, - с преобладающим влиянием первых трех вкладов. Измерения в магнитных полях до 63 Тл позволяют разделить все составляющие, в том числе и выделить вклад объемного слоя полупроводниковой матрицы InN.

Были исследованы три серии слоев InN, выращенные при разном отношении In/N: 1, 1.1 и 1.38. Обнаружено, что оптимальными условиями роста для получения минимальной концентрации электронов в объеме полупроводниковой матрицы InN ($n_{SdH}^{(1)} \sim 1 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$) и их максимальной подвижности ($\mu_{calc}^{(1)} \sim 2500 \text{ см}^2/\text{Вс}$) являются слегка In-обогащенные условия (In/N = 1.1) (рис. 4.8). Уменьшение или увеличение соотношения In/N приводит к возрастанию $n_{SdH}^{(1)}$, что связано с увеличением концентрации структурных дефектов в обоих случаях: рост при $\text{In}/\text{N} \leq 1$ способствует формированию наноколонн с большим количеством межзеренных границ, а рост в сильно металл-обогащенных условиях стимулирует увеличение количества нанокластеров In и вводимых ими структурных дефектов.

Обнаружено, в слоях InN:Mg увеличении концентрации Mg до $1.1 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$ приводит к монотонному уменьшению $n_{SdH}^{(1)}$ и $\mu_{calc}^{(1)}$ (табл. 4.2), то есть Mg действует в качестве компенсирующей акцепторной примеси. Дальнейшее увеличение концентрации Mg приводит к увеличению концентрации электронов в объеме полупроводниковой матрицы и к

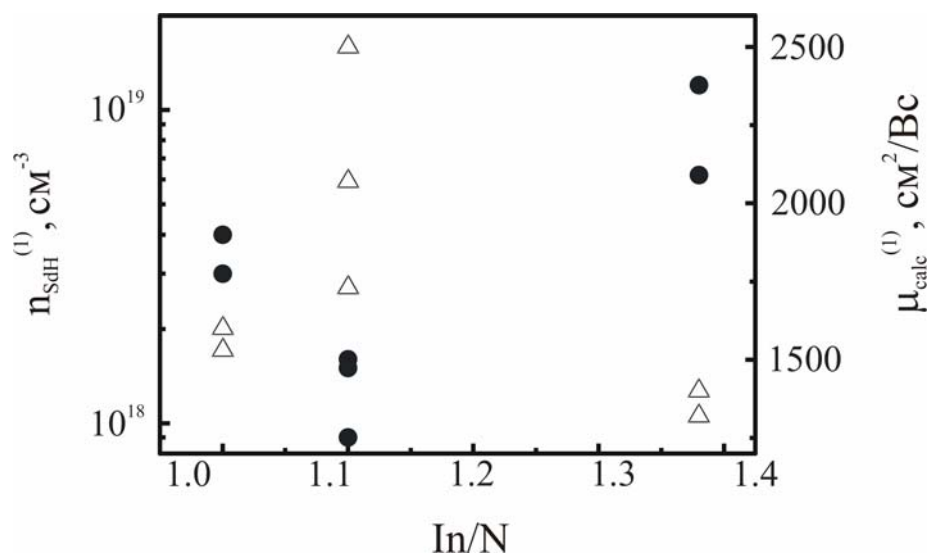


Рис. 4.8. Зависимость концентрации (●) и подвижности (Δ) квантованных электронов в объеме полупроводниковой матрицы от соотношения In/N, при котором были выращены эпитаксиальные слои InN

продолжающемуся уменьшению их подвижности, что, по-видимому, связано с ростом концентрации электрически активных дефектов донорного типа, обусловленных нарушениями кристаллической структуры [77]. Нужно отметить, что ни в одном из легированных Mg слоев InN не был обнаружен p-тип проводимости объемного слоя. Однако, обнаруженная сильная степень компенсации объема исследованных легированных Mg слоев InN с $[Mg] > 1 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$ позволяет полагать, что легирование Mg более толстых пленок InN с меньшей остаточной концентрацией электронов в полупроводниковой матрице может привести к получению p-типа проводимости в объеме пленок InN.

Глава 5. Электрофизические свойства твердых растворов

$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Настоящая глава диссертационной работы посвящена исследованию электрофизических свойств твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с $x \geq 0.2$ [1]. Основной целью было определение критического состава, при котором начинается спонтанное формирование кластеров металлического In в эпитаксиальных слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$. Обнаружено, что критическое содержание In составляет $(38 \pm 3)\%$. Выявлены особенности электрических свойств исследованных твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, связанные с наличием фазового распада.

5.1 Электрические свойства $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ в слабых магнитных полях

Предварительные исследования транспортных параметров $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ в слабых магнитных полях позволили определить диапазон значений x , включающий критическое значение состава x , при котором начинает происходить спонтанное формирование кластеров металлического In. Электрофизические свойства соединений InN и GaN существенно отличаются. Нелегированный InN является сильновырожденным полупроводником, концентрация электронов в котором не зависит от температуры (рис. 3.1). Температурные зависимости концентрации электронов в GaN носят активационный характер, присущий невырожденным полупроводниковым соединениям (рис. 5.1). Исследование изменения типа температурной зависимости концентрации электронов в $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с увеличением состава твердого раствора x может позволить оценить содержание In, при котором происходит переход от невырожденного полупроводника к материалу, подобному InN.

Было обнаружено, что при содержании In в твердом растворе $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ $x \leq 0.35$ температурные зависимости холловской концентрации n_H имеют активационный характер. Тогда как при $x = 0.5$ n_H перестает зависеть от температуры (рис. 5.2) в исследованном температурном диапазоне. Энергия активации E_A , определенная из температурной зависимости концентрации

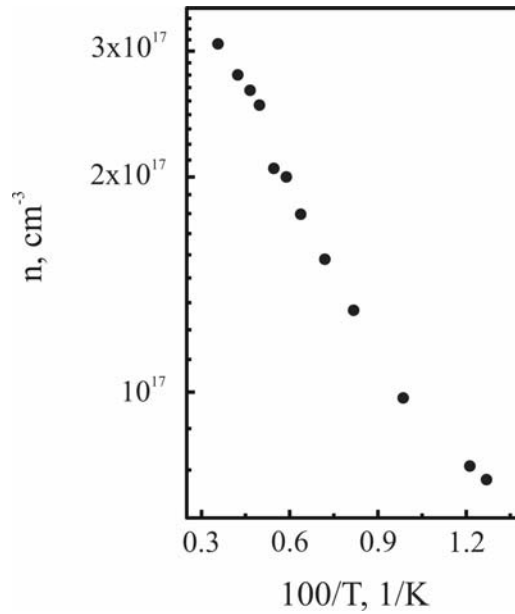


Рис. 5.1. Типичная температурная зависимость концентрации электронов в эпитаксиальном слое GaN

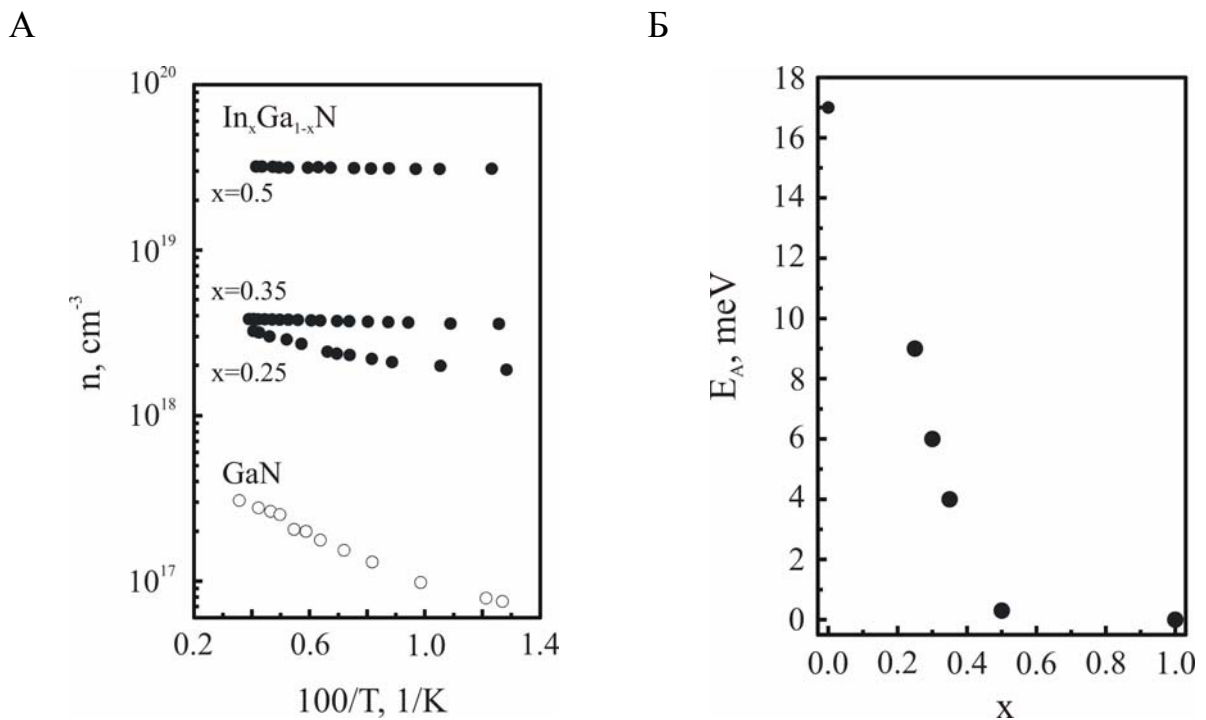


Рис. 5.2. Температурные зависимости холловской концентрации эпитаксиальных слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ для различного содержания In (А). Зависимость энергии активации E_A от содержания In x в твердом растворе $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ (Б)

электронов n с помощью соотношения (5.1), уменьшается при увеличении x , что связано с уменьшением ширины запрещенной зоны $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$.

$$n \propto \exp\left(-\frac{E_A}{kT}\right), \quad (5.1)$$

Можно заключить, что твердые растворы $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с содержанием In в диапазоне значений $0.35 < x < 0.5$ начинают обладать электрофизическими свойствами, сходными со свойствами InN.

5.2 Электрические свойства $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ в сильных магнитных полях

Исследования эпитаксиальных слоев InN в сильных магнитных полях показали, что обнаружение аномальной зависимости коэффициента Холла от магнитного поля, которая может быть аппроксимирована в рамках модели, учитывающей наличие сильнопроводящих неоднородностей в полупроводнике, является достаточным доказательством наличия кластеров металлического In в исследуемом эпитаксиальном слое (Глава 3). Этот же критерий был использован в данной диссертационной работе для определения критического содержания In в твердом растворе $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, при котором начинается спонтанное формирование кластеров металлического In. Однако использование данного критерия для слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ограничено низкими температурами. Это обусловлено двумя причинами:

- Наличие во всех исследованных образцах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ буферного слоя GaN, толщина которого варьировалась от 500 до 2000 нм. Величины проводимости $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ и GaN сравнимы и составляют $10^{-2} \div 10^{-1} (\text{Ом}\cdot\text{см})^{-1}$, поэтому буферный слой GaN будет оказывать влияние на измеряемые электрические характеристики образцов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ и их зависимость от магнитного поля, в отличие от измерений пленок InN, проводимость которых намного больше ($10^3 \div 10^4 (\text{Ом}\cdot\text{см})^{-1}$). Однако при низких температурах концентрация

электронов в GaN составляет $10^{15} \div 10^{16} \text{ см}^{-3}$ и его влиянием на измеряемые параметры $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ можно пренебречь.

- Зависимость коэффициента Холла от магнитного поля в эпитаксиальных слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с $x \leq 0.35$ может быть также обусловлена изменением величины холл-фактора при увеличении магнитного поля.

Все исследованные твердые растворы $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ по виду зависимости коэффициента Холла от магнитного поля при температуре 4.2 К можно разделить на три группы:

- эпитаксиальные слои $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, в которых наблюдалась аномальная зависимость коэффициента Холла от магнитного поля, аналогичная зависимости в пленках InN , которая была аппроксимирована в рамках модели, учитывающей наличие кластеров In (рис. 5.3);
- пленки $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, в которых величина $|R_H|$ уменьшалась при увеличении магнитного поля (рис. 5.4), что связано с влиянием буферного слоя GaN и изменением величины холл-фактора $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ при увеличении магнитного поля.
- слои $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, демонстрирующие возрастающую магнитополевою зависимость модуля коэффициента Холла, которая однако отличалась от той, которая должна наблюдаться в случае наличия в пленках кластеров металлического In (рис. 5.5).

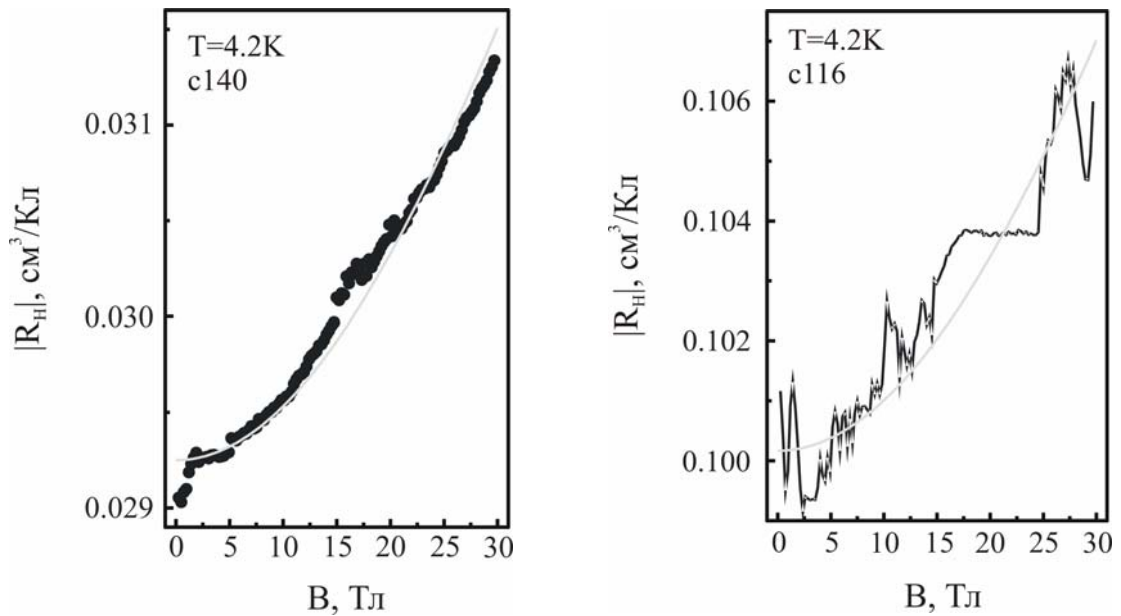


Рис. 5.3. Характерные магнитополевые зависимости модуля коэффициента Холла в слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с кластерами металлического In. Серые линии – аппроксимации экспериментальных зависимостей в рамках модели, учитывающей наличие кластеров In [109*]

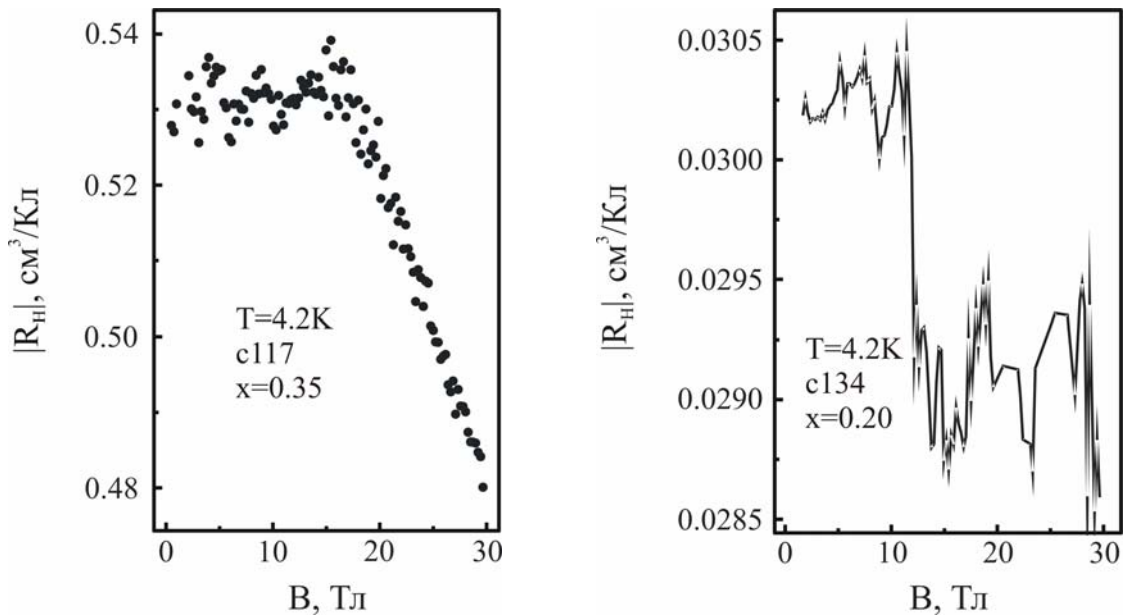
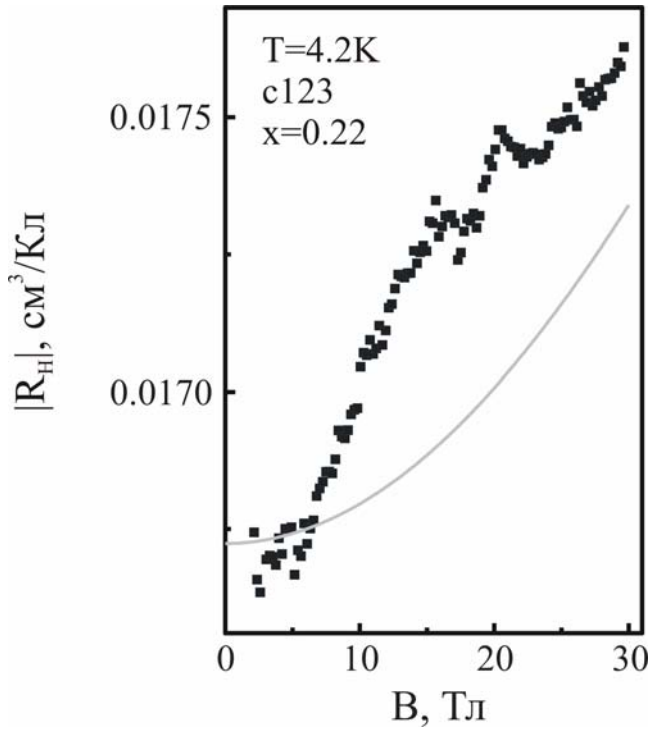


Рис. 5.4. Магнитополевые зависимости модуля коэффициента Холла в слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ без кластеров металлического In

А



Б

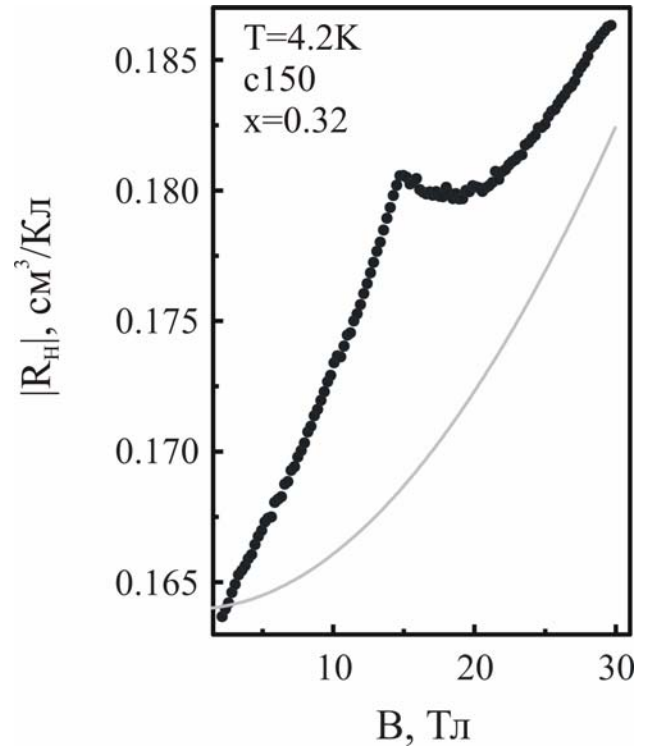


Рис. 5.5. Типичные магнитолевые зависимости модуля коэффициента Холла, связанные с фазовым распадом твердого раствора $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$. Серые сплошные кривые – ожидаемый ход магнитолевой зависимости модуля коэффициента Холла в случае наличия в полупроводнике металлических включений In [109*]

5.2.1 Критическое содержание In в твердом растворе $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Сравнение составов слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, входящих в первые две группы исследованных твердых растворов, позволило определить критическое содержание In, при котором начинается спонтанное формирование кластеров металлического In. В группу пленок, для которых наблюдалась аномальная зависимость коэффициента Холла от магнитного поля при 4.2 К, хорошо описываемая моделью, учитывающей наличие кластеров In (рис. 5.3), входили слои $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с $x \geq 0.38$. При $x \leq 0.35$ зависимость коэффициента Холла от магнитного поля была обусловлена наличием буферного слоя GaN и/или изменением величины холл-фактора (рис. 5.4), то есть кластеры In в таких пленках отсутствовали. Наличие или отсутствие кластеров металлического In в твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ связано именно с содержанием индия x , поскольку все исследованные слои $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, в которых были обнаружены кластеры In, были выращены в условиях, близких к стехиометрическим или слегка азот-обогащенным ($(\text{Ga}+\text{In})/\text{N} \leq 1$). Вместе с тем пленки, в которых кластеры In отсутствовали, были получены в сильно индий-обогащенных условиях ($(\text{Ga}+\text{In})/\text{N} > 1$). Другими словами, используемые условия ростовой стехиометрии не могли влиять на процесс формирования кластеров металлического In.

Таким образом, критическое содержание In, при котором начинается спонтанное формирование кластеров металлического In в твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, составляет (0.38 ± 0.03) , что хорошо согласуется с данными оптических измерений [96*], где было обнаружено, что в твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с $x \geq 0.4$ в спектрах фотолюминесценции появляется второй пик при энергии ~ 0.7 эВ, который может быть связан с появлением кластеров In.

5.2.2 Фазовый распад. Особенности поведения коэффициента Холла.

Помимо слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, которые по виду магнитолевой зависимости модуля коэффициента Холла демонстрировали либо наличие кластеров металлического In либо их отсутствие в полупроводниковой матрице,

существовала группа твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($0.2 < x < 0.35$), в которых модуль R_H увеличивался с ростом магнитного поля, однако зависимость $|R_H|$ от B существенно отличалась от той, которая наблюдается в случае наличия в полупроводнике сильнопроводящих неоднородностей (рис. 5.5).

Такую магнитополевою зависимость модуля коэффициента Холла можно объяснить наличием (из-за фазового распада) в слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ областей с различным содержанием In и, следовательно, различной проводимостью. В работах [89*,92*,94*], посвященных исследованию структурных и оптических свойств $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ было показано, что при содержании In $x > 0.15$ вследствие внутренних искажений решетки может происходить фазовый распад твердого раствора. Содержание индия x в данной группе исследованных образцов лежало в диапазоне $(0.20 \div 0.35)$, то есть соответствовало условиям возникновения фазового распада.

Ситуация, когда в слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ есть области с различной проводимостью, не может быть описана в рамках модели, рассматривающей сильно проводящие неоднородности в полупроводнике, так как величины проводимости соединений $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ с различным x отличаются не столь существенно, как в случае InN и металлического In. Однако ранее [121*-123*] было показано, что наличие в полупроводнике областей с различной проводимостью вдоль какого-либо направления может приводить к возрастающей зависимости коэффициента Холла от магнитного поля. Авторами [122*] была рассмотрена ситуация, когда в образце есть две области с различной проводимостью с четкой границей в плоскости, задаваемой осями y и z (рис. 5.6). В таком случае область с меньшей величиной ЭДС Холла шунтирует область с большей величиной ЭДС Холла, что приводит к возникновению круговых токов. Эффективное значение коэффициента Холла R_H^{eff} , измеряемого с помощью холловских контактов, расположенных точно на границе двух областей с разной проводимостью, определяется выражением (5.2)

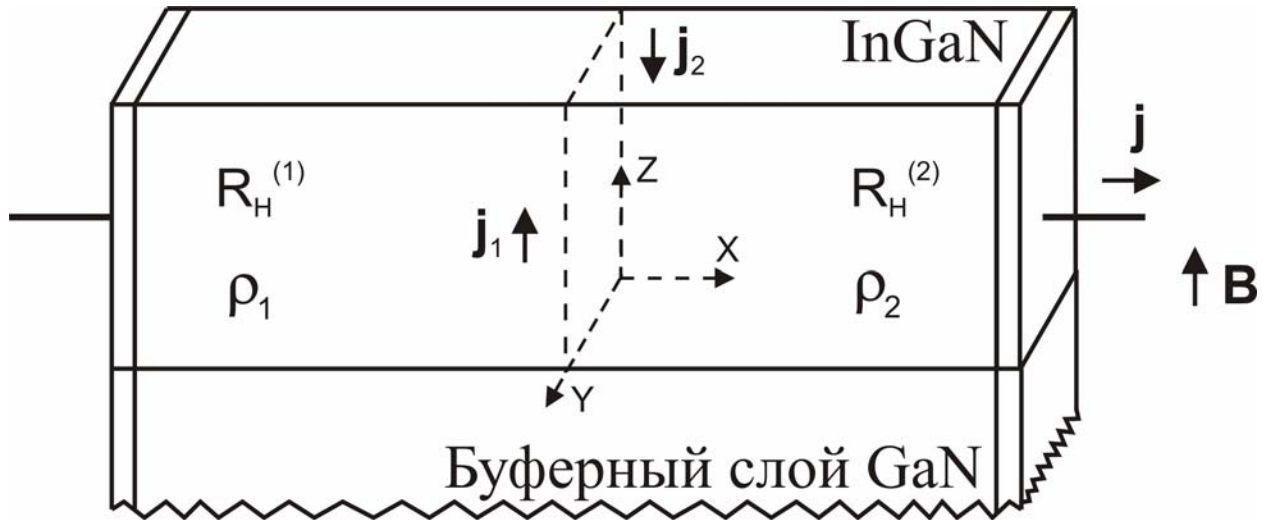


Рис. 5.6. Схема неоднородного образца, использованная в [122*] для описания эффекта Холла и магнитосопротивления, примененная к геометрии измерения эпитаксиальных слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

$$R_H^{eff} = \frac{R_H^{(1)} \rho_2 + R_H^{(2)} \rho_1}{\rho_1 + \rho_2}, \quad (5.2)$$

где $R_H^{(1)}$ и $R_H^{(2)}$ - значения коэффициентов Холла в двух областях, ρ_1 и ρ_2 – их удельное сопротивление. Эффективный коэффициент Холла зависит в этом случае от удельного сопротивления двух областей. Поскольку удельное сопротивление обычного полупроводника увеличивается с ростом магнитного поля, то модуль коэффициента Холла в таком неоднородном образце может тоже увеличиваться с магнитным полем.

Ситуация, реализующаяся в твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ при фазовом распаде, намного более сложная, что не позволяет однозначно аппроксимировать наблюдаемые зависимости коэффициента Холла от магнитного поля в рамках рассматриваемой модели. Количество областей с разной проводимостью в $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ больше, чем в рассматриваемой модели, их граница расположена не строго вдоль одного направления, и расположение холловских контактов не совпадает с границей разделения областей с различной проводимостью. Кроме того, количество и пространственное распределение областей с разным содержанием In в $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ зависит от стехиометрических условий роста эпитаксиального слоя. Рост в сильно азот-обогащенных условиях приводит к наноколончатой морфологии эпитаксиального слоя $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ (рис. 5.7), которая может усиливать процесс фазового распада твердого раствора. В результате, в таких слоях области фазового распада с различным содержанием In оказываются четко структурированы размером (30-100 нм) и ориентацией (обычно вдоль оси $c \parallel z$) наноколонн. Кроме того, внутри одной наноколонки может происходить дальнейший фазовый распад вдоль направления z . В случае же использования для роста $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ индий-обогащенных условий, морфология эпитаксиальных слоев получается более планарной, а сам слой - сплошным (рис. 5.8). В таких слоях фазовый распад выражен слабее, к тому же области с разным содержанием In имеют в среднем большие размеры с большей дисперсией по

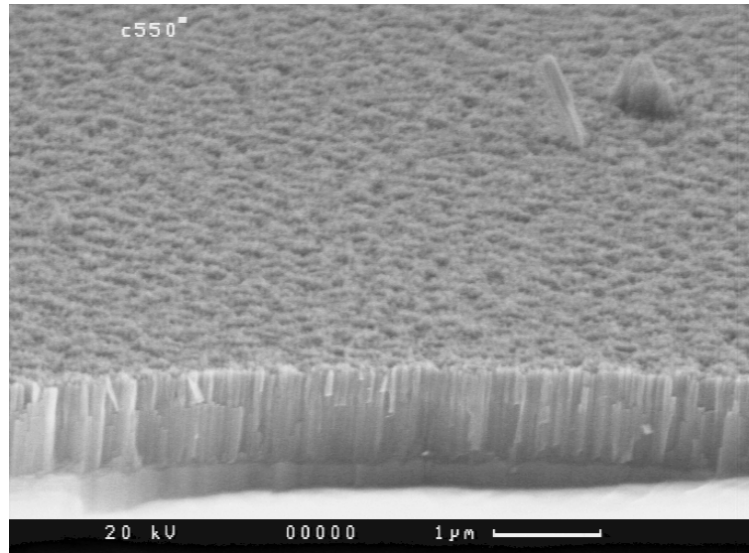


Рис. 5.7. Микрофотография поверхности слоя $\text{In}_{0.40}\text{Ga}_{0.60}\text{N}$, выращенного при соотношении $\text{In}/\text{N} = 0.33$, полученная, с помощью сканирующего электронного микроскопа

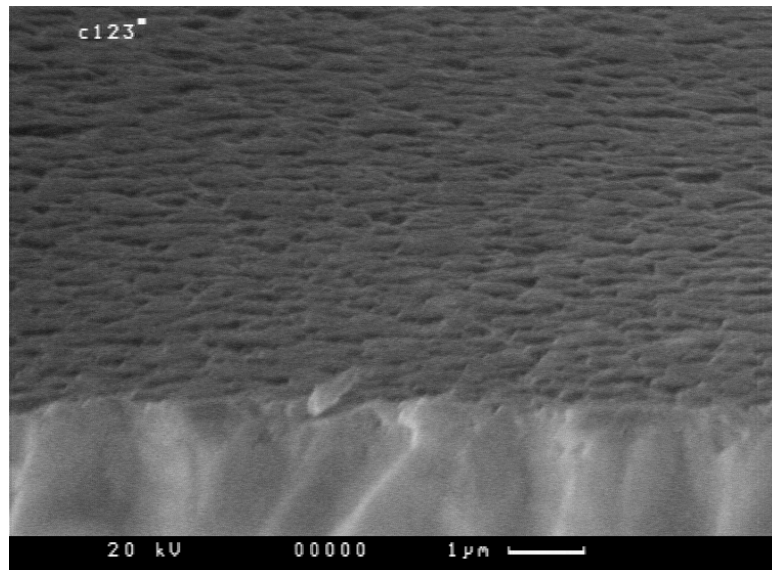


Рис. 5.8. Микрофотография поверхности слоя $\text{In}_{0.22}\text{Ga}_{0.58}\text{N}$, выращенного при соотношении $\text{In}/\text{N} = 1.28$, полученная, с помощью сканирующего электронного микроскопа

размерам и расположены менее упорядочено, по сравнению с ситуацией, реализующейся при росте в азот-обогащенных условиях. Таким образом, рост при разном отношении In/N приводит к разной силе фазового распада и различному размеру и пространственному распределению областей, сформировавшихся в результате фазового распада. Видимо, это является причиной того, что вид магнитолевых зависимостей модуля коэффициента Холла для слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, выращенных в In- и N-обогащенных условиях, различается, хотя в целом имеет одностипный характер. Для пленок, выращенных в сильно азот-обогащенных условиях, наблюдается два разных участка магнитолевой зависимости модуля коэффициента Холла (рис. 5.5 Б), тогда как в слоях, полученных при In-обогащенных условиях, модуль коэффициента Холла монотонно увеличивается с ростом магнитного поля (рис. 5.5 А).

Таким образом, наблюдаемые аномальные зависимости модуля коэффициента Холла от магнитного поля по всей вероятности связаны с неоднородностью электрической проводимости в слоях $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($0.2 < x < 0.35$), обусловленной фазовым распадом твердого раствора. Характер зависимости зависит от количества областей с различной проводимостью и их пространственным распределением, определяемым условиями стехиометрии, при которых происходит рост эпитаксиального слоя $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$.

5.2.3 Фазовый распад. Эффект сильного отрицательного магнитосопротивления

Известно, что наличие областей с различной проводимостью в полупроводнике оказывает более сильное влияние на поведение магнитосопротивления в магнитном поле, нежели на поведение коэффициента Холла [121*-123*]. В материалах с неоднородностью электрической проводимости может наблюдаться не только сильный эффект положительного магнитосопротивления, но и эффект отрицательного магнитосопротивления вплоть до высоких температур. В работе [122*] было показано, что в случае,

рассмотренном на рис. 5.6 величина магнитосопротивления

$\left[\frac{\Delta\rho}{\rho_0} \right]_{eff}$ определяется выражением

$$\left[\frac{\Delta\rho}{\rho_0} \right]_{eff} = \left[\frac{\Delta\rho}{\rho_0} \right] + \frac{d_2 R_H^{(2)} - d_1 R_H^{(1)}}{d_2 \rho_2^0 + d_1 \rho_1^0} \frac{(R_H^{(2)} - R_H^{(1)}) H^2}{\rho_1 + \rho_2}, \quad (5.3)$$

где $\left[\frac{\Delta\rho}{\rho_0} \right]$ - это слагаемое, являющееся результатом эффекта

магнитосопротивления в областях с различной проводимостью, ρ_0 и ρ_i^0 - удельное сопротивление в нулевом магнитном поле. В зависимости от расположения электрических контактов, и от соотношения электрических параметров в областях с различной проводимостью, могут наблюдаться как эффект положительного, так и отрицательного магнитосопротивления.

Действительно, в большинстве исследованных пленок $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, за исключением образца с140 с самым высоким содержанием In, вплоть до высоких температур (100 К) наблюдалось сосуществование эффектов отрицательного и положительного эффектов магнитосопротивления (рис. 5.9), причем величина отрицательного магнитосопротивления намного превышала амплитуду аналогичного эффекта в пленках InN:Mg с высокой концентрацией Mg. Таким образом, наблюдение эффекта отрицательного магнитосопротивления свидетельствует о том, что фазовый распад присутствует во всех исследованных твердых растворах $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, однако в случае, когда есть какой-либо другой более значимый фактор, например, наличие кластеров металлического In, в зависимости коэффициента Холла от магнитного поля начинает преобладать именно этот фактор, а не особенности, связанные с фазовым распадом. А в случае очень сильного влияния кластеров металлического In и в эффекте магнитосопротивления начинает преобладать именно этот механизм, как это произошло в образце с140.

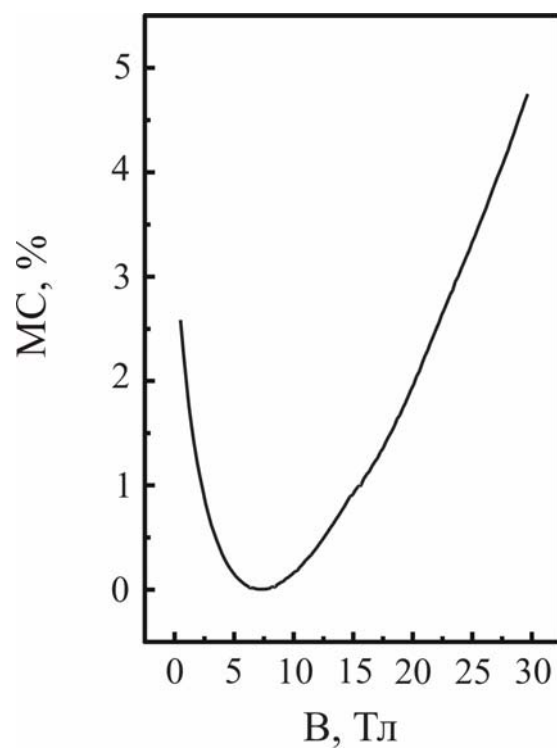


Рис. 5.9. Типичная зависимость магнитосопротивления от магнитного поля для эпитаксиального слоя $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$

Заключение

В ходе диссертационной работы были получены следующие основные результаты:

1. Показано, что электрическая проводимость эпитаксиальных слоев InN определяется четырьмя вкладками: спонтанно формирующихся кластеров In, поверхностного, приинтерфейсного слоев и объема полупроводниковой матрицы InN. Электрофизические измерения при низких температурах в широком диапазоне значений магнитных полей (вплоть до 63Т) позволили впервые разделить все эти вклады.
2. На основании температурных и магнитолевых зависимостей сопротивления эпитаксиальных слоев InN при низких температурах ($<4.2\text{K}$), а также магнитолевых зависимостей коэффициента Холла в сильных магнитных полях, доказано существование кластеров металлического In в слоях InN, выращенных в стехиометрических и In-обогащенных условиях.
3. С помощью электрофизических исследований определено процентное содержание металлического In в эпитаксиальных слоях InN, которое увеличивается от $(3\pm 1)\%$ до $(7\pm 1)\%$ при изменении условий роста МПЭ ПА от стехиометрических к металл-обогащенным. Увеличению температуры роста при постоянном отношении In/N также приводит к увеличению содержания нанокластеров In в слое InN. Минимальный размер кластеров In составляет 10 – 30 нм.
4. Показано, что аномальные зависимости коэффициента Холла от магнитного поля и сильный линейный эффект магнитосопротивления в пленках InN связаны с наличием в них кластеров металлического In. Определены технологические режимы роста пленок InN, при которых практически важный эффект магнитосопротивления максимален.
5. Показано, что для определения действительных значений концентрации и подвижности электронов в полупроводниковой матрице эпитаксиальных слоев

InN вместо стандартной методики измерений эффекта Холла - при одном значении магнитного поля, - требуется измерение зависимостей коэффициента Холла от магнитного поля и рассмотрение в рамках моделей для неоднородных материалов, учитывающих наличие кластеров In.

6. Впервые экспериментально определены транспортные параметры двумерных электронов в поверхностном аккумуляционном слое эпитаксиальных слоев InN, варьирующиеся в пределах $n_s = (1 \div 3) \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$ и $\mu_s = (400 \div 600) \text{ см}^2/\text{Вс}$, которые не обнаруживают явной зависимости от толщины слоев InN, условий их роста и легирования.

7. Показано, что поверхностный слой практически не оказывает влияние на электрические измерения пленок InN с высокой подвижностью электронов в полупроводниковой матрице InN ($> 1000 \text{ см}^2/\text{Вс}$). Его влияние становится заметным только в случае сильнокомпенсированных ($n \sim 10^{17} \text{ см}^{-3}$) эпитаксиальных слоев InN:Mg с небольшой подвижностью электронов.

8. Показано, что электроны, находящиеся в приинтерфейсном слое InN вблизи гетерограницы с буфером GaN, вносят существенный вклад в полную проводимость слоя InN, однако их движение не квантуется в сильных магнитных полях вследствие того, что расстояние между протяженными дефектами (прорастающими дислокациями) в данном слое меньше радиуса циклотронной орбиты электронов.

9. Обнаружено, что соотношение In/N = 1.1 является оптимальным для роста слоев InN с минимальной концентрацией ($\sim 1 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$) и максимальной подвижностью ($2500 \text{ см}^2/\text{Вс}$) электронов в объеме полупроводниковой матрицы InN.

10. Из температурной зависимости амплитуды осцилляций Шубникова – де Газа электронов в объемном слое InN определена эффективная циклотронная масса электронов на уровне Ферми. При концентрации $n = 10^{18} \text{ см}^{-3}$ она

составляет $0.06m_0$ и возрастает до $0.09m_0$ при увеличении концентрации свыше $n=10^{19} \text{ см}^{-3}$.

11. С помощью электрофизических измерений определено, что критическое содержание In в эпитаксиальных слоях InGaN, выращенных методом МПЭ ПА, при котором начинается спонтанное формирование кластеров металлического In, составляет $(38\pm 3)\%$ и не зависит от стехиометрических условий роста.

В заключении мне хочется выразить глубокую признательность тем, без кого данная работа была бы невозможна.

Прежде всего, моему научному руководителю, *Иванову Сергею Викторовичу*, чье постоянное внимание и участие, всесторонняя помощь и поддержка позволили реализовать представленную программу исследований и способствовали написанию диссертационной работы.

Моим коллегам-технологам, *Жмерику Валентину Николаевичу* и *Мизерову Андрею Михайловичу*, а также зарубежным коллегам, *Prof. Akihiko Yoshikawa* (Chiba University, Япония) и *Prof. Xinqiang Wang* (Peking University, Китай), - плодотворное взаимодействие с которыми позволило выполнить все поставленные в работе задачи.

Шахову Михаилу Александровичу и *Dr. Oleksiy Drachenko* (Dresden High Magnetic field Laboratory, Германия) за передачу опыта работы с сильными импульсными магнитными полями и помощь в проведении экспериментов. *Prof. Petriina Paturi* (Turku University, Финляндия) за предоставленную возможность проведения экспериментов в сильных магнитных полях.

Парфеньеву Роберту Васильевичу и *Шубиной Татьяне Васильевне* за постоянный интерес к работе и плодотворное обсуждение результатов.

Моим учителям: *Крейнину Сергею Михайловичу* и *Хохлову Дмитрию Ремовичу*, а также преподавателям физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова.

Заведующему нашей лабораторией, *Копьеву Петру Сергеевичу*, и моим коллегам: *Седовой Ирине Владимировне*, *Будза Алексею Анатольевичу*, *Лебедеву Антону Валентиновичу*, *Семенову Алексею Николаевичу*, *Сорокину Сергею Валерьевичу*, *Торопову Алексею Акимовичу*, *Терентьеву Якову Васильевичу*, *Соловьеву Виктору Алексеевичу*, *Мельцеру Борису Яковлевичу*, *Кайбышеву Вадиму Халитовичу*, *Климко Григорию Викторовичу*, *Гронину Сергею Вячеславовичу*, *Беляеву Кириллу Геннадьевичу*, *Мухину Михаилу Сергеевичу* - за поддержку и создание благоприятных условий для работы.

Список цитированной литературы

- 1*. K. Takahashi, A. Yoshikawa, A. Sandhu, Wide bandgap semiconductors. Fundamental properties and modern photonic and electronic devices.- Springer, Berlin Heidelberg New York, 2007.
- 2*. S.V. Ivanov, T.V. Shubina, V. N. Jmerik, V. A. Vekshin, P. S. Kop'ev, B. Monemar, Plasma-assisted MBE growth and characterization of InN on sapphire // *J. Cryst. Growth* – 2004 – V. 269 – P. 1-9.
- 3*. T.V. Shubina, S.V. Ivanov, V.N. Jmerik, D.D. Solnyshkov, V.A. Vekshin, P.S. Kop'ev, A. Vasson, J. Leymarie, A. Kavokin, H. Amano, K. Shimono, A. Kasic and B. Monemar, Mie Resonances, Infrared Emission, and the Band Gap of InN // *Phys. Rev. Lett.* – 2004 – V. 92 – P. 117407 (1-4).
- 4*. T.V. Shubina, V.A. Kosobukin, T.A. Komissarova, V.N. Jmerik, A.N. Semenov, B. Ya. Meltser, P.S. Kop'ev, S.V. Ivanov, A. Vasson, J. Leymarie, N.A. Gippius, T. Araki, T. Akagi, Y. Nanishi, Inconsistency of basic optical processes in plasmonic nanocomposites // *Phys. Rev. B* – 2009 – V. 79 – P. 153105 (1-4).
- 5*. S.C. Jain, M. Willander, J. Narayan, and R.V. Overstraeten, III-Nitides: Growth, characterization, and properties // *J. Appl. Phys.* – 2000 – Vol. 87 – P. 965–1006.
- 6*. S.J. Pearton, F. Ren, GaN electronics // *Adv. Mater.* – 2000 – Vol. 12 – P. 1571-1580.
- 7*. C.P. Foley, T.L. Tansley, Pseudopotential band structure of indium nitride // *Phys. Rev. B* – 1986 – Vol. 33 – P. 1430-1433.
- 8*. S.K. O'Leary, B.E. Foutz, M.S. Shur, U.V. Bhapkar, L.F. Eastman, Electron transport in wurtzite indium nitride // *J. Appl. Phys.* – 1998 – Vol. 83 – P. 826-829.
- 9*. E. Bellotti, B.K. Doshi, K.F. Brennan, J.D. Albrecht, P.P. Ruden, Ensemble Monte Carlo study of electron transport in wurtzite InN // *J. Appl. Phys.* – 1999 – Vol. 85 – P. 916-923.

- 10*. B.E. Foutz, S.K. O’Leary, M.S. Shur, L.F. Eastman, Transient electron transport in wurtzite GaN, InN, and AlN // *J. Appl. Phys.* – 1999 – Vol. 85 – P. 7727-7734.
- 11*. V.W.L. Chin, T.L. Tansley, and T. Osotchan, Electron mobilities in gallium, indium, and aluminum nitrides // *J. Appl. Phys.* – 1994 – Vol. 75 – P. 7365-7372.
- 12*. J. Hovel, J.J. Cuomo, Electrical and optical properties of rf-sputtered GaN and InN // *Appl. Phys. Lett.* – 1971 – Vol. 20 – P. 71-73.
- 13*. B.T. Sullivan, R.R. Parsons, K.L. Westra, and M.J. Brett, Optical properties and microstructure of reactively sputtered indium nitride thin films // *J. Appl. Phys.* – 1988 – Vol. 64 – P. 4144-4149.
- 14*. В.А.Тягай, А.М. Евстигнеев, А.Н. Краси́ко, А.Ф. Андреева, В.Я. Малахов, Свойства нитрида индия, выращенного методом реактивного распыления // *Физика и Техника Полупроводников* – 1977 – Т. 11 – С. 2142-2146.
- 15*. T.L. Tansley, C.P. Foley, Optical band gap of indium nitride // *J. Appl. Phys.* – 1986 – Vol. 59 – P. 3241-3244.
- 16*. I. Vurgaftman and J.R. Meyer, Band parameters for nitrogen-containing semiconductors // *J. Appl. Phys.* – 2003 – Vol. 94 – P. 3675-3696.
- 17*. J.W. Trainor, K. Rose, Some properties of InN films prepared by reactive evaporation // *J. Electron. Mater.* – 1974 – Vol. 3 – P. 821-828.
- 18*. Q. Guo, O. Kato, A. Yoshida, Thermal stability of indium nitride single crystal films // *J. Appl. Phys.* – 1993 – Vol. 73 – P. 7969-7971.
- 19*. O. Ambacher, M.S. Brandt, R. Dimitrov, T. Metzger, M. Stultzmann, R.A. Fisher, A. Miehler, A. Bergmaier, and G. Dollinger, Thermal stability and desorption of Group III nitrides prepared by metal organic chemical vapor deposition // *J. Vac. Sci. Technol. B* – 1996 – Vol. 14 – P. 3532-3543.
- 20*. S.Y. Karpov, Suppression of phase separation in InGaN due to elastic strain // *Internet J. Nitride Sem. Res.* – 1998 - V. 2 - Art. 45.

- 21*. A. Wakahara, A. Yoshida, Heteroepitaxial growth of InN by microwave-excited metalorganic vapor phase epitaxy // *J. Appl. Phys.* – 1989 – V. 54 – P. 709-711.
- 22*. Q. Guo, N. Yamamura, A. Yoshida, Structural properties of InN films grown on sapphire substrates by microwave-excited metalorganic vapor-phase epitaxy // *J. Appl. Phys.* – 1994 – V. 75 – P. 4927-4932.
- 23*. T. Tsuchiya, H. Yamano, O. Miki, A. Wakahara, A. Yoshida, Improvement of the Crystalline Quality of InN layers grown on sapphire (0001) by surface nitridation // *Jpn. J. Appl. Phys.* – 1999 – V. 38 – P. 1884-1887.
- 24*. A. Yamamoto, M. Tsujino, M. Chkubo, A. Hashimoto, Metalorganic chemical vapor deposition growth of InN for InN/Si tandem solar cell // *Solar Energy Materials and Solar Cells* – 1994 – V. 35 – P. 53-60.
- 25*. Y.-C. Pan, W.-H. Lee, C.-K. Chu, H.-C. Lin, C.-I. Chiang, H. Chang, D.-S. Lin, M.-C. Lee, W.-K. Chen, Influence of sapphire nitridation on properties of indium nitride prepared by metalorganic vapor phase epitaxy // *Jpn. J. Appl. Phys.* – 1999 – V. 38 – P. 645-648.
- 26*. A. Yamamoto, Y. Murakami, K. Koide, M. Adachi, A. Hashimoto, Growth temperature dependences of MOVPE InN on sapphire substrates // *Phys. Stat. Sol. b* – 2001 – V. 228 – P 5-8.
- 27*. S. Yamaguchi, M. Kariya, S. Nitta, T. Takeuchi, C. Wetzel, I. Akasaki, Structural properties of InN on GaN grown by metalorganic vapor-phase epitaxy // *J. Appl. Phys.* – 1999 – V. 85 – P. 7682-7688.
- 28*. J. Aderhold, V.Yu. Davydov, F. Fedler, H. Klausning, D. Mistele, T. Rotter, O. Semchinova, J. Stemmer, J. Graul, InN thin films grown by metalorganic molecular beam epitaxy on sapphire substrates // *J. Cryst. Growth* – 2001 – V. 222 – P. 701-705.
- 29*. Y. Saito, N. Teraguchi, A. Suzuki, T. Araki, Y. Nanishi, Growth of high-electron-mobility InN by RF molecular beam epitaxy // *Jpn. J. Appl. Phys.* – 2001 – V. 40 – P. L91-L93.

- 30*. H. Lu, W.J. Schaff, J. Hwang, H. Wu, G. Koley, L.F. Eastman, Effect of an AlN buffer layer on the epitaxial growth of InN by molecular-beam epitaxy // *Appl. Phys. Lett.* – 2001 – V. 79 – P. 1489-1491.
- 31*. T. Inushima, V.V. Mamutin, V.A. Vekshin, S.V. Ivanov, T. Sakon, M. Motokawa, S. Ohoya, Physical properties of InN with the band gap energy of 1.1 eV // *J. Cryst. Growth* – 2001 – V. 227-228 – P. 481-485.
- 32*. V.V. Mamutin, V.A. Vekshin, V.Yu. Davydov, V.V. Ratnikov, T.V. Shubina, V.V. Emtsev, S.V. Ivanov, P.S. Kop'ev, MBE growth of hexagonal InN films on sapphire with different initial growth stages // *Phys. Stat. Sol a* – 1999 – V. 176 – P. 247-252.
- 33*. V.Yu. Davydov, V.V. Emtsev, I.N. Goncharuk, A.N. Smirnov, V.D. Petricov, V.V. Mamutin, V.A. Vekshin, S.V. Ivanov, M.V. Smirnov, T. Inushima, Experimental and theoretical studies of phonons in hexagonal InN // *Appl. Phys. Lett.* – 1999 – V. 75 – P. 3297-3299.
- 34*. V.V. Ratnikov, V.V. Mamutin, V.A. Vekshin, S.V. Ivanov, X-ray diffractometric study of the influence of a buffer layer on the microstructure of molecular-beam epitaxial InN layers of different thicknesses // *Phys. Sol. State* – 2001 – V. 43 – P. 949-954.
- 35*. T.L. Tansley, C.P. Foley, Electron mobility in indium nitride // *Electron. Lett.* – 1984 – V. 20 – P. 1066-1068.
- 36*. V. Yu. Davydov, A.A. Klochikhin, R.P. Seisyan, V.V. Emtsev, S.V. Ivanov, F. Bechstedt, J. Furthermuller, H. Harima, A.V. Mudryi, J. Aderhold, O. Semchinova, J. Graul, Absorption and emission of hexagonal InN. Evidence of narrow fundamental band gap // *Phys. Stat. Sol. b* – 2002 – V. 229 – P. r1-r3.
- 37*. Y. Nanishi, Y. Saito, T. Yamaguchi, RF-molecular beam epitaxy growth and properties of InN and related alloys // *Jpn. J. Appl. Phys.* – 2003 – V. 42 – P. 2549-2559.
- 38*. V.Yu. Davydov, A.A. Klochikhin, V.V. Emtsev, S.V. Ivanov, V.V. Vekshin, F. Bechstedt, J. Furthmuller, H. Harima, A.V. Mudryi, A. Hashimoto, A.

- Yamamoto, A.J. Aderhold, J. Graul, E.E. Haller, Band gap of InN and In-rich $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ alloys ($0.36 < x < 1$) // *Phys. Stat. Sol. b* – 2002 – V. 230 – P. r4-r6.
- 39*. J. Wu, W. Walukiewicz, K.M. Yu, J.W. Ager III, E.E. Haller, H. Lu, W. Schaff, Y. Saito, Y. Nanishi, Unusual properties of the fundamental band gap of InN // *Appl. Phys. Lett.* – 2002 – V. 80 – P. 3967-3969.
- 40*. M. Higashiwaki, T. Matsui, Estimation of band-gap energy of intrinsic InN from photoluminescence properties of undoped and Si-doped InN films grown by plasma-assisted molecular-beam epitaxy // *J. Cryst. Growth* – 2004 – V. 269 – P. 162-166.
- 41*. D.B. Haddad, H. Dai, R. Naik, C. Morgan, V.M. Naik, J.S. Thakur, G.W. Auner, L.E. Wenger, H. Lu, W.J. Schaff, Optical and electrical properties of low to highly-degenerated InN films // *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* – 2004 – V. 798 – P. Y12.7.1-6.
- 42*. J. Wu, W. Walukiewicz, W. Shan, K.M. Yu, J.W. Ager III, S.X. Li, E.E. Haller, H. Lu, and W.J. Schaff, Temperature dependence of the fundamental band gap of InN // *J. Appl. Phys.* – 2003 – V. 94 – P. 4457-4460.
- 43*. B.R. Nag, On the band gap of indium nitride // *Phys. Stat. Sol. b* – 2003 – V. 237 – P. R1-R2.
- 44*. S.K. O’Leary, B.E. Foutz, M.S. Shur, and L.F. Eastman, The sensitivity of the electron transport within bulk wurtzite indium nitride to variations in the crystal temperature, the doping concentration, and the non-parabolicity coefficient: an updated Monte Carlo analysis // *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.* – 2010 – V. 21 – P. 218-230.
- 45*. J. Wu, W. Walukiewicz, W. Shan, K.M. Yu, J.W. Ager III, E.E. Haller, H. Lu, and W.J. Schaff, Effects of narrow band gap on the properties of InN // *Phys. Rev. B* – 2002 – V. 66 – P. 201403 (1-4).
- 46*. В.Ю. Давыдов, А.А. Клочихин, Электронные и колебательные состояния InN и твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ // *ФТП* – 2004 – Т. 38 – С. 897-936.

- 47*. K.S.A. Butcher, T.L. Tansley, InN, latest development and a review of the band-gap controversy // Superlattices and Microstructures – 2005 – V. 38 – P. 1-37.
- 48*. P.A. Anderson, T.E. Lee, C.E. Kendrick, W. Diehl, R.J. Kinsey, V.J. Kennedy, A. Markwitz, R.J. Reeves, S.M. Durbin, Structural and optical properties of indium nitride grown by plasma assisted molecular beam epitaxy // Proc. SPIE – 2004 – V. 5277 – P. 90-98.
- 49*. M. Kuball, J.W. Pomeroy, M. Wintrebert-Fouquet, K.S.A. Butcher, Hai Lu, W.J. Schaff, A Raman spectroscopy study of InN // J. Cryst. Growth – 2004 – V. 269 – P. 59-65.
- 50*. M. Yoshimoto, Y. Yamamoto, and J. Saraie, Fabrication of InN/Si heterojunctions with rectifying characteristics // Phys. Stat. Sol. c – 2003 – V. 0 – P. 2794-2797.
- 51*. A.L. Efros and B.L. Shklovskii, Electronic Properties of Doped Semiconductors. - Springer, Heidelberg, 1989.
- 52*. C. Stampfl, C.G. Van de Walle, D. Vogel, P. Kruger, and J. Pollmann, Native defects and impurities in InN: First-principles studies using the local-density approximation and self-interaction and relaxation-corrected pseudopotentials // Phys. Rev. B – 2000 – V. 61 – P. R7847-7850.
- 53*. S.V. Ivanov, V.N. Jmerik, in: T. Paskova, B. Monemar, (Eds.), Vacuum Science and Technology: Nitrides as seen by the Technology. - Research Signpost, Trivandrum, 2002.
- 54*. H. Saitoh, W. Utsumi, and K.Aoki, Decomposition of InN at high pressures and temperatures and its thermal instability at ambient conditions // J. Cryst. Growth – 2008 – V. 310 – P. 473-476.
- 55*. T.P. Bartel, C. Kisielowski, P. Specht, T.V. Shubina, V.N. Jmerik, and S.V. Ivanov, High resolution transmission electron microscopy of InN // Appl. Phys. Lett. – 2007 – V. 91 – P. 101908 (1-3).
- 56*. T.V. Shubina, S.V. Ivanov, V.N. Jmerik, M.M. Glazov, A.P. Kalvarskii, M.G. Tkachman, A. Vasson, J. Leymarie, A. Kavokin, H. Amano, I. Akasaki, K.S.A.

- Butcher, Q. Guo, B. Monemar, and P.S. Kop'ev, Optical properties of InN with stoichiometry violation and indium clustering // *Phys. Stat. Sol. a* – 2005 – V. 202 – P. 377-382.
- 57*. T.V. Shubina, S.V. Ivanov, V.N. Jmerik, A.A. Toropov, A. Vasson, J. Leymarie, and P.S. Kop'ev, Plasmonic effects in InN-based structures with nano-clusters of metallic indium // *Phys. Stat. Sol. a* – 2006 – V. 203 – P. 13-24.
- 58*. S.P. Fu, T.J. Lin, W.S. Su, C.Y. Shieh, Y.F. Chen, C.A. Chang, N.C. Chen, P.H. Chang, Influence of hydrogenation on surface morphologies, transport, and optical properties of InN epilayers // *J. Appl. Phys.* – 2006 – V. 99 – P. 126102 (1-3).
- 59*. T. Ive, O. Brandt, M. Ramsteiner, M. Giebler, H. Kostial, and K.H. Ploog, Properties of InN layers grown on 6H-SiC(0001) by plasma-assisted molecular beam epitaxy // *Appl. Phys. Lett.* – 2004 – V. 84 – P. 1671-1673.
- 60*. G. Koblmüller, C.S. Gallinat, S. Bernardis, J.S. Speck, G.D. Chern, E.D. Readinger, H. Shen, M. Wraback, Optimization of the surface and structural quality of N-face InN grown by molecular beam epitaxy // *Appl. Phys. Lett.* – 2006 – V. 89 – P. 071902 (1-3).
- 61*. C. Stampfl, C. G. Van der Walle, D. Vogel, P. Krueger, and J. Pollmann, Native defects and impurities in InN: First-principles studies using the local-density approximation and self-interaction and relaxation-corrected pseudopotentials // *Phys. Rev. B* – 2000 – V. 61 – P. R7846-R7849.
- 62*. D. W. Jenkins and J. D. Dow, Electronic structures and doping of InN, $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ and $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ // *Phys. Rev. B* – 1989 – V. 39 – P. 3317-3329.
- 63*. T.L. Tansley, R.J. Egan, Point-defect energies in the nitrides of aluminum, gallium, and indium // *Phys. Rev. B* – 1992 – V. 45 – P. 10942-10950.
- 64*. M. Yoshimoto, H. Yamamoto, W. Huang, H. Harima, J. Saraie, A. Chayahara, and Y. Horino, Widening of optical bandgap of polycrystalline InN with a few percent incorporation of oxygen // *Appl. Phys. Lett.* – 2003 – V. 83 – P. 3480-3482.

- 65*. C.S. Gallinat, G. Koblmuller, J.S. Speck, The role of threading dislocations and unintentionally incorporated impurities on the bulk electron conductivity of In-face InN // *Appl. Phys. Lett.* – 2009 – V. 95 – P. 022103 (1-3).
- 66*. J. Wu, W. Walukiewicz, S. X. Li, R. Armitage, J. C. Ho, E. R. Weber, E.E. Haller, H. Lu, W. J. Schaff, A. Barcz, and R. Jakiela, Effects of electron concentration on the optical absorption edge of InN // *Appl. Phys. Lett.* – 2004 – V. 84 – P. 2805-2807.
- 67*. H. Wang, D.S. Jiang, L.L. Wang, X. Sun, W.B. Liu, D.G. Zhao, J.J. Zhu, Z.S. Liu, Y.T. Wang, S.M. Zhang, H. Yang, Investigation on the structural origin of n-type conductivity in InN films // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 2008 – V. 41 – P. 135403 (1-5).
- 68*. V. Darakchieva, T. Hofmann, M. Schubert, B.E. Sernelius, B. Monemar, P.O.A. Persson, F. Giuliani, E. Alves. H. Lu, W.J. Schaff, Free electron behavior in InN: On the role of dislocations and surface electron accumulation // *Appl. Phys. Lett.* – 2009 – V. 94 – P. 022109 (1-3).
- 69*. I. Mahboob, T.D. Veal, C.F. McConville, H. Lu, and W.J. Schaff, Intrinsic electron accumulation at clean InN surfaces // *Phys. Rev. Lett.* – 2004 – V. 92 – P. 036804 (1-4).
- 70*. K.A. Rickert, A.B. Ellis, F.J. Himpsell, H. Lu, W. Schaff, J.M. Redwing, F. Dwikusuma, and T.F. Kuech, X-ray photoemission spectroscopic investigation of surface treatments, metal deposition, and electron accumulation on InN // *Appl. Phys. Lett.* – 2003 – V. 82 – P. 3254-3256.
- 71*. J.W.L. Yim, R.E. Jones, K.M. Yu, J.W. Ager III, W. Walukiewicz, W.J. Schaff, and J. Wu, Effects of surface states on electrical characteristics of InN and $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ // *Phys. Rev. B* – 2007 – V. 76 – P. 041303 (1-4).
- 72*. J. Wu, When group-III nitrides go infrared: New properties and perspectives // *J. Appl. Phys.* – 2009 – V. 106 – P. 011101 (1-28).
- 73*. V. Cimalla, V. Lebedev, F.M. Morales, R. Goldhahn, O. Ambacher, Model for thickness dependence of electron concentration in InN films // *Appl. Phys. Lett.* – 2006 – V. 89 – P. 172109 (1-3).

- 74*. H. Lu, W.J. Schaff, L.F. Eastman, C.E. Stutz, Surface charge accumulation of InN films grown by molecular-beam epitaxy // *Appl. Phys. Lett.* – 2003 – V. 82 – P. 1736-1738.
- 75*. C.H. Swartz, R.P. Tompkins, N.C. Giles, T.H. Myers, H. Lu, W.J. Schaff, L.F. Eastman, Investigation of multiple carrier effect in InN epilayers using variable magnetic field Hall measurements // *J. Cryst. Growth* – 2004 – V. 269 – P. 29-34.
- 76*. I. Vurgaftman, J.R. Meyer, C.A. Hoffman, D. Redfern, J. Antoszewski, L. Farone, J.R. Lindemuth, Improved quantitative mobility spectrum analysis for Hall characterization // *J. Appl. Phys.* – 1998 – V. 84 – P. 4966-4973.
- 77*. T.B. Fehlberg, C.S. Gallinat, G.A. Umana-Membreno, G. Koblmuller, B.D. Nener, J.S. Speck, and G. Parish, Effect of MBE growth conditions on multiple electron transport in InN // *J. Electr. Mat.* – 2008 – V. 37 – P. 593-596.
- 78*. N. Miller, J.W. Ager III, H.M. Smith III, M.A. Mayer, K.M. Yu, E.E. Haller, W. Walukiewicz, W.J. Schaff, C. Gallinat, G. Koblmuller, and J.S. Speck, Hole transport and photoluminescence in Mg-doped InN // *J. Appl. Phys.* – 2010 – V. 107 – P. 113712 (1-8).
- 79*. V.V. Mamutin, V.A. Vekshin, V.Yu. Davydov, V.V. Ratnikov, Yu.A. Kudriavtsev, B.Ya. Ber, V.V. Emtsev, and S.V. Ivanov, Mg-doped hexagonal InN/Al₂O₃ films grown by MBE // *Phys. Stat. Sol. a* – 1999 – V. 176 – P. 373-378.
- 80*. P.A. Anderson, C.H. Swartz, D. Carder, R.J. Reeves, S.M. Durbin, S. Chandril, and T.H. Myers, Buried p-type layers in Mg-doped InN // *Appl. Phys. Lett.* – 2006 – V. 89 – P. 184104 (1-3).
- 81*. X. Wang, S.-B. Che, Y. Ishitani, and A. Yoshikawa, Hole mobility in Mg-doped p-type InN films // *Appl. Phys. Lett.* – 2008 – V. 92 – P. 132108 (1-3).
- 82*. R.E. Jones, K.M. Yu, S.X. Li, W. Walukiewicz, J.W. Ager, E.E. Haller, H. Lu, and W.J. Schaff, Evidence of p-type doping InN // *Phys. Rev. Lett.* – 2006 – V. 96 – P. 125505 (1-4).

- 83*. X. Wang, S.-B. Che, Y. Ishitani, and A. Yoshikawa, Systematic study on p-type doping control of InN with different Mg concentrations in both In and N polarities // *Appl. Phys. Lett.* – 2007 – V. 91 – P. 242111 (1-3).
- 84*. L.H. Dmowski, M. Baj, T. Suski, J. Przybytek, R. Czernecki, X. Wang, A. Yoshikawa, H. Lu, W.J. Schaff, D. Muto, and Y. Nanishi, Search for free holes in InN:Mg-interplay between surface layer and Mg-acceptor doped interior // *J. Appl. Phys.* – 2009 – V. 105 – P. 123713 (1-5).
- 85*. T.A. Komissarova and S.V. Ivanov, Comment on “Hole transport and photoluminescence in Mg-doped InN” [Miller et al., *J. Appl. Phys.*, 107, 113712 (2010)] // [arXiv:1101.1494v1](https://arxiv.org/abs/1101.1494v1) [cond-mat.mtrl-sci].
- 86*. T. Inushima, M. Higashiwaki, T. Matsui, T. Takenobu, and M. Motokawa, Electronic structure of InN observed by Shubnikov-de Haas measurements // *Phys. Stat. Sol. c* – 2003 – V. 0 - P. 2822-2825.
- 87*. T. Inushima, M. Higashiwaki, T. Matsui, T. Takenobu, and M. Motokawa, Electron density dependence of the electronic structure of InN epitaxial layers grown on sapphire (0001) // *Phys. Rev. B* – 2005 – V. 72 – P. 085210 (1-10).
- 88*. M. Goiran, M. Millot, J.-M. Poumirol, I. Gherasoiu, W. Walukiewicz, and J. Leotin, Electron cyclotron effective mass in indium nitride // *Appl. Phys. Lett.* – 2010 – V. 96 – P. 052117 (1-3).
- 89*. O. Ambacher, Growth and applications of Group III-nitrides // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 1998 – V. 31 – P. 2653-2710.
- 90*. H. Chen, R.M. Feenstra, J.E. Northrup, T. Zywietz, and J. Neugebauer, Spontaneous formation of indium-rich nanostructures on InGaN (0001) surfaces // *Phys. Rev. Lett.* – 2000 – V. 85 – P. 1902-1905.
- 91*. J.E. Northrup, L.T. Romano, and J. Neugebauer, Surface energies, pit formation, and chemical ordering in InGaN alloys // *Appl. Phys. Lett.* – 1999 – V. 74 – P. 2319-2321.
- 92*. Y.-T. Moon, D.-J. Kim, J.-S. Park, J.-T. Oh, J.-M. Lee, Y.-W. Ok, H. Kim, and S.-J. Park, Temperature dependence of photoluminescence of InGaN films

- containing In-rich quantum dots // *Appl. Phys. Lett.* – 2001 – V. 79 – P. 599-601.
- 93*. F.B. Naranjo, M.A. Sanchez-Garcia, F. Calle, E. Calleja, B. Jenichen, and K.H. Ploog, Strong localization in InGaN layers with high In content grown by molecular-beam epitaxy // *Appl. Phys. Lett.* – 2002 – V. 80 – P. 231-233.
- 94*. S.F. Chichibu, A. Uedono, T. Onuma, B.A. Haskell, A. Chakraborty, T. Koyama, P.T. Fini, S. Keller, S.P. Denbaars, J.S. Speck, U.K. Mishra, S. Nakamura, S. Yamaguchi, S. Kamiyama, H. Amano, I. Akasaki, J. Han, and T. Sota, Origin of defect-insensitive emission probability in In-containing (Al, In, Ga)N alloy semiconductors // *Nature materials* – 2006 – V. 5 – P 810-816.
- 95*. K.P. O'Donnell, R.W. Martin, and P.G. Middleton, Origin of luminescence from InGaN diodes // *Phys. Rev. Lett.* – 1999 – V. 82 – P. 237-240.
- 96*. T. V. Shubina, S. V. Ivanov, V. N. Jmerik, A. M. Mizerov, J. Leymarie, A. Vasson, B. Monemar, and P. S. Kop'ev, Inhomogeneous InGaN and InN with In-enriched Nanostructures // *AIP Conf. Proc.* – 2007 – V. 893 – P. 269-272.
- 97*. J. Wu, W. Walukiewicz, K.M. Yu, J.W. Ager, E.E. Haller, H. Lu, W.J. Schaff, Small band gap bowing in $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ alloys // *Appl. Phys. Lett.* – 2002 – V. 80 – P. 4741-4743.
- 98*. A. Yildiz, K.M. Ozturk, M. Bosi, S. Ozelik, and M. Kasap, Structural, electrical and optical characterization of InGaN layers grown by MOVPE // *Chinese Physics B* – 2009 – V. 18 – P. 4007-4012.
- 99*. B.N. Pantha, A. Sedhain, J. Li, J.Y. Lin, and H.X. Jiang, Electrical and optical properties of p-type InGaN // *Appl. Phys. Lett.* – 2009 – V. 95 – P. 261904 (1-3).
- 100*. J.W. Ager III, R.E. Jones, D.M. Yamaguchi, K.M. Yu, W. Walukiewicz, S.X. Li, E.E. Haller, H.Lu, and W.J. Schaff, p-type InN and In-rich InGaN // *Phys. Stat. Sol. b* – 2007 – V. 244 – P. 1820-1824.
- 101*. R. Goldhahn, S. Shokhovets, V. Cimalla, L. Spiess, G. Ecke, O.Ambacher, J. Furthmuller, F. Bechstedt, H. Lu, W.J. Schaff, Dielectric function of «narrow» band gap InN // *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* – 2003 – V. 743 – P. L.5.9.1.

- 102*. L.J. Van der Pauw, A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape // Philips Res. Repts. -1958 – V. 13 – P. 1-9.
- 103*. Е.В. Кучис, Методы исследования эффекта Холла - «Сов. Радио», Москва, 1974.
- 104*. S. Zherlitsyn, T. Herrmannsdoerfer, Y. Skourski, A. Sytcheva, and J. Wosnitza, Pulsed-magnet design at the Dresden High Magnetic Field Laboratory // J. Phys.: Conf. Ser. – 2006 – V. 51 – P. 583-586.
- 105*. W.L. McMillan, Transition temperature of strong-coupled superconductors // Phys. Rev – 1968 – V. 167 – P. 331-344.
- 106*. S. Matsuo, H. Sugiura, S. Noguchi, Superconducting transition temperature of aluminum, indium and lead fine particles // J. Low Temp. Phys. – 1974 – V. 15 – P. 481-490.
- 107*. V.L. Ginzburg, On the destruction and the onset of superconductivity in a magnetic field // Sov. Phys. JEPT – 1958 – V. 34 – P. 78-83.
- 108*. J. Antoszewski, D.J. Seymour, L. Faraone, J.R. Meyer, and C.A. Hoffman, Magneto-transport characterization using quantitative mobility-spectrum analysis // J. Electron. Mat. – 1995 – V. 24 – P. 1255-1262.
- 109*. C.M. Wolfe and G.E. Stillman, Anomalously high “mobility” in semiconductors // Appl. Phys. Lett. – 1971 – V. 18 – P. 205-208.
- 110*. M.M. Parish and P.P. Littlewood, Non-saturating magnetoresistance in heavily disordered semiconductors // Nature – 2003 – V. 426 – P. 162-166.
- 111*. G. Beck and J. Janek, Negative and linear positive magnetoresistance effect in silver-rich silver selenide // Solid State Sci. – 2008 – V. 10 – P. 776-789.
- 112*. J.B. Sampsell and J.C. Garland, Current distortion effects and linear magnetoresistance of inclusions in free-electron metals // Phys. Rev. B – 1976 – V. 13 – P. 583-589.
- 113*. C.M. Wolfe, G.E. Stillman, J.A. Rossi, High apparent mobility in inhomogeneous semiconductors // J. Electrochem. Soc.: Solid-State Science and Technology – 1972 – V. 119 – P. 250-255.

- 114*. T.V. Shubina, M.M. Glazov, S.V. Ivanov, A. Vasson, J. Leymarie, B. Monemar, T. Araki, H. Naoi, Y. Nanishi, Effect of non-stoichiometry and compensation on fundamental parameters of heavily-doped InN // *Phys. Stat. Sol. c* – 2007 – V. 4 – P. 2474-2477.
- 115*. A.A. Abrikosov, Quantum magnetoresistance // *Phys. Rev. B* – 1998 – V. 58 – P. 2788-2794.
- 116*. S.A. Bulgadaev, F.V. Kusmartsev, Large linear magnetoresistivity in strongly inhomogeneous planar and layered systems // *Phys. Lett. A* – 2005 – V. 342 – P. 188-195.
- 117*. C.R. Hammond in *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, edited by D.R. Lide. - CRC Press/Taylor and Francis, Boca Raton, FL, 1995.
- 118*. K. Seeger, *Semiconductor Physics* (5th ed.) *Solid-State Sciences* (V. 40). - Springer-Verlag, Berlin, 1991.
- 119*. R.D. Brown, Shubnikov-de Haas measurements in Bismuth // *Phys. Rev. B* – 1970 – V. 2 – P. 928-938.
- 120*. Z. Liliental-Weber, M.E. Hawkrigde, X. Wang, and A. Yoshikawa, Structural differences in Mg-doped InN – indication of polytypism // *Phys. Stat. Sol c* – 2010 – V. 7 – P. 2025-2028.
- 121*. Е.В. Кучис, Гальваномагнитные явления и методы их исследования. - Радио и связь, Москва, 1990.
- 122*. R.T. Bate, J.C. Bell, and A.C. Beer, Influence of magnetoconductivity discontinuities on galvanomagnetic effects in indium antimonide // *J. Appl. Phys.* – 1961 – V. 32 – P. 806-814.
- 123*. R.T. Bate and A.C. Beer, Influence of conductivity gradients on galvanomagnetic effects in semiconductors // *J. Appl. Phys.* – 1961 – V. 32 – P. 800-805.

Основные работы, включенные в диссертацию

1. Т.А. Комиссарова, Н.Н. Матросов, Л.И. Рябова, Д.Р. Хохлов, В.Н. Жмерик, С.В. Иванов, Особенности электрофизических свойств твердых растворов $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ // Физика и техника полупроводников – 2007 – Т. 4 – С. 558-560.
2. T.A. Komissarova, D.S. Plotnikov, V.N. Jmerik, T.V. Shubina, A.M. Mizerov, A.N. Semenov, S.V. Ivanov, L.I. Ryabova, and D.R. Khokhlov, Electrical properties and optical absorption in $\text{InN}:\text{In}$ structures // Phys. Stat. Sol. c – 2008 – V. 5 – P. 1621-1623.
3. T.A. Komissarova, T.V. Shubina, V.N. Jmerik, S.V. Ivanov, L.I. Ryabova, D.R. Khokhlov, A. Vasson, J. Leymarie, T. Araki, Y. Nanishi, Electrical and optical properties of InN with periodic metallic In insertions // Физика и техника полупроводников – 2009 – Т. 43 – С. 304-307.
4. T.A. Komissarova, M.A. Shakhov, V.N. Jmerik, T.V. Shubina, R.V. Parfeniev, S.V. Ivanov, X. Wang, and A. Yoshikawa, Abnormal magnetic-field dependence of Hall coefficient in InN epilayers // Appl. Phys. Lett. – 2009 – V. 95 – P. 012107 (1-3).
5. T.A. Komissarova, R.V. Parfeniev, S.V. Ivanov, Comment on «Superconductivity in heavily compensated Mg-doped InN » [Appl. Phys. Lett. 94, 142108 (2009)] // Appl. Phys. Lett. – 2009 – V. 95 – P. 086101 (1-2).
6. T.A. Komissarova, M.A. Shakhov, V.N. Jmerik, R.V. Parfeniev, P. Paturi, X. Wang, A. Yoshikawa, and S.V. Ivanov, Large magnetoresistance in InN epilayers // Phys. Rev. B – 2010 – V. 82 – P. 245204 (1-4).
7. Т.А. Комиссарова, О. Драченко, В.Н. Жмерик, X. Wang, А. Yoshikawa, С.В. Иванов, Вклад поверхностного и интерфейсного слоев в проводимость InN // XV Международный Симпозиум "Нанозифика и наноэлектроника" 14 – 18 марта, Нижний Новгород, Россия – 2011 – С. 103.