

Письма в ЖТФ, том 20, вып. 14

26 июля 1994 г.

**06.2;06.3;12**

©1994

**УЛЬТРАТОНКИЕ СЛОИ  
В СИСТЕМЕ InGaAsP/InP,  
ПОЛУЧЕННЫЕ ЖИДКОФАЗНОЙ ЭПИТАКСИЕЙ**

*В. Г. Груздов, А. О. Косогов, Н. Н. Фалеев*

Создание новых приборов в современной микро- и оптоэлектронике в значительной мере зависит от возможности получения полупроводниковых структур с квантоворазмерными слоями. Известно, что методом жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ) возможно получение эпитаксиальных слоев (ЭС) толщиной в десятые доли микрометра с высокими электрофизическими параметрами, однако получение более тонких слоев связано со значительными трудностями. В [1] была показана возможность получения ультратонких слоев в системе InGaAsP/GaAs (111) методом ЖФЭ на быстровдвижущуюся подложку. В настоящей работе исследовались изотипные двойные гетероструктуры InGaAsP/InP(001) с одиночными ультратонкими ЭС, полученные традиционным методом ЖФЭ.

Оптимизация технологических параметров роста бинарного (InP) и четверного (InGaAsP) твердых растворов, обеспечивающих воспроизводимость ростовых режимов — состав раствора-расплава и температур начального переохлаждения, была проведена с помощью высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии с учетом установленных в [2] закономерностей эпитаксиального роста многокомпонентных твердых растворов из жидкой фазы, обеспечива-

ющих высокое структурное совершенство и планарность ЭС. Состав четверного твердого раствора соответствовал длине волн излучения  $\lambda = 1.3$  мкм. Ультратонкие слои твердого раствора выращивались при постоянной температуре из расплава, ограниченного в направлении движения вертикальным зазором шириной 2 мм; скорость движения подложки относительно расплава не превышала 1 см/с. Начальные переохлаждения раствор-расплавов In-Ga-As-P и In-P варьировались в диапазонах  $\Delta T_1 \approx 2-7$  и  $\Delta T_2 \approx 5-10^\circ$  С при температурах насыщения  $T_1 = 650$  и  $T_2 = 652^\circ$  С соответственно, температуры измерялись платино-платинородиевой термопарой, установленной непосредственно под ростовой ячейкой. Состав жидкой фазы при выращивании ЭС не изменялся. Толщина  $D_1$  слоев InGaAsP задавались в диапазоне 1.5–6.0 нм, верхних ЭС InP ( $D_2$ ) — 0.8–2 мкм. Возможность сопоставления параметров ультратонких слоев четверного твердого раствора с параметрами “толстых” слоев обеспечивалась выращиванием на краю подложки в тех же технологических условиях слоев твердого раствора толщиной 0.2–0.3 мкм.

Комплексные исследования проводились методами высокоразрешающей интерференционной рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Рентгенодифракционные исследования проводились на дифрактометре ТРС-1 с асимметричным монохроматором Ge(001), отражение (004), излучение Сик $\alpha_1$ , обеспечивающим расходимость дифрагированного излучения  $\approx 1$  угл. с. Кривые дифракционного отражения (КДО) записывались на симметричном отражении (004). Известно, что интерференционный метод [3,4], обладая высокой чувствительностью к структурному совершенству и высоким пространственным разрешением, позволяет надежно определять параметры ЭС толщиной в 1–2 монослоя [5]. Для исследования методами ПЭМ образцы подготавливались в геометрии поперечного сечения, ПЭМ исследования проводились с использованием электронных микроскопов EM 420 Philips (максимальное ускоряющее напряжение 120 кВ) и EM 430ST (300 кВ). Для визуализации тонких слоев и интерфейсов использовались методы дефокусированных изображений [6], темного поля в отражении (002) [7] и высокого разрешения.

Результаты исследований тонких слоев InGaAsP в двойных гетероструктурах, представленные в таблице, показывают возможность систематического получения методом ЖФЭ слоев заданной толщины в диапазоне 1.5–6.0 нм. На рис. 1, а представлены КДО для образца № 1, выращенного в условиях, близких к оптимальным. Дифракционная кривая

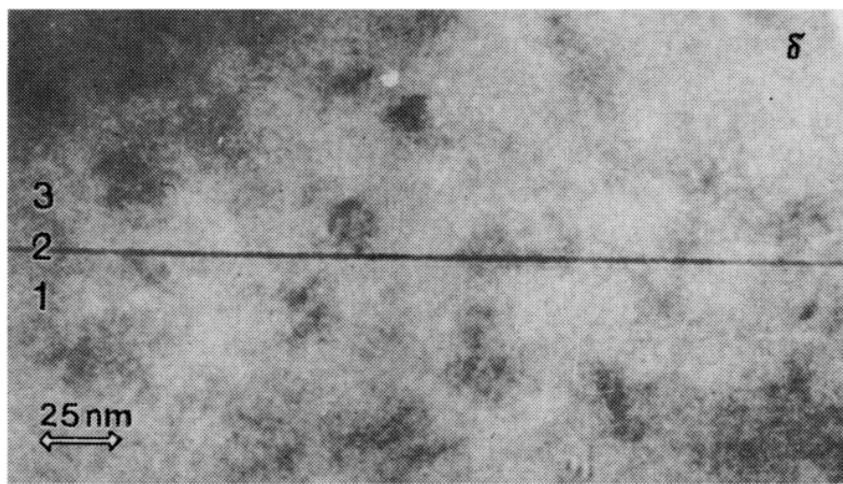
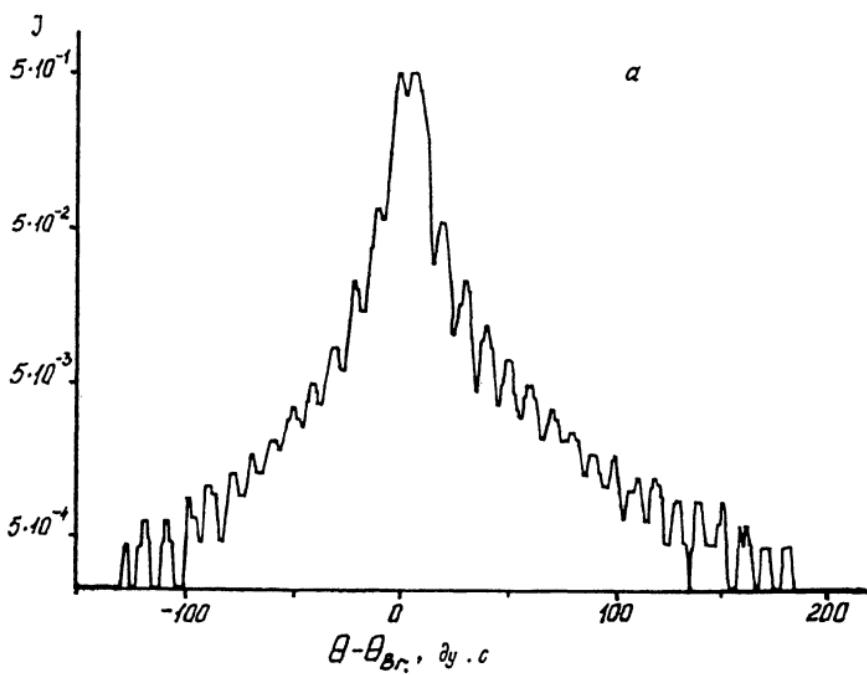


Рис. 1. Кривая дифракционного отражения (а) для образца № 1 и ПЭМ изображение (б) тонкого эпитаксиального слоя в образце № 1. 1 — подложка InP, 2 — ЭС InGaAsP, 3 — верхний ЭС InP.

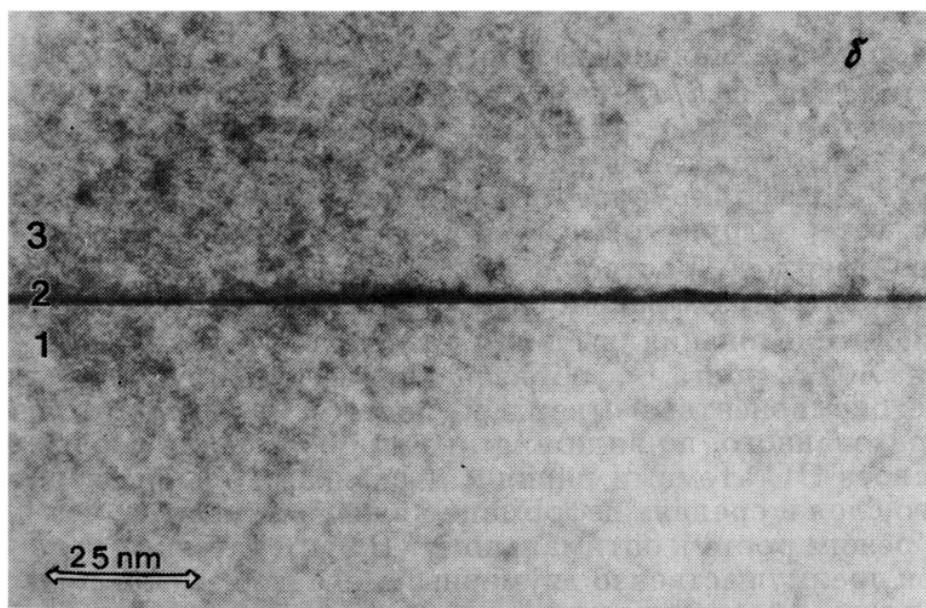
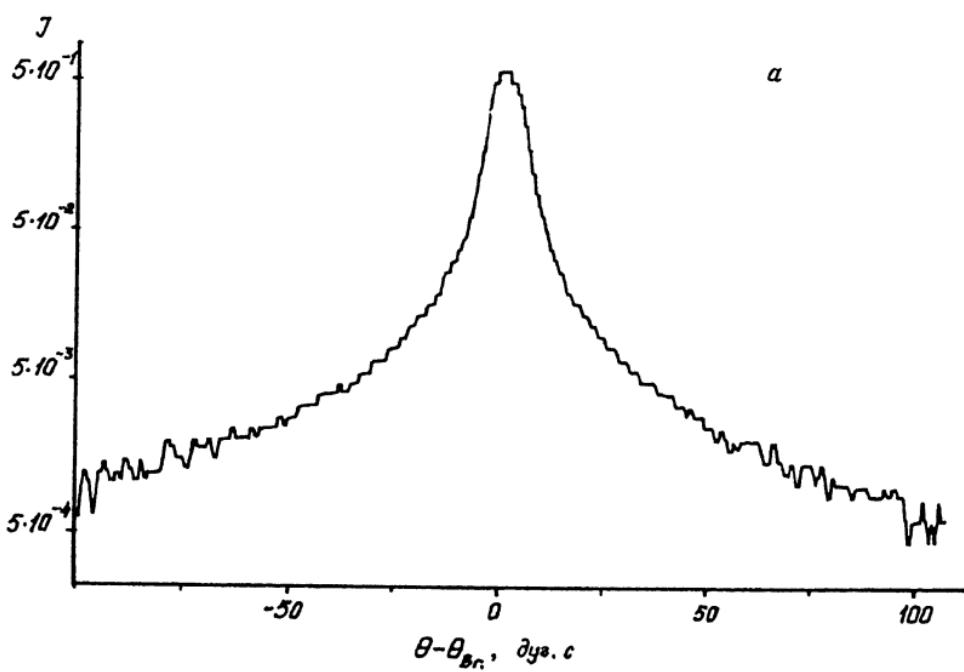
имеет характерную интерференционную форму, свидетельствующую о высоком кристаллографическом совершенстве и планарности ЭС. Период интерференционных максимумов (Pendellösung fringes) соответствует толщине верхнего слоя фосфида индия. Форма центрального пика КДО соответствует пространственному сдвигу  $S$  верхнего слоя InP на величину  $S = (\Delta d/d)D_1 = d/2 + kd_{004}$ ,  $k = 0, 1, 2 \dots$  [4].

Результаты определения толщин, неоднородности толщины эпитаксиальных слоев и средних значений деформации в них.

N	$\Delta T$ , $^{\circ}$	$D_1$ , нм	$D_2$ , мкм	$(\Delta D/D)_2$ , %	$(\Delta d/d)_1 \times 10^2$	$(\Delta d/d)_2 \times 10^4$
1	3	2.2	$0.84 \pm 0.02$	3.5	$\leq 5$	+3.5
2	4	2.1	$1.88 \pm 0.01$	2.5	$\leq 3.5$	-4.0
3	5		$0.78 \pm 0.02$	3.8		-4.75
4	6	$5.2 \pm 2.2$	$2.05 \pm 0.10$	*		-5.8
5	7			**		

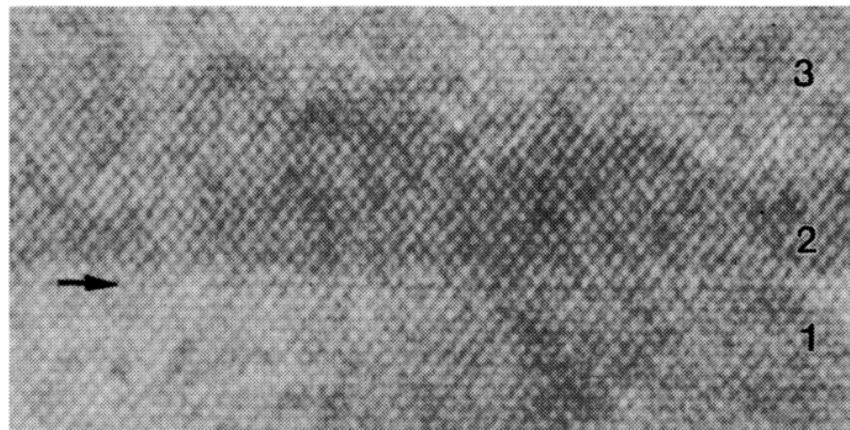
Примечание. \* — осцилляции размыты, \*\* — осцилляций нет.

В слое толщиной 5 нм смещению  $d/2$  соответствует значение средней деформации  $1.47 \cdot 10^{-2}$ . На рис. 1, б представлено электронно-микроскопическое изображение этого образца. Контуры Френеля, появляющиеся на дефокусированном изображении на границах раздела, свидетельствуют о химической резкости нижней (InP-InGaAsP) и верхней (InGaAsP-InP) гетерограниц и показывают их планарность. Как видно из таблицы, с увеличением отклонения величины переохлаждения  $\Delta T$  от оптимальной  $\Delta T_{opt}$  сильно увеличивается неоднородность толщины слоев  $\Delta D/D$ . Приведенная на рис. 2, а КДО для образца № 4 демонстрирует полное отсутствие четких интерференционных максимумов. При этом полуширина пика (004) InP не увеличилась ( $8.6 \pm 0.1$  угл.с), что свидетельствует об отсутствии кристаллических дефектов в структуре и дает основания предполагать, что наиболее вероятной причиной размытия интерференционной картины является непланарность ЭС InGaAsP и InP. ПЭМ исследования показали отсутствие в таких образцах дефектов кристаллического строения вблизи гетерограниц; вместе с тем существенные различия наблюдались между нижней и верхней гетерограницами. На рис. 2, б и рис. 3 представлены соответственно темнопольное в отражении (002) микроизображение и изображение с высоким разрешением образца № 4. Если гетерограница InP-InGaAsP оставалась планарной на уровне 1-го монослоя, то изменение толщины слоя InGaAsP, связанное с непланарностью верхней границы, достигало 9–11 монослоев (2.5–3 нм). Таким образом, наблюдаемая методами рентгеновской дифракции непланарность ЭС слоев была обусловлена непланарностью InGaAsP-InP гетерограницы. На изображениях с высоким разрешением на границе InP-InGaAsP наблюдалось изменение контраста: колонки атомов и пустотные колонки первого монослоя твердого раствора изображались ярче или темнее по сравнению с соответственно соседними в напра-



**Рис. 2.** Кривая дифракционного отражения (а) для образца № 4 и темнопольное в отражении 002 ПЭМ изображение (б) тонкого эпитаксиального слоя в образце № 4. х  
1 — подложка InP, 2 — ЭС InGaAsP, 3 — верхний ЭС InP.

влении роста колонками (см. рис. 3). Такой характер контраста может быть объяснен в предположении, что средняя атомная масса атомов этого монослоя выше средней атомной массы элементов подложки и ЭС [8]. Сопоставле-



**Рис. 3.** Изображение с высоким разрешением тонкого эпитаксиального слоя в образце № 4.

1 — подложка InP, 2 — ЭС InGaAsP, 3 — верхний ЭС InP.

ние средних значений деформации в ультратонких ( $\Delta d/d)_1$  и “толстых” ( $\Delta d/d)_2$  слоях показало, что в последних величина этого параметра в несколько десятков раз меньше.

Таким образом, в настоящей работе показана возможность контролируемого получения методом ЖФЭ двойных гетероструктур InGaAsP/InP (001) со слоями четверного твердого раствора толщиной 1.5–6 нм. Комплексные рентгенодифракционные и электронномикроскопические исследования выявили особенность начальной стадии ЖФЭ роста — образование на границе подложка-многокомпонентный твердый раствор переходного слоя, образованного, по-видимому, из-за обогащения первых монослоев ЭС атомами индия и мышьяка. Толщина переходного слоя и средняя деформация в нем тем меньше, чем ближе режим роста к оптимальному. В этих условиях реализуется преимущественно двумерный механизм эпитаксиального роста, обеспечивающий планарность ЭС и высокое кристаллическое совершенство структур. При значительных отклонениях от оптимальных условий толщина переходного слоя и средняя деформация в нем быстро растут и становятся больше критической; вследствие этого в структурах начинается процесс релаксации упругих напряжений, сопровождающийся образованием структурных дефектов, механизм эпитаксиального роста меняется от двумерного планарного к объемному островковому. Начальная стадия этого процесса — нарушение планарности эпитаксиального роста. При этом нижняя граница слоя остается резкой,

а верхняя ростовая поверхность с увеличением толщины растущего слоя становится непланарной; в многослойных структурах эта непланарность наследуется последующими слоями.

Авторы выражают признательность Н.А.Киселеву за возможность проведения части ПЭМ исследований в его лаборатории. Настоящие исследования были поддержаны индивидуальными грантами Международного научного фонда.

### Список литературы

- [1] Берт Н.А., Гарбузов Д.З., Журавлевич Е.В., Конников С.Г., Косогов А.О., Мусихин Ю.Г. // ЖТФ. 1992. Т. 16. В. 2. С. 105-111.
- [2] Фалеев Н.Н., Флакс Л.И., Баташова С.В. и др. // Тез. докл. V Всес. конф. по физическим процессам в полупроводниковых гетероструктурах. 1990. Калуга, 1990. Т. 1. С. 241-242.
- [3] Tapfer L., Ploog K. // Phys. Rev. B. 1989. V. 40. N 14. C. 9802-9810.
- [4] Faleev N.N., Solomin I.K., Flaks L.I. et al. // Phys. Stat. Sol. (a), 1990. V. 120. P. 327-337.
- [5] Tapfer L., Ospelt M., Kanel H. // J. Appl. Phys. 1990. V. 67. (3). P. 1298-1301.
- [6] Ross F.M., Stobbs W.M. // Ultramicroscopy. 1991. V. 36. P. 331-354.
- [7] Берт Н.А., Конников С.Г., Косогов А.О., Мусихин Ю.Г., Демеш О.В., Макулов В.Б. // Приборы и техника эксперимента. 1992. В. 1. С. 177-182.
- [8] Penisson J.M. // Ultramicroscopy. 1993. V. 51. P. 264-269.

Физико-технический  
институт им. А.Ф.Иоффе  
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию  
24 марта 1994 г.