

## Разъединенные гетероструктуры II типа InAs/GaIn<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb с резкой планарной границей раздела

© К.Д. Моисеев<sup>¶¶</sup>, А.А. Ситникова, Н.Н. Фалеев<sup>¶¶</sup>, Ю.П. Яковлев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

\*Department of Electrical Engineering, Texas Tech University,  
Lubbock, TX 79409, USA

(Получена 23 июня 2000 г. Принята к печати 26 июня 2000 г.)

Кристаллически совершенные гетероструктуры II типа Ga<sub>0.83</sub>In<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb<sub>0.78</sub>/InAs на основе четверных твердых растворов, обогащенных антимонидом галлия, были получены на подложках InAs (001) методом жидкофазной эпитаксии. Эпитаксиальные слои GaInAsSb были выращены в условиях планарного двумерного роста с резкими по составу и планарными интерфейсами. Толщина переходного слоя на границе раздела Ga<sub>0.83</sub>In<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb<sub>0.78</sub>/InAs, обогащенного тяжелыми ростовыми компонентами (In и Sb), в совершенных структурах составляла 10–12 Å. Шероховатость верхней границы целиком определялась условиями эпитаксиального роста и не превышала 500 Å для структур с толщинами слоев порядка 2 мкм.

В последние годы узкозонные гетероструктуры на основе твердых растворов GaInAsSb привлекают к себе пристальное внимание исследователей как перспективный материал для создания источников света, работающих в среднем инфракрасном диапазоне излучения 3–5 мкм, актуальном для задач газового анализа и экологического мониторинга [1,2].

Ранее нами было показано, что в разъединенной одиночной гетероструктуре II типа *p*-InAs/*p*-GaIn<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb на границе раздела существует полуметаллический канал с высокой подвижностью носителей ( $\mu_H = 50\,000\text{--}70\,000\text{ см}^2/\text{В}\cdot\text{с}$  при  $T = 77\text{ К}$ ), образованный пространственным разделением электронов и дырок по обе стороны гетерограницы и их локализацией в самосогласованных квантовых ямах [3]. Холловская подвижность в канале имела слабую температурную зависимость в интервале температур 4.2–80 К и уменьшалась в 1.5 раза при понижении температуры от 77 до 4 К [4]. Подобное поведение холловской подвижности наблюдалось ранее для одиночной квантовой ямы в структурах GaSb/InAs/GaSb, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии, где основным механизмом рассеяния электронов в яме было рассеяние на неоднородностях гетерограницы [5]. Исследования электролюминесценции одиночных гетероструктур II типа InAs/GaIn<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb показали, что в данной системе возможна интенсивная интерфейсная излучательная рекомбинация, обусловленная непрямыми (туннельными) переходами электронов и дырок из полуметаллического канала через гетерограницу [6]. На основе разъединенных гетеропереходов II типа GaIn<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb/InGa<sub>0.17</sub>AsSb<sub>0.22</sub> впервые был предложен и реализован новый туннельно-инжекционный лазер, работающий в спектральном диапазоне длин волн 3.18–3.26 мкм при  $T = 77\text{ К}$  и использующий эффект интерфейсной туннельной рекомбинации с участием ге-

терограницы II типа [7,8]. Кроме того, разъединенные гетероструктуры II типа InAs/GaIn<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb, полученные методом жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ), могут представлять особый интерес как материал для создания датчиков Холла, работающих при комнатной температуре.

Таким образом, вопросы, связанные с качеством гетерограницы и возможными механизмами формирования границы раздела в гетероструктурах II типа InGa/GaIn<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb, требуют более детального рассмотрения. Настоящая работа посвящена комплексным рентгено-дифракционным и электронно-микроскопическим исследованиям качества эпитаксиального наращивания слоев твердых растворов GaInAsSb, обогащенных GaSb, полученных методом ЖФЭ на подложках InAs, а также границ раздела в разъединенных изопериодных гетероструктурах II типа GaInAsSb/InAs.

Оценка кристаллического совершенства и определение параметров рассогласования одиночных разъединенных гетероструктур Ga<sub>0.83</sub>In<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb<sub>0.78</sub>/InAs проводились методом высокоразрешающей двухкристальной рентгеновской дифрактометрии на дифрактометре ТРС-1. Для коллимации и монохроматизации первичного пучка использовался совершенный кристалл Ge с высокой асимметрией. При этом расходимость первичного пучка для отражения (004) излучения CuK<sub>α1</sub> составляла примерно 1.0–1.2". Съемка кривых проводилась в геометрии ( $n_1, -n_2$ ), угловое дисперсионное уширение основных пиков вследствие различия параметров решетки кристалла-монохроматора и исследуемых структур составляло 3.5". Измерение дифракционных кривых проводилось в режиме  $\omega$ -сканирования с открытым окном детектора.

Исследование образцов методом просвечивающей электронной микроскопии проводилось на приборе EM-420 фирмы "Philips" с ускоряющим напряжением 100 кВ. Образцы подготавливались по стандартной технологии механического утончения с последующим ионным травлением [9].

<sup>¶</sup> E-mail: nfaleev@TTACS.TTU.EDU

<sup>¶¶</sup> E-mail: mkd@iropt2.ioffe.rssi.ru

Таблица 1.

Образец	Отн. доля As	$\Delta a/a, 10^{-4}$	FWHM подложки	FWHM слоя	Толщина слоя $h, \mu\text{м}$
418-1	0.064	+3.9	11.93''	17.4''	1.3
418-2	0.069	+2.8	11.9''	13.8''	2.0
418-3	0.075	+1.9	12.3''	13.9''	2.5
418-4	0.080	$\sim 0$	—	16.2''	3.0

Таблица 2.

Образец	Отн. доля Ga	$\Delta a/a, 10^{-4}$	FWHM подложки	FWHM слоя	Толщина слоя $h, \mu\text{м}$
399-2	0.304	-12.4	14.3''	17.2''	0.9
412-1	0.312	-3.7	10.9''	15.4''	1.1
527-1	0.315	+2.0	9.9''	14.2''	1.2
418-2	0.317	+2.8	11.9''	13.8''	2.0

Примечание. FWHM — full width at half maximum.

Одиночные гетероструктуры GaIn<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb/InAs были получены методом ЖФЭ путем наращивания слоев твердого раствора GaInAsSb на подложки InAs с ориентацией (100). Эпитаксиальный рост производился в стандартном графитовом контейнере пенального типа, помещенном в горизонтальный кварцевый реактор, в атмосфере очищенного водорода. Скорость охлаждения системы ( $v_T = 0.5$  град/мин) была фиксированной для всех образцов. Температура роста, с точностью до  $0.2^\circ$ , контролировалась с помощью платиноплатинородиевой термопары, установленной непосредственно под ростовой ячейкой. Толщина слоя твердого раствора Ga<sub>0.83</sub>In<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb<sub>0.78</sub> составляла порядка 1.6 мкм.

Образцы для исследований выращивались при фиксированной начальной температуре роста. В процессе эпитаксиального роста для каждой отдельной серии образцов менялся только один из компонентов жидкой фазы, доли остальных компонентов раствора–расплава фиксировались. В качестве объектов исследования были выбраны компоненты As и Ga в жидкой фазе. Параметрами предварительной оценки качества роста были выбраны значения полуширины дифракционных пиков подложки и слоя. При сопоставлении полученных данных учитывалось различие толщины эпитаксиальных слоев (предварительно оценки проводились оптическим путем по сколу образца, для совершенных структур толщина слоев уточнялась из дифракционных кривых по периоду толщинных осцилляций).

Как видно из табл. 1, достаточно большое увеличение доли As в растворе–расплаве (на 20%) при фиксированном значении Ga в жидкой фазе ( $x_{Ga} = 0.317$ ) приводит лишь к заметному увеличению толщины эпитаксиального слоя при слабом изменении параметра рассогласования постоянной решетки твердого раствора GaInAsSb относительно подложки. При этом полушири-

на пика (FWHM) от подложки почти не изменяется, а полуширина пика от слоя проходит через минимум и начинает опять расти. Это может быть объяснено отклонениями состава жидкой фазы твердого раствора GaInAsSb от оптимальных условий эпитаксиального роста, а следовательно, нарушениями кристаллического совершенства слоя в целом. Определив таким образом оптимальное значение мышьяка ( $x_{As} = 0.069$ ) и зафиксировав долю As в жидкой фазе, мы сравнили серии образцов с различным содержанием Ga в растворе–расплаве.

Как видно из табл. 2, небольшое изменение содержания Ga в жидкой фазе (до 4%) приводит к существенному изменению параметра рассогласования и заметнее влияет на полуширины пиков от подложки и слоя, на кристаллическое совершенство эпитаксиальных структур в целом. Следует отметить, что для образцов с параметра-

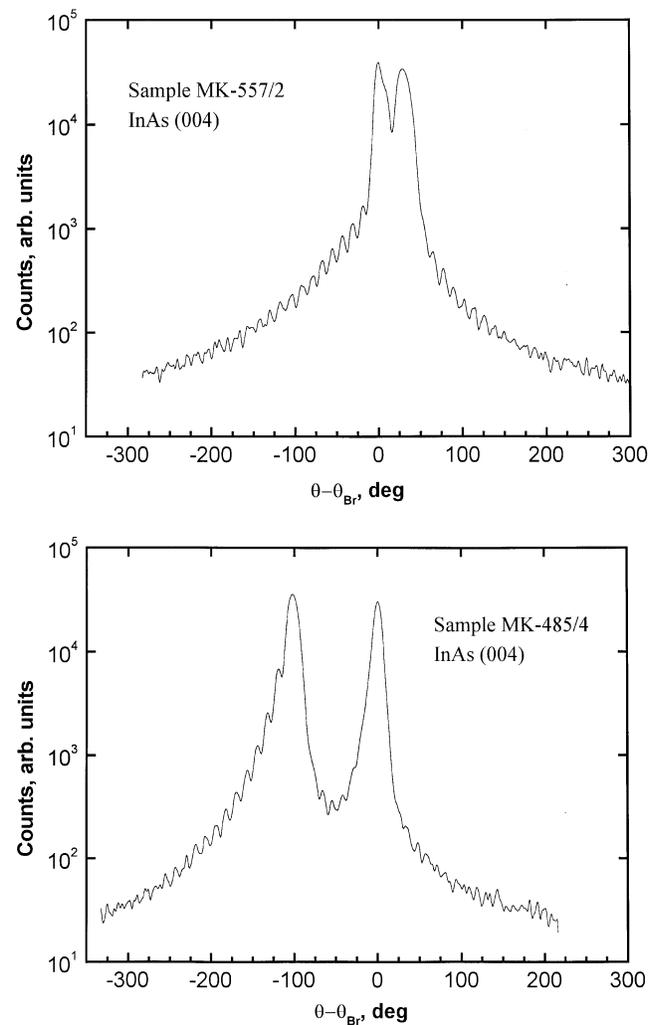


Рис. 1. Кривые рассогласования для одиночных разъединенных гетероструктур Ga<sub>0.83</sub>In<sub>0.17</sub>As<sub>0.22</sub>Sb<sub>0.78</sub>/InAs, полученные методом двухкristальной рентгеновской дифрактометрии для отражения (004) излучения CuK $\alpha$ 1. Параметры рассогласования: a —  $\Delta a/a = +8.38 \cdot 10^{-4}$ , b —  $\Delta a/a = -2.38 \cdot 10^{-4}$ .

Таблица 3.

Образец	FWHM подложки	$K_{\text{ref}}$ подложки	FWHM слоя	$K_{\text{ref}}$ слоя	$\Delta\Theta_{s1}$	$\Delta a_{\perp}, \text{Å}$	$\Delta a/a, 10^{-4}$	$\Delta\Theta_{\text{osc}}$	Толщина слоя $h, \text{мкм}$	$\Delta\Theta_{\text{inter}}$	$\Delta h, \text{мкм}$
МК-485	10.30''	0.305	14.95''	0.355	-102''	$+5.05 \cdot 10^{-3}$	+8.38	12.20''	1.50	350''	$\pm 0.050$
МК-557	10.1''	0.384	17.70''	0.331	+30''	$-1.44 \cdot 10^{-3}$	-2.38	12.50''	1.48	420-450''	$\pm 0.045$

Примечание.  $K_{\text{ref}}$  — коэффициенты отражения,  $\Delta\Theta_{\text{osc}}$  — период толщинных осцилляций,  $\Delta\Theta_{\text{inter}}$  — полная протяженность интерференционной картины,  $\Delta h$  — непланарность интерфейсов,  $\Delta\Theta_{s1}$  — положение основного максимума от слоя.

ми рассогласования в интервале от  $+8 \cdot 10^{-4}$  до  $-6 \cdot 10^{-4}$  на дифракционных кривых наблюдались толщинные осцилляции. Увеличение значения рассогласования больше определенного выше интервала ведет к уменьшению амплитуды и количества толщинных осцилляций, что в свою очередь указывает на ухудшение планарности эпитаксиальных слоев и гладкости интерфейсов. Таким образом, предварительные результаты показали то, что существует достаточно широкий диапазон рассогласований параметра постоянной решетки, в котором, изменяя соотношение микрокомпонентов в жидкой фазе, мы можем получать качественные слои твердых растворов.

Дифракционные кривые для двух наиболее совершенных образцов показаны на рис. 1. Более узкие пики на дифракционных кривых, угловое положение которых соответствует 0 на шкале  $\theta - \theta_{\text{Br}}$ , отвечают отражению от подложки InAs (400), более широкие — отражению от эпитаксиального слоя. Четкая интерференционная картина толщинных осцилляций вокруг пиков от слоя обусловлена интерференцией излучения, дифрагируемого эпитаксиальной пленкой с планарными верхним и нижним интерфейсами (между прямой волной и двукратно отраженной). Период толщинных осцилляций обратно пропорционален толщине эпитаксиальных слоев, а характер изменения их интенсивности позволяет судить о наличии переходных, градиентных слоев вблизи интерфейса слой-подложка. Параметры эпитаксиальных структур, полученные из дифракционных кривых, приведены в табл. 3.

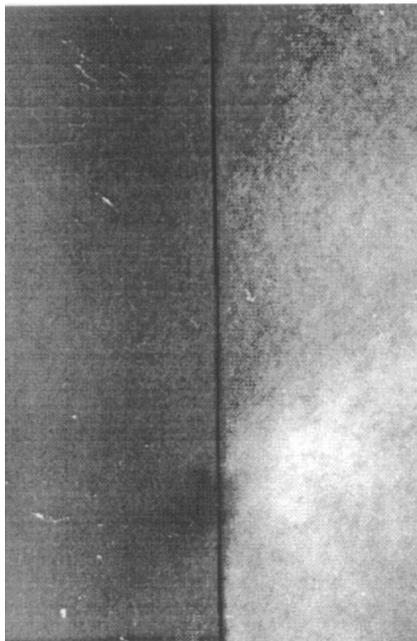
Параметры эпитаксиальных структур — полуширины основных пиков и коэффициенты отражения, близкие к расчетным значениям для используемой рентгено-оптической схемы, а также четкие интерференционные картины толщинных осцилляций позволяют утверждать, что обе структуры (табл. 3) обладают высоким кристаллическим совершенством, эпитаксиальные слои упруго напряжены. По форме пиков можно сказать, что в слоях существуют заметные градиенты состава или деформация (по-видимому, вследствие неоптимальности выбранной скорости охлаждения подложек в процессе роста), но релаксации упругих напряжений в структурах нет ( $\Delta a/a_{\parallel} = 0$ ). Плотность точечных дефектов незначительна, линейные дефекты типа дислокаций несоответствия в структурах отсутствуют. Четкая протяженная интерференционная картина толщинных осцилляций указывает на то, что в обеих структурах эпитаксиальные слои выращены в режиме, близком к двумерному послый-

ному режиму эпитаксиального роста, который позволяет для согласованных гетероструктур наращивать толстые кристаллически совершенные эпитаксиальные слои с резкими по составу и планарными интерфейсами.

Необходимо отметить важную особенность рентгеновской дифрактометрии гетероструктур — четкую взаимосвязь между интерференционной картиной дифракции и качеством эпитаксиальных структур, прежде всего планарностью эпитаксиальных слоев. Было показано, что интерференционная картина дифрагируемого рентгеновского излучения в силу реализуемых в условиях дифракции четких фазовых соотношений оказывается наиболее чувствительной к минимальным нарушениям кристаллического совершенства, возникающим на начальной стадии релаксации упругих напряжений. Нарушение планарности эпитаксиального слоя вследствие увеличения шероховатости его верхнего интерфейса и образования вблизи него структурных дефектов приводит к размытию интерференционной картины толщинных осцилляций, а при дальнейшем увеличении плотности и размера дефектов к ее полному погашению [10]. При этом полуширины и коэффициенты отражения основных пиков могут еще оставаться близкими к своим расчетным значениям, так как на этой стадии релаксации упругих напряжений плотность структурных дефектов в слое еще невелика и сконцентрированы они преимущественно вблизи верхнего интерфейса.

Таким образом, нарушение планарности эпитаксиального слоя вследствие размытия его верхней (ростовой) границы (притом, что нижний интерфейс в эпитаксиальных структурах, как правило, планарный) следует рассматривать как первую стадию релаксации упругих напряжений в гетероструктуре, которая приводит к нарушению послыйного двумерного механизма эпитаксиального роста и к образованию дефектов в эпитаксиальной структуре. Планарность нижнего интерфейса при низкой плотности дефектов (фактически вплоть до образования дислокаций несоответствия) сохраняется неизменной.

Суммарная неоднородность толщины эпитаксиальных слоев в дифрагирующем объеме оценивалась по полной угловой протяженности интерференционной картины (параметр  $\Delta\Theta_{\text{inter}}$ , см. табл. 3) и для исследованных структур не превысила 500 Å. Причем эта оценка несколько завышена, так как двухкристалльная кривая реально является суперпозицией когерентной и диффузной компонент дифрагируемого рентгеновского излучения. Диффузная компонента обусловлена рассеянием рент-



**Рис. 2.** Фотография границы раздела в одиночной гетероструктуре  $\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}/\text{InAs}$  в режиме поперечного сечения с действующим отражением  $\langle 200 \rangle$ , полученная методом просвечивающей микроскопии.

геновского излучения на различного рода структурных нарушениях. На двухкристальных кривых это приводит к заметному размытию дальних толщинных осцилляций, уменьшая тем самым общую протяженность интерференционных картин.

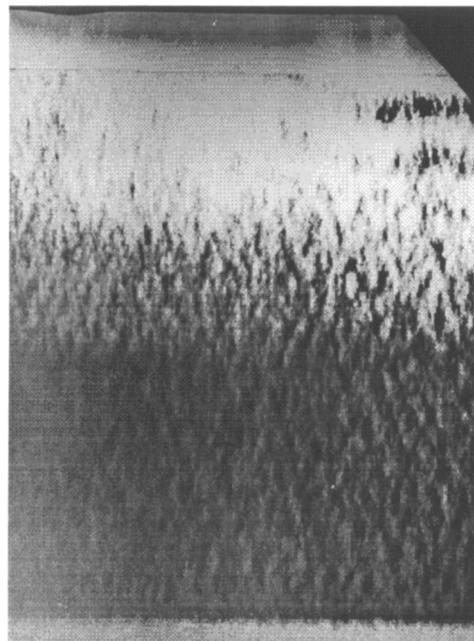
Выше было показано, что, меняя атомарные доли компонентов Ga и As в растворе–расплаве, мы можем задавать определенные параметры наращиваемого эпитаксиального слоя. При этом получают качественные слои в достаточно широком интервале рассогласований твердого раствора с подложкой. Мы полагаем, что в системе  $\text{InAs-GaInAsSb}$ , полученной методом ЖФЭ, формирование гетерограницы подложка–слой определяется более тяжелыми компонентами раствора–расплава, а именно In и Sb, подобно тому, что наблюдалось ранее в системе  $\text{InP-GaInAsP}$  [10]. Для проверки данного предположения потребовались более детальные исследования гетерограницы.

На рис. 2 представлено характерное изображение интерфейса слой–подложка в дифракционном контрасте, полученное методом просвечивающей электронной микроскопии. Изображение снято в режиме поперечного сечения с действующим отражением  $\langle 200 \rangle$ . Видимая темная полоса на светлом фоне соответствует положению интерфейса. Как видно из микрофотографии, граница раздела  $\text{InAs-GaInAsSb}$  планарная, имеет тонкий переходной слой толщиной 3–4 монослоя ( $10\text{--}12 \text{ \AA}$ ) в пределах естественной шероховатости поверхности  $\text{InAs}(001)$  и включает в себя контраст от напряжений деформированных приграничных областей.

Известно, что рефлекс  $\langle 200 \rangle$  чувствителен к составу, а именно к атомарному числу  $Z$ . На рис. 2 показано, что состав переходного слоя на гетерогранице отличается от состава контактирующих материалов: твердого раствора  $\text{GaIn}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}$  и подложки  $\text{InAs}$ . Черно-белая контрастная полоса на границе раздела подложка–слой твердого раствора говорит о том, что при жидкофазной эпитаксии в начальный момент роста происходит осаждение преимущественно тяжелых компонентов жидкой фазы — In и Sb, т.е. приграничный слой обогащается индием и сурьмой (действительно, формируется  $\text{InSb}$ -тип гетерограницы).

На рис. 3 представлено типичное изображение поперечного сечения исследуемых одиночных гетероструктур  $\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}/\text{InAs}$  в режиме *cross-view* с действующим отражением  $\langle 200 \rangle$ . Такую ориентацию применяют для определения наличия дефектов в объеме эпитаксиального слоя. Как видно из микрофотографии, обе гетерограницы планарные и наблюдается практически полное отсутствие дефектов во всем объеме эпитаксиального слоя. Также достаточно четко видно, что на гетерогранице отсутствуют петли дислокаций. Подобная картина наблюдалась ранее в структурах  $\text{GaInAsP/InP}$ , где существует атомное упорядочение в твердом растворе [11]. Планарность верхнего интерфейса для гетероструктуры  $\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}/\text{InAs}$  составила порядка  $500 \text{ \AA}$  (сопоставимо с оценками, полученными из рентгеновской дифрактометрии), что является очень хорошим показателем для слоя толщиной  $\sim 1.5 \text{ мкм}$ .

Таким образом, методом жидкофазной эпитаксии на подложках  $\text{InAs}$  были получены



**Рис. 3.** Фотография поперечного сечения одиночной гетероструктуры  $\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}/\text{InAs}$  с действующим отражением  $\langle 220 \rangle$ , полученная методом просвечивающей микроскопии.

кристаллически совершенные гетероструктуры II типа  $\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}/\text{InAs}$  на основе четверных твердых растворов, обогащенных антимонидом галлия. Эпитаксиальные слои  $\text{GaInAsSb}$  были выращены в условиях планарного двумерного роста с резкими по составу и планарными интерфейсами. В таких структурах планарность нижнего интерфейса определяется шероховатостью поверхности  $\text{InAs}$  (001). Толщина переходного слоя на границе раздела  $\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}/\text{InAs}$ , обогащенного тяжелыми ростовыми компонентами (In и Sb), в совершенных структурах составляет 10–12 Å. Шероховатость верхней границы целиком определяется условиями эпитаксиального роста и для лучших структур с толщинами слоев 1.5–2.0 мкм не превышает 500 Å.

Разъединенные гетероструктуры  $\text{GaInAsSb}/\text{InAs}$  с высоким качеством гетерограницы перспективны для создания различных приборных структур, а также являются уникальным объектом для исследования квантовых свойств полуметаллического канала на одиночной гетерогранице в системе с двумя типами квантованных носителей (электронов и дырок).

Работа частично поддержана Российским фондом фундаментальных исследований, проект № 99-02-18330.

## Type II broken-gap $\text{InAs}/\text{GaIn}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}$ heterostructures with abrupt planar heteroboundary

K.D. Moiseev, A.A. Sitnikova, N.N. Faleev\*,  
Yu.P. Yakovlev

loffe Physicotechnical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia

\*Department of Electrical Engineering,  
Texas Tech University,  
Lubbock, TX 79409, USA

**Abstract** High quality type II broken-gap  $\text{InAs}/\text{GaInAsSb}$  heterostructures based on GaSb-rich quaternary solid solution were grown by liquid phase epitaxy on  $\text{InAs}(100)$  substrate. The epilayers with abrupt and flat interface were obtained under planar growth conditions. The  $\text{InAs}/\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}$  heteroboundary was enriched with heavyweigh components of the melt (In and Sb). The width of the critical layer at the InSb-like interface was of 10–12 Å.

## Список литературы

- [1] H.K. Choi, G.W. Turner, S.R. Kurtz. *Appl. Phys. Lett.*, **65** (18), 2251 (1994).
- [2] Yu.P. Yakovlev, T.N. Danilova, A.N. Imenkov, M.P. Mikhailova, K.D. Moiseev, O.G. Ershov, V.V. Sherstnev. *Proc. 23th Int. Symp. on Compound Semiconductors*, St. Petersburg, Sept. 28–30, 1996 (St. Petersburg, IOP, 1997) p. 551.
- [3] Т.И. Воронина, Т.С. Лагунова, М.П. Михайлова, К.Д. Моисеев, Ю.П. Яковлев. *ФТП*, **30** (6), 985 (1996).
- [4] M.P. Mikhailova, K.D. Moiseev, R.V. Parfeniev, N.L. Bazhenov, V.A. Smirnov, Yu.P. Yakovlev. *IEE Proc.-Optoelectron.*, **145** (5), 268 (1998).
- [5] П.С. Копьев, С.В. Иванов, Н.Н. Леденцов, Б.Я. Мельцер, М.Ю. Надточий, В.М. Устинов. *ФТП*, **24** (4), 717 (1990).
- [6] M.P. Mikhailova, K.D. Moiseev, G.G. Zegrya, Yu.P. Yakovlev. *Sol. St. Electron.*, **40** (8), 673 (1996).
- [7] К.Д. Моисеев, М.П. Михайлова, О.Г. Ершов, Ю.П. Яковлев. *ФТП*, **30** (3), 399 (1996).
- [8] М.П. Михайлова, К.Д. Моисеев, О.Г. Ершов, Ю.П. Яковлев. *Письма ЖТФ*, **23** (4), 55 (1997).
- [9] Н.А. Берт, А.О. Косоогов, Ю.Г. Мусихин. *Письма ЖТФ*, **17** (19), 39 (1991).
- [10] В.Г. Груздев, А.О. Косоогов, Н.Н. Фалеев. *Письма ЖТФ*, **20** (14), 1 (1996).
- [11] A.G. Norman, G.R. Booker. *J. Appl. Phys.*, **57** (10), 4715 (1985).

Редактор Т.А. Полянская