

©1994 г.

ИССЛЕДОВАНИЕ ГЕТЕРОСТРУКТУРЫ $\text{InGaAs}/\text{GaAs}$ (100) МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

*Р.М.Имамов, А.А.Ломов, В.П.Сироченко, А.С.Игнатьев,
В.Г.Мокеров, Г.З.Немцев, Ю.В.Федоров*

Институт кристаллографии Российской академии наук,
117333, Москва, Россия

(Получена 26 мая 1993 г. Принята к печати 14 февраля 1994 г.)

Методом асимптотической брэгговской дифракции определены структурные характеристики и концентрация In в субмикронной (200 Å) пленке $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке GaAs (100). Экспериментально обнаружено наличие переходного слоя на границе пленка-подложка толщиной 20 Å и предложена модель, объясняющая его возникновение.

В последнее время достигнуты значительные успехи в разработке полевых транзисторов на основе гетероструктур с селективным легированием (ГСЛПТ) в изоморфной системе $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}-\text{In}_z\text{Al}_{1-z}\text{As}$ при выращивании на подложках InP [1,2]. Однако выращивание структур для ГСЛПТ на полужолирующих подложках InP методом молекулярно-лучевой эпитаксии осложняется испарением компенсирующей примеси Fe из подложки, значительной хрупкостью, высокой стоимостью подложек InP , а также трудностями получения подложек InP большого диаметра. В настоящее время большой интерес исследователей вызывают напряженные псевдоморфные гетероструктуры $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}-\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}/\text{GaAs}$, открывающие более широкие возможности для управления зонной структурой по сравнению с традиционными изоморфными гетероструктурами $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ [3,4]. Для таких псевдоморфных структур несоответствие параметров решеток составляет около 1% для $x = 0.15$. Вследствие этого приграничные осажденные атомные слои являются напряженными и по параметру решетки вдоль поверхности соответствуют подложке. При этом формируется когерентная граница раздела. Когда толщина эпитаксиального слоя увеличивается, энергия гомогенно распределенного упругого поля достигает некоторой критической величины, при которой энергетически более предпочтительным является появление дислокаций несоответствия. При этом релаксация упругих напряжений с образованием дислокационной сетки несоответствия в большинстве случаев приводит к деградации электрических и оптических характеристик прибо-

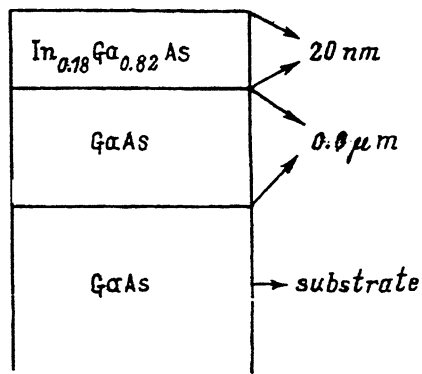


Рис. 1. Схематическое изображение гетероструктуры.

ров [5–7]. Точное определение толщины l_{cr} многокомплектной пленки, при которой происходит образование дислокаций несоответствия, оказывается трудной задачей. В связи с этим для отработки технологии роста большой интерес представляет исследование границы раздела в гетероструктуре $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}-\text{GaAs}$.

Данная работа посвящена рентгенодифракционному исследованию такой гетероструктуры, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии на установке MBE-1000 Ribet (Франция). На полуизолирующей подложке GaAs (100) с разориентацией 3° сначала выращивался нелегированный буферный слой GaAs толщиной $0,6 \text{ мкм}$, а затем нелегированный слой $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ толщиной 20 нм (рис. 1). Слой GaAs выращивался при температуре подложки 620°C , а слой $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ — при 520°C . Изменение температуры подложки производилось в атмосфере мышьяка.

Контроль состава эпитаксиального слоя InGaAs осуществлялся методом вторично-ионной масс-спектропии (ВИМС) на приборе IMS-4F Cameca. Для калибровки относительной чувствительности прибора использовались эталонные образцы состава $\text{In}_{0.24}\text{Ga}_{0.76}\text{As}$. При послойном анализе состава тонких эпитаксиальных структур методом ВИМС, как известно [8], возникают проблемы, связанные с искажением профилей в результате процессов перемешивания первичным пучком атомов поверхности и примеси (имплантация атомов отдачи) и развитием рельефа поверхности в процессе распыления. В данном случае развитие рельефа несущественно, поскольку толщина анализируемого слоя ($\approx 20 \text{ нм}$) меньше толщины, характерной для начала процесса формирования рельефа [8]. Поэтому в данном случае основной задачей являлась минимизация эффекта перемешивания. С этой целью травление образца проводилось ионами низких энергий ($1,2\text{--}1,5 \text{ кэВ}$) под скользящим углом падения ($75\text{--}80^\circ$ относительно нормали), когда нормальная составляющая энергии пучка не превосходит $70\text{--}100 \text{ эВ}$. В этом режиме достигнуто разрешение 6 \AA при измерении концентрационного профиля по In.

Результаты послойного анализа в виде зависимости сигнала I от времени травления t показаны на рис. 2. Полученный псевдоморфный эпитаксиальный слой имеет постоянный по толщине состав. С использованием значений интенсивностей токов компонент, приведенных на

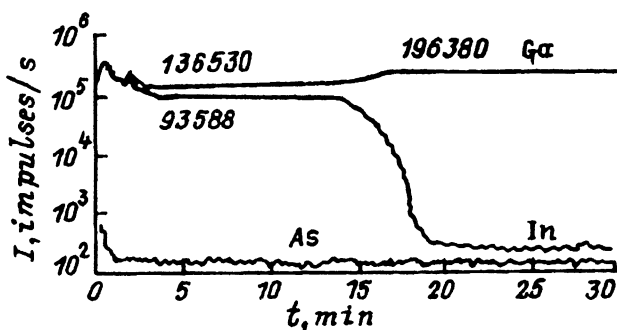


Рис. 2. Послойный анализ пленки $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ методом ВИС.

рисунке, рассчитанная относительная концентрация In в исследуемой пленке $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ оказалась равной $x = 0.18$.

Для получения детальной информации о совершенстве структуры пленки и границы раздела пленка-подложка использовался метод асимптотической брэгговской дифракции. Особенностью этой методики, основанной на применении трехкристального рентгеновского спектрометра, является высокое соотношение сигнал-шум при регистрации слабой интенсивности отраженного от исследуемого кристалла рентгеновского излучения. Это позволяет выделить чисто дифракционное рассеяние и регистрировать его интенсивность при отклонениях от точного угла Брэгга на несколько градусов. При этом появляется возможность анализа структуры тонких приповерхностных или переходных слоев практически с монослойным разрешением [9].

Кривые дифракционного отражения и спектры асимптотической брэгговской дифракции записывались на трехкристальном рентгеновском спектрометре [9]. Исследовалось отражение (400) от образца $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$. В качестве монохроматора и анализатора выбирались совершенные монокристаллы Ge (100). Кристаллы устанавливались в параллельное бездисперсионное положение. В качестве источника была использована линейная проекция излучения рентгеновской трубки с медным анодом мощностью 1.2 кВт. Пучок рентгеновских лучей от источника после отражения от кристалла-монохроматора ограничивался стоящей за ним щелью шириной 0.15 мм и высотой 4 мм и имел степень монохроматизации $\Delta\lambda/\lambda \approx 3.9 \cdot 10^{-4}$.

На рис. 3 представлены угловые зависимости коэффициента отражения P_r от исследуемого образца, записанные в двух- и трехкристальной схемах дифракции (a и b соответственно). Помимо максимума от подложки при угле $\theta_B = 33.02^\circ$ на «хвостах» интенсивности отражения при отклонении на угол $\Delta\theta = -3550''$ наблюдается дополнительный дифракционный максимум, соответствующий отражению от выраженной на поверхности кристалла GaAs пленки $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. Однако использование трехкристального метода регистрации позволяет помимо основного максимума надежно регистрировать дополнительные осцилляции, соответствующие интерференционным лауэвским биениям. Как будет показано далее, именно эти осцилляции дают информацию о параметрах переходного слоя подложка-пленка.

Отражение рентгеновских лучей от пленки является достаточно слабым (см. рис. 3, точки a) и может быть описано в рамках кине-

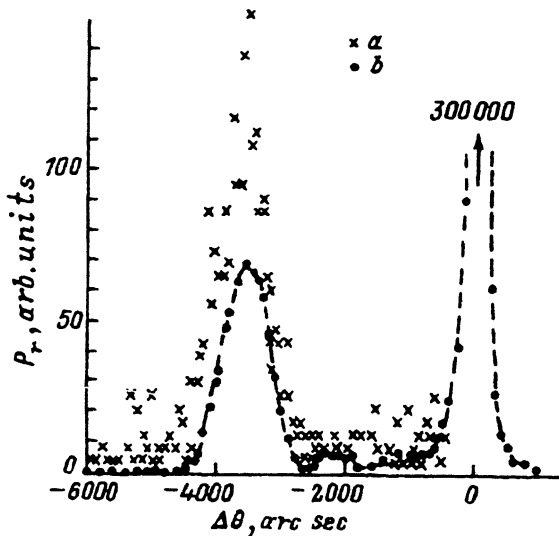


Рис. 3. Угловые зависимости коэффициента отражения P_r : по двухкристалльным кривым дифракционного отражения (а) и с использованием метода трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии (б).

матического приближения [9], справедливость которого, однако, нарушается в окрестности дифракционного пика от подложки. Согласно данному приближению, толщину выращенной пленки L_f можно определить из формулы

$$L_f = \lambda / 2\pi \cos(\theta_B) \Delta\theta, \quad (1)$$

где λ — длина волны используемого излучения, θ_B — угол, соответствующий максимуму отражения от пленки, $\Delta\theta$ — период осцилляций $\Delta\theta_o$ или полуширина $\Delta\theta_h$ дифракционного максимума. Подстановка соответственно значений $\Delta\theta_o$ и $\Delta\theta_h$ в формулу (1) приводит к следующим значениям: $L_{fh} = (210 \pm 12) \text{ \AA}$ и $L_{fo} = (210 \pm 24) \text{ \AA}$. Хорошее совпадение значений толщин пленок при $\Delta\theta_h$ и $\Delta\theta_o$ позволяет достаточно надежно определить среднее значение толщины пленки и судить о совершенстве структуры выращенной пленки. Действительно, наличие значительного количества малоугловых границ привело бы к увеличению ширины дифракционного максимума $\Delta\theta_h$ и не повлияло бы на величину $\Delta\theta_o$.

Концентрацию (x) индия в пленке можно определить по закону Вегарда, зная величину несоответствия периодов решетки пленки $a_1(x)$ и подложки a_0 :

$$\Delta a(x)/a_0 = -\text{ctg}(\theta_B) \Delta\theta, \quad (2)$$

где $\Delta\theta$ — угловое расстояние между дифракционными максимумами от подложки и пленки, $\Delta a(x) = a_1(x) - a_0$. Для определения $a_1(x)$ записывались серии кривых дифракционного отражения с использованием симметричного (400) и асимметричного (511) отражения. Были определены относительные изменения параметра решетки пленки параллельно $\Delta a_1^{\parallel}/a_0$ и перпендикулярно $\Delta a_1^{\perp}/a_0$ поверхности образца, а также угол разориентации φ кристаллических плоскостей (100) пленки относительно соответствующих плоскостей подложки. Значения этих параметров оказались равными: $\varphi = 300''$, $\Delta a_1^{\parallel}/a_0 \approx 0$ и $\Delta a_1^{\perp}/a_0 \approx 2.8 \cdot 10^{-2}$. Равенство $\Delta a'' \approx 0$ свидетельствует как об от-

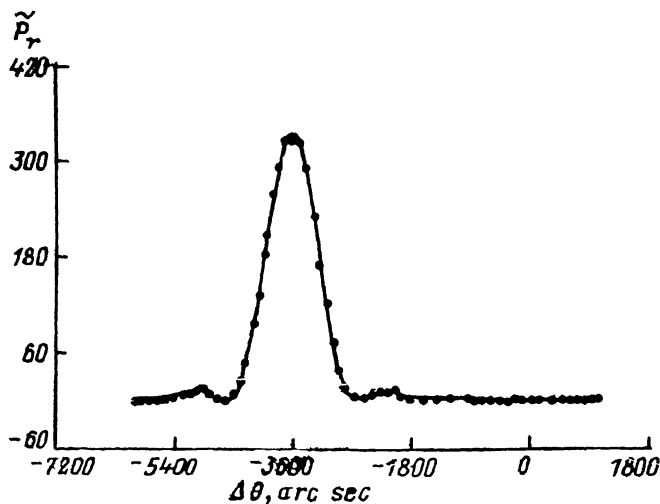


Рис. 4. Угловые зависимости приведенного коэффициента отражения \tilde{P}_r для исследуемого образца $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$: точки — теория, сплошная линия — эксперимент. Излучение $\text{Cu } K_\alpha$, отражение (400).

сутствии сетки дислокаций несоответствия в пленке, так и о необходимости учета тетрагональных искажений кристаллической решетки пленки при определении концентрации индия.

Несмотря на заметное различие (до 30%) значений упругих постоянных для GaAs и InAs, коэффициенты коррекции K [10] для этих материалов практически не отличаются:

$$K \cdot \Delta a^\perp / a_0 = \Delta a_f(x) / a_0, \quad (3)$$

где $\Delta a_f(x) / a_0$ — относительное изменение параметра решетки пленки по сравнению с подложкой в релаксированном состоянии. Для ориентации подложки (100) $K = 0.525$, что соответствует значению $x \approx 0.17$. В вычислениях мы использовали для GaAs и InAs параметры решетки 5.6534 и 6.0584 Å соответственно.

Более подробную информацию о параметрах структуры пленки $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ и, в особенности, переходного слоя пленка-подложка можно получить моделированием угловых зависимостей коэффициента отражения от образца P_r или приведенного коэффициента отражения $\tilde{P}_r = P_r \cdot \Delta\theta^2$, где $\Delta\theta = \theta - \theta_B$. Экспериментальные и теоретические угловые зависимости приведенного коэффициента отражения показаны на рис. 4. При моделировании теоретической кривой [9] особое внимание уделялось совпадению величин и угловых положений дополнительных осцилляций. Наилучшее совпадение экспериментальных и теоретических \tilde{P}_r было достигнуто с учетом переходного слоя пленка-подложка толщиной (20 ± 2) Å. Заметим, что попытки моделирования \tilde{P}_r с учетом только пленки на поверхности подложки не привели к достаточно хорошему согласию.

Результаты расчетов параметров структуры пленки и переходного слоя представлены в таблице. Остановимся на приведенных в таблице

	$L, \text{Å}$	$\exp\{-w\}$	$\Delta a/a_0$ (400)	x (Рентгеновская дифракция)	x (ВИМС)
Пленка	182	0.792	$2.9 \cdot 10^{-2}$	0.17	0.18
Переходная область пленка-подложка	21	1	$1.4 \cdot 10^{-2}$	0.08	—

величинах более подробно. Видно, что суммарная толщина слоя на поверхности равна $\approx 200 \text{ Å}$. Значительное отличие от единицы статистического фактора Дебая-Уоллера $\exp\{-w\}$ непосредственно в пленке свидетельствует о наличии в ней атомов, смещенных относительно узлов кристаллической решетки. Сопоставляя данные по концентрации In, полученные из исследований методами рентгеновской дифракции и ВИМС, можно предположить, что вероятнее всего смещены атомы Ga и As. Действительно, поскольку величины концентрации In, определенные указанными методами очень близки, а коагуляция атомов индия в кластеры привела бы к уменьшению $\Delta a/a_0$, то, по-видимому, большинство атомов индия занимают свои кристаллографические позиции.

Согласно полученным результатам, концентрация In в переходном слое равна $x = 0.08$. С учетом толщины переходного слоя 20 Å этот факт может привести к несоответствию с литературными данными [11], где толщина слоя на границе оценивается в один-два монослоя. Такое несоответствие обусловлено тем обстоятельством, что рентгеновские методы являются интегральными. Это означает, что определяется толщина переходного слоя; усредненная по сечению пучка рентгеновских лучей, падающих на образец. Поверхность буферного слоя (рис. 1) образца перед наращиванием на нем пленки не является идеально гладкой. Имеющийся на ней рельеф определяется как

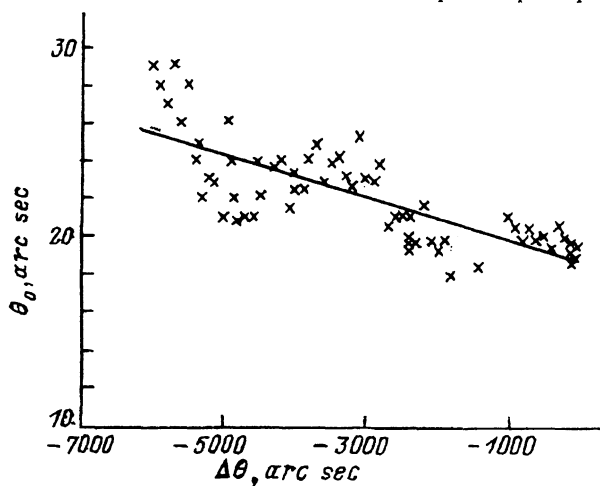


Рис. 5. Зависимость ширины дифракционного пика θ_0 в методе трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии от угла отклонения $\Delta\theta$ образца от точного угла Брэгга; точки — эксперимент, сплошная линия — теоретический расчет для $(\varphi) = 1.2^\circ$. Излучение $\text{Cu } K_\alpha$, отражение (400).

шероховатостью исходной поверхности подложки (качеством финишной полировки), так и шероховатостью самого растущего буферного слоя, зависящей от его толщины и режимов молекулярно-лучевой эпитаксии. Все это приводит к размытию среднего положения границы пленка-подложка и, как результат, к увеличению толщины переходного слоя. Естественно, что среднее значение концентрации атомов In в переходном слое будет значительно ниже его локального значения, что и подтверждается анализом экспериментальных данных.

О наличии размытой границы свидетельствует меняющаяся в зависимости от угла отклонения относительно точного значения угла Брэгга ($\Delta\theta$) ширина дифракционного пика на спектрах асимптотической брэгговской дифракции (рис. 5). Как показано в [12], линейное увеличение ширины θ_0 как раз связано с наличием в переходной области крупномасштабных искажений границы, характеризующихся среднеквадратичным углом отклонения $\langle\varphi\rangle$ отдельных участков поверхности от основной кристаллографической плоскости. В описанном эксперименте $\langle\varphi\rangle \approx 1.2'$.

Таким образом, методом асимптотической брэгговской дифракции удастся не только установить факт наличия выращенной молекулярно-лучевой эпитаксией субмикронной (толщиной 200 Å) пленки $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ на подложке GaAs (100), но и определить ее параметры: состав ($x = 0.17$), степень аморфизации ($\exp\{-w\} = 0.74$). Об уникальных возможностях метода асимптотической брегговской дифракции убедительно свидетельствует обнаружение тончайшего переходного слоя на границе пленка-подложка ($L \approx 20 \text{ \AA}$). Оценены параметры этого слоя и показано, что его возникновение связано с недостаточной гладкостью поверхности буферного слоя GaAs, на котором выращивался твердый раствор.

Авторы выражают свою признательность А.В. Маслову за предоставление им программы по математическому моделированию приведенного коэффициента отражения.

Список литературы

- [1] U.K. Mishra, A.S. Brown, S.E. Rosenbam, M.W. Pierce, M.J. Delaney, S. Vaughn, K. White. IEEE Electron. Dev. Lett., **EDL-9**, 647 (1988).
- [2] A. Fathimula, J. Abrahams, T. Loughran, H. Hier. IEEE Electron. Dev. Lett., **EDL-9**, 328 (1988).
- [3] S.H. Pan, H. Shen, Z. Hang, F.H. Pollak, W. Zhuang, Q. Xu, A.P. Roth, R.A. Masut, C. Laclele, D. Morris. Phys. Rev. B, **38**, 3375 (1988).
- [4] P.P. Ruden, M. Shur et al. IEEE Trans. Electron. Dev., **ED-36**, 2371 (1989).
- [5] D.C. Bertolet, Y.K. Hsu, F. Agahi, K.M. Lau. J. Electron. Matter., **19**, 967 (1990).
- [6] J.H. van der Merwe. J. Electron. Matter., **20**, 793 (1991).
- [7] K. Rajan, E. Fitzgerald, K. Jagannadham. J. Electron. Matter., **20**, 861 (1991).
- [8] E.M. Cirlin, I. Vajo, R.E. Doty, T.C. Hasenberg. J. Vac. Sci. Techn. A, **9**, 1395 (1991).
- [9] А.М. Афанасьев, П.А. Александров, Р.М. Имамов. *Рентгенодифракционная диагностика субмикронных слоев* (М., Наука, 1989).
- [10] J. Hornstra, W.J. Bartels. J. Cryst. Growth, **44**, 513 (1978).
- [11] M.A. Herman, D. Bimberg, J. Christen. J. Appl. Phys., **70**, N 2, R1 (1992).
- [12] П.А. Александров, А.М. Афанасьев, М.К. Мелконян. Кристаллография, **26**, 1275 (1984).

Редактор Л.В. Шаронова

A Study of InGaAs/GaAs (100) Heterostructure by Means of High-Resolution X-Ray Diffractometry

R.M.Imamov, A.A.Lomov, V.P.Sirochenko, A.S.Ignatyev, V.G.Mocherov, G.S.Nemtzev, and Yu.V.Fedorov

Institute of Crystallography of the Russian Academy of Sciences, 117333, Moscow, Russia
