

Особенности дефектообразования в процессах выращивания двойных гетероструктур для инжекционных лазеров на базе материалов $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}/\text{GaSb}$

© Г.Ф. Кузнецов

Фрязинский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук, 141190 Фрязино, Россия

(Получена 3 сентября 2012 г. Принята к печати 8 октября 2012 г.)

Отсутствие дефектов кристаллической решетки и, в особенности, отсутствие дислокаций в активном слое в сложных многослойных гетероэпитаксиальных системах является главным условием для эффективной и надежной работы оптоэлектронных микроприборов. Минимальные упругие напряжения в многослойных гетероэпитаксиальных системах и их отсутствие в активном слое при той повышенной температуре, которая возникает в эффективно работающем электронном приборе, является вторым необходимым условием для периода его долговременной работы.

1. Введение

Отсутствие дефектов кристаллической решетки и, в особенности, отсутствие дислокаций в активном слое в сложных многослойных гетероэпитаксиальных системах (МСГЭС) является главным условием для эффективной и надежной работы оптоэлектронных микроприборов [1]. Минимальные упругие напряжения в МСГЭС и их отсутствие в активном слое при той повышенной температуре, которая возникает в эффективно работающем электронном приборе, является вторым необходимым условием для периода его долговременной работы [2].

Эти требования могут быть выполнены, если выберем бездислокационные монокристаллические подложки [3] и сумеем предотвратить образование дислокаций в процессах наращивания МСГЭС [2,3]. Использование четырехкомпонентных твердых растворов бинарных полупроводниковых соединений $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$, в особенности $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}/\text{GaSb}$, дает возможность для согласования величин периодов решеток всех гетерослоев с периодом решетки самой подложки и периодов всех гетерослоев относительно друг друга [4,5].

В таком случае несоответствия периодов решеток (НПР) могут уменьшиться до нуля при температуре выращивания за счет изменения величин x и y . Как было показано в работе [2], наилучшим из всех возможных случаев будет, если некоторые отрицательные или положительные НПР, существующие при комнатной температуре таковы, что они будут скомпенсированы термоупругими напряжениями, которые обусловлены увеличением температуры активного слоя в работающих опто- и микроэлектронных приборах [2]. Именно в таком случае активный слой переходит в ненапряженное состояние, при котором инжекционный лазер может работать очень долгое время (до 100 000 ч, т.е. до 10 лет непрерывной работы!).

Цель данной работы заключается в изучении различных типов отдельных дислокаций, выяснении фи-

зических причин, условий и механизмов их генерации или наследования из подложки в процессах наращивания эпитаксиальных слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}/\text{GaSb}$ в сложных симметричных двойных гетероструктурах (ДГС). Помимо этого целесообразно также выяснить разнообразие отдельных типов дислокаций, генерирующихся в реальных образцах ДГС, а также проследить их эволюцию в процессах выращивания. Мы использовали также последующие повторные отжиги выращенных и уже изученных неразрушающими рентгеновскими методами гетероструктур.

2. Некоторые экспериментальные детали

Симметричные двойные гетероструктуры типа $\text{GaSb}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}/\text{GaSb}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}/(001)\text{GaSb}$ для инжекционных лазеров выращены были методом жидкофазной эпитаксии с $x = 0.3$ и $y = 0.02$. Такие лазеры генерируют инфракрасное (ИК) излучение с длиной волны 1.78 мкм. Активным слоем в таких двойных гетероструктурах является тонкий слой GaSb. Слои твердых растворов инжектируют электроны и дырки в активный слой, где они генерируют ИК излучение в результате аннигиляции этих пар. Дислокации, имеющиеся в таких гетероструктурах, могут погубить инжекционные лазеры за несколько десятков часов их работы. Второй целью нашей работы [1] было также изучить следующее:

- а) в какой именно части эпитаксиальных слоев локализуются дислокационные ветви;
- б) какая физическая причина побуждает сегменты дислокаций или дислокационные ветви перемещаться в подложку;
- в) каковы условия и механизмы генерации и наследования дислокаций из подложки.

Для исследования дефектов структуры и измерения концентраций твердых растворов в ДГС в данной работе использовал комплекс неразрушающих рентгеновских топографических (РТГ) и дифрактометрических (РД)

[†] E-mail: gfk217@ire216.msk.ru

методов. Двухкристальный рентгеновский спектрометр (ДКРС) был создан нами на базе производимого в России стандартного рентгеновского дифрактометра типа ДРОН-2 и автоматического гониометра ГУР-5. Монохроматическое рентгеновское излучение $\text{CuK}\alpha_1$ было получено посредством брегговской дифракции в отражении $(004)\text{Ge}$ от пластинки монокристалла германия, срезанной по плоскости $(001)\text{Ge}$, установленной в блоке монохроматора на ГУР-5 [6]. Точность угловых измерений на этом гониометре $\pm 0.005^\circ$. Наш ДКРС использовался для двух рентгенодифрактометрических методов в некотором роде усовершенствованных автором [6]. В обоих методах ДКРС имеет нулевую дисперсию (с геометрией $n, -n$) и работает в автоматическом режиме при θ - 2θ сканировании со скоростями v и $2v$ для образца и счетчика соответственно. Вместо обычного и широко известного рентгеновского метода кривых качания, при котором полностью открытый счетчик устанавливается неподвижным под углом 2θ , автор заменил на метод дифракционных псевдокривых качания (ДПКК), когда полностью открытый счетчик (угол раскрытия счетчика $\sim 2^\circ$) перемещается одновременно с образцом при θ - 2θ сканировании. Для перехода от метода ДПКК к рентгенодифрактометрическому (РД) методу достаточно на входном окне счетчика установить узкую 50 мкм щель [6].

Комбинация этих двух рентгеновских методов РД и ДПКК дает возможность распознавать, в каких именно многослойных приборных структурах слои подвергались чисто упругой деформации, а в каких они претерпели пластическую деформацию. Кроме того, этими методами можно распознать и количественно измерить величины упругой или пластической деформаций. Эти данные можно использовать также для количественных расчетов величин плотности дислокаций в пластически деформированном слое многослойной гетероструктуры [6] или в сверхрешеточной приборной структуре. Эти же данные дают возможность провести прямые количественные измерения толщины тонкого слоя в эпитаксиальной системе, если этот тонкий слой подвержен только чисто упругой деформации, но не претерпел пластической деформации.

Для детальных исследований дефектной структуры таких сложных приборных структур, какими являются двойные гетеролазерные структуры (ДГЛС), в данной работе использовался прямой неразрушающий рентгенотопографический метод аномального прохождения (эффект Бормана) в строго коллимированном монохроматическом излучении $\text{MoK}\alpha_1$. Этот метод имеет более высокое линейное разрешение [6], чем тот же метод Бормана в излучении дуплета характеристических излучений анода $\text{MoK}\alpha_{1,2}$. Образцы двойных гетеролазерных структур для съемки по методу Бормана в $\text{MoK}\alpha_1$ -излучении устанавливаются на рентгенотопографической камере так, что рентгеновское излучение $\text{MoK}\alpha_1$ проходит через всю толщину подложки и далее оно

проходит через все гетероэпитаксиальные слои и только после этого достигает фотопластинки-топограммы. Физические основы количественного рентгенотопографического анализа дефектов кристаллической решетки в монокристаллических двойных гетероструктурах были разработаны ранее [2,5,6,7,8] и дополнены позже. Такой новый подход позволяет, измерив по изображениям на рентгенотопограммах величины длин дислокационных линий или их отдельных дислокационных сегментов, рассчитать затем их реальные величины в кристаллографических плоскостях действующих систем скольжения. Используя полученные таким образом экспериментальные рентгенотопографические данные и теорию дислокаций мы получаем возможность для расчета реальных величин упругих напряжений, связанных с измеренными дислокациями в реальных двойных гетероструктурах. Таким способом мы можем рассчитать глубины залегания дислокаций в одном из слоев или в подложке двойной гетероструктуры [6]. Для того чтобы правильно идентифицировать типы дислокаций надо отснять множество рентгеновских топограмм (до 12 штук!) для каждого из образцов двойных гетероструктур в отражениях от различных кристаллографических плоскостей типа $\{220\}$, $\{040\}$ и при различных направлениях векторов Бюргерса, включая и прямо противоположные направления.

После первых съемок серии топограмм от только что выращенных образцов те же самые образцы ДГС подвергались первому отжигу при температуре на 45 К ниже температуры выращивания (845 К) и повторному отжигу при температуре на 30 К выше температуры наращивания. Повторные отжиги позволяют выяснить влияние температурных и временных факторов на процессы генерации и распространения генерированных дислокаций в выращенных многослойных структурах. Рентгенотопографические съемки повторялись для каждого из образцов ДГС после первого и второго отжигов. Именно такой скрупулезный метод исследования и дал нам возможность решить выше названные проблемы.

3. Типы дислокаций, их происхождение и распространение в двойных гетероструктурах

Значительное разнообразие типов дислокаций и механизмов их генерации являются характерной особенностью изученных пятислойных двойных гетеролазерных структур (ДГЛС)



Съемка рентгеновских топограмм, представленных на рис. 1, $a-d$, в дифракционных отражениях со следующими

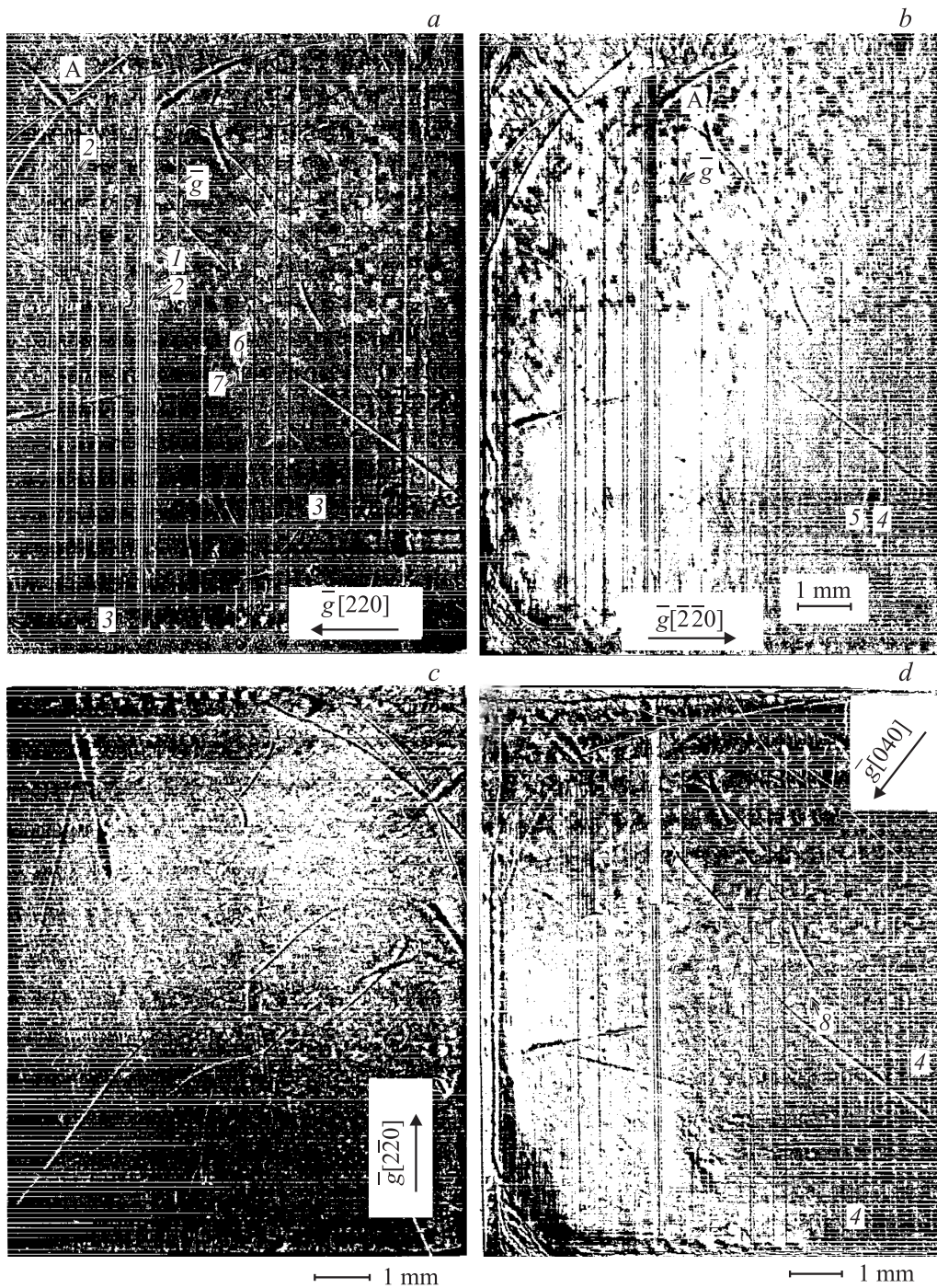


Рис. 1. Рентгеновские топограммы от пятислойных симметричных двойных гетеролазерных структур типа $\text{GaSb}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_{1-y}\text{Sb}_y/\text{GaSb}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_{1-y}\text{Sb}_y/\text{GaSb}$, полученных методом Бормана в $\text{MoK}\alpha_1$ -излучении в дифракционном отражении с направлением дифракционных векторов $\bar{g}[220]$ (a) и противоположным ему $\bar{g}[\bar{2}\bar{2}0]$ (b), $\bar{g}[040]$ (d) в (c) $\bar{g}[\bar{2}\bar{2}0]$ происходит коллапс дислокаций.

ми направлениями дифракционных векторов: $\bar{g}[220]$ (a) и противоположным первому $\bar{g}[\bar{2}\bar{2}0]$ (b), $\bar{g}[040]$ и $\bar{g}[220]$ (c) соответственно. Кристаллографическое направление $[1\bar{1}0]$ совпадает с более длинной стороной прямоугольного образца. Различные типы дислокаций или дислокационных конфигураций помечены цифрами 1–6 на этих топограммах. Первая из них при-

влекла наше внимание к большому количеству прямолинейных дислокаций параллельных большей стороне ДГС (рис. 1, a). Многие из них распространились на расстояния от одного до другого краев гетерослоев в выращенной ДГС. Некоторые из них начинались и заканчивались в центральной части или вблизи одного из краев ДГС.

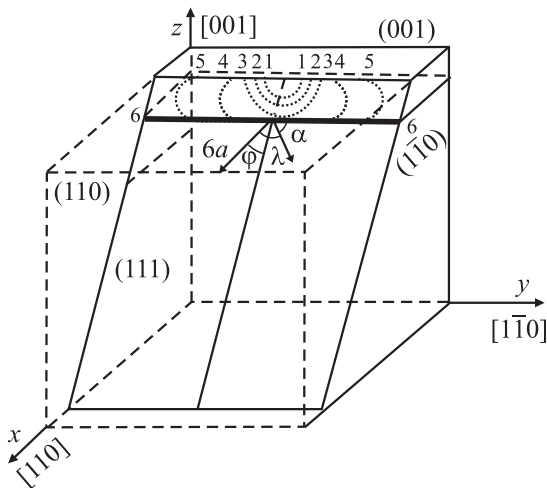


Рис. 2. Схема генерации дислокаций поверхностным дислокационным источником по механизму Мэттьюса.

Это указывает на то, что все эти зарегистрированные на топограммах прямолинейные дислокации расположены исключительно в гетерослоях. Они генерированы, наиболее вероятно, поверхностными дислокационными источниками по механизму Мэттьюса (рис. 2) [9–11]. Движение некоторых дислокационных групп было остановлено встреченными царапинами (на рис. 1, *a* помечены буквой А). Кроме того, хорошо видно, что различное количество прямолинейных дислокаций подошли к царапинам с противоположных сторон. Контраст обсуждаемых прямолинейных дислокаций во многих отношениях является необычным. Прежде всего контраст этих дислокаций не соответствует бормановскому белому контрасту в изображении на топограммах для всех дифракционных отражений.

На топограмме рис. 1, *a* мы можем видеть для некоторых прямолинейных дислокаций наиболее простой контраст. Например, как чисто белый или черный (цифры 1, 7 или 2 соответственно). Другие зарегистрированные прямолинейные дислокации имеют более сложный контраст, а именно: черно-бело-черный и бело-черно-белый (цифры 3 или 4 соответственно) и бело-черный или черно-белый (цифры 5, 6, 8, 9). Изменение контраста на противоположный, например с черно-бело-черного на бело-черно-белый или с белого на черный, обуславливается изменением направления вектора Бюргера на противоположное и является наиболее важной особенностью в изображении этих дислокаций на фотопластинках-рентгенограммах. Для того чтобы правильно объяснить наблюдаемые особенности контраста прямолинейных дислокаций, необходимо знать толщины подложки и гетерослоев в нашей ДГС. Толщины в них следующие: подложка $h_1 = 270$ мкм и слои в последовательности наращивания $h_2 = 1.5$ мкм, $h_3 = 0.6$ мкм, $h_4 = 1.2$ мкм, $h_5 = 3–5$ мкм. Сумма толщин всех гетероэпитаксиальных слоев в пределах 5–8 мкм. Если толщина достаточна для процесса динамического фор-

мирования дислокационного контраста, тогда сумма толщин всех гетероэпитаксиальных слоев около 5–8 мкм может обеспечить только кинематический контраст в изображении дислокаций, локализованных в гетерослоях нашей ДГС. Кроме того, экстинкционная длина для полупроводниковых материалов бинарных соединений $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ равна приблизительно сумме толщин гетерослоев в нашей ДГС, т.е. $\Lambda \approx 8$ мкм. Таким образом, обнаружение динамических и кинематических процессов вблизи поверхности выхода рентгеновского волнового поля из двойной гетероструктуры (ДГС) создает специфические условия для формирования контраста прямолинейных дислокаций вблизи поверхности выхода излучения из гетероструктуры. Ранее подобный, но более простой чисто-белый или черный контраст наблюдался для дислокаций несоответствия в гетероструктурах $Al_xGa_{1-x}P_yAs_{1-y}/GaAs$ [11]. Отличие наших экспериментальных рентгенотопографических (РТГ) данных от представленных в [11] мы связываем с более высоким линейным разрешением используемого в данной работе рентгенотопографического метода [6].

В данной работе были получены следующие оригинальные научные результаты:

1. Обнаружен необычный черно-бело-черный и бело-черно-белый контраст прямолинейных дислокаций, генерированных поверхностными дислокационными источниками и срабатывающими по механизму Мэттьюса в эпитаксиальных слоях в выращиваемых ДГС.

Принимая в расчет изменения дислокационного контраста мы идентифицируем эти дислокации как шестидесятиградусные (60°) дислокации. Противоположный контраст в этих дислокациях объясняется тем, что эти дислокации генерировались в противоположно наклоненных кристаллографических плоскостях октаэдрической системы скольжения, а именно в (111) и ($11\bar{1}$). Они имеют одинаковое направление самих линий дислокаций $\vec{l} = (1/\sqrt{2})[1\bar{1}0]$, но различные направления векторов Бюргера $\vec{b}_1 = (a/2)[10\bar{1}]$ и $\vec{b}_2 = (a/2)[0\bar{1}\bar{1}]$.

2. Были зарегистрированы две группы отдельных ветвей винтовых дислокаций с векторами Бюргера $b_3 = (a/2)[1\bar{1}0]$ и $b_4 = (a/2)[110]$. Они были генерированы краевыми дислокационными источниками и группы их дислокационных линий были взаимно перпендикулярными одни относительно других. Их отдельные ветви перемещались на расстояние 4–6 мкм от края ДГС. Одновременно с этим они смещались в подложку на глубины 50–130 мкм. Их искривленные сегменты выходили на свободную поверхность подложки, или посредством нескольких перегибов они проходили через все гетерослои и выходили на свободную поверхность верхнего гетерослоя.

3. Локальные поля внешних упругих напряжений, возникающие от царапин верхнего слоя, в процессе эпитаксии становятся источниками, генерирующими множество дислокационных петель или полупетель с размерами 50–350 мкм. Верхние и нижние ветви этих дислокационных петель локализируются в одном из гетерослоев

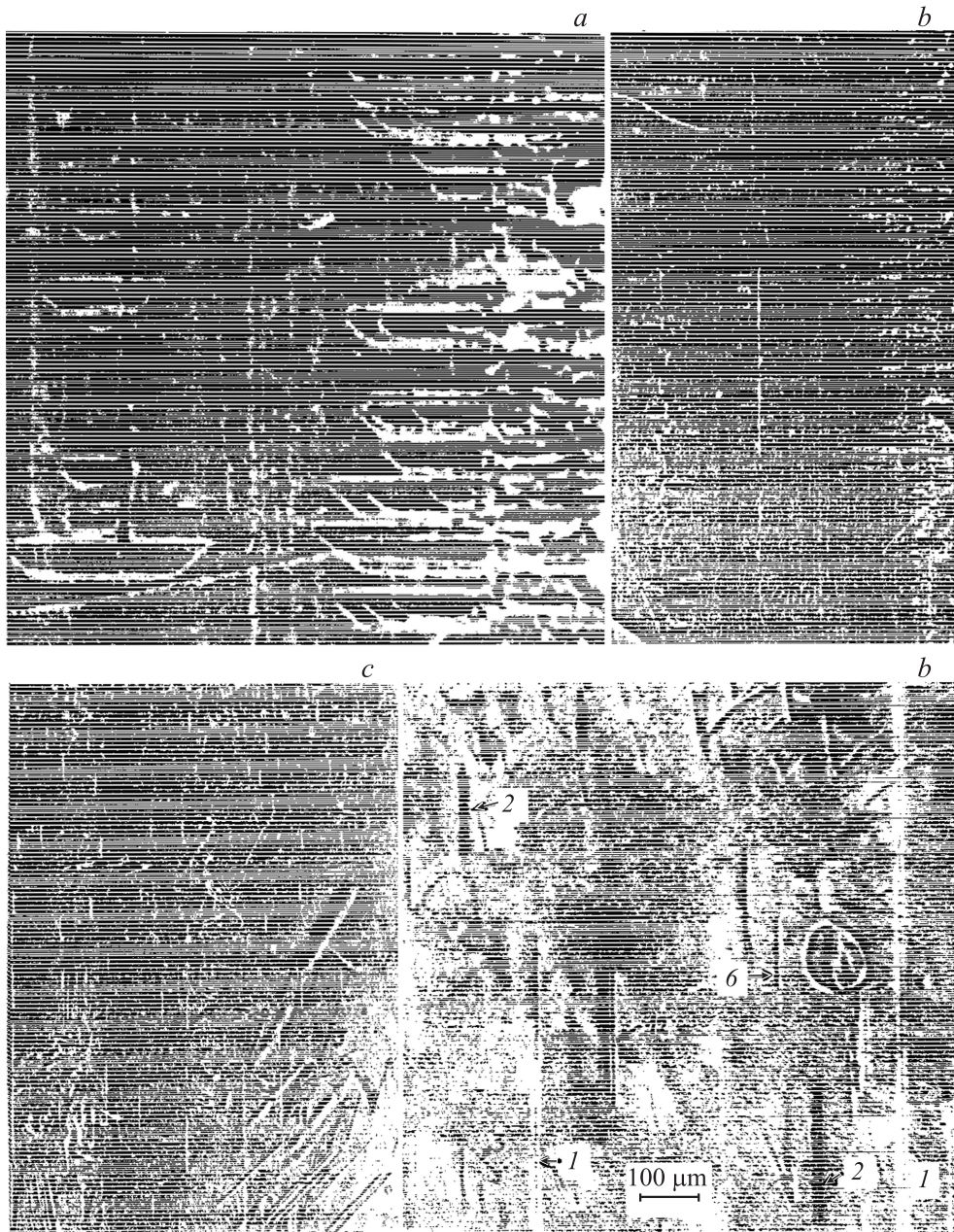


Рис. 3. Рентгеновские топограммы демонстрируют эволюцию трапециевидных дислокационных конфигураций до (a) и после (b) двух стадий отжига при температуре на 45 К меньше и второй отжиг на 30 К больше температуры выращивания ДГС (845 К). На (a) образовались дислокации трапециевидной формы. На (b) и (c) они практически исчезли. Результат эволюции ДГС представлен на (c) как коллапс ДГС в процессе выращивания, на (d) представлены короткие отрезки прямолинейных черных дислокаций, залегающих глубоко в ДГС и близкие к свободной поверхности ДГС белые дислокации. Поперечные белые тонкие линии не являются дислокациями.

или в подложке на глубине 40–100 мкм соответственно. Они являются 60-градусными дислокациями с векторами Бюргера $\vec{b}_1 = (a/2)[101]$ с единичным направлением $l = (1/\sqrt{2})[1\bar{1}0]$. В процессе последующих отжигов в основном эллиптическая форма дислокационных петель превращается в трапециевидную форму. Но после этого они под влиянием напряжений несоответствия претерпевают коллапс и теряют свою форму (см. топограммы (c) на рис. 1 и 3).

4. 180-градусный поворот дислокационных линий, nasledуемых из подложки, был зарегистрирован экспериментально впервые в двойных гетероструктурах (ДГС). В результате такого процесса образуются не только исключительно круглые дислокационные петли с двумя дислокационными ветвями различной длины и параллельные гетерогранице. Верхняя дислокационная ветвь длиной 4 мм лежит в одном из гетерослоев, а нижняя ветвь длиной 2 мм продвинулась в подложку на глубину

80 мкм. Упругие напряжения у вершины дислокационной петли, рассчитанные на основе измерения по топограмме радиуса ее кривизны, дали результат $\sim 4.7 \cdot 10^5$ Па.

5. Обращаем внимание на единичные дислокации такие же, как дислокационная петля, генерировавшаяся в ДГС во время процесса дополнительного отжига. В первом случае одна из ветвей дислокационной петли была расположена в гетерослое, тогда как другая ее ветвь переместилась в подложку на глубину 100–150 мкм.

6. Наклонные прямолинейные дислокации наследуются наращиваемыми эпитаксиальными слоями в процессе наращивания ДГС. Сложные дислокационные конфигурации формировались иногда самим процессом наращивания. Тем не менее дополнительные отжижки создают условия для изменения и главным образом упрощения дислокационных конфигураций, которые приобретают равновесные формы. Процессы необычного перемещения дислокаций стимулируются высоко температурным отжигом. Пример переползания через некоторые искривленные дислокационные сегменты показывает, что возникающие упругие напряжения способствуют выпрямлению дислокационных линий. Особенно важны изменения в тех частях дислокационных линий, которые находятся в подложке ДГС. И это несмотря на то что изменения формы дислокационной линии в многослойной гетероструктуре почти не происходит в течение процесса высокотемпературного отжига.

7. В представленном сообщении дано восемь топограмм и схематический рисунок. Рентгеновские топограммы показывают картины изображения реальных дефектов различного типа в кристаллических решетках для таких сложных систем, какими являются двойные гетероструктуры (ДГС). На основе рентгеновских топографических исследований характеризуется контраст их изображения и изменения их контраста в зависимости от направлений дифракционных векторов в отражениях от различных кристаллографических плоскостей. Были идентифицированы вектора Бюргерса этих дислокаций и дислокационных сегментов. Глубины расположения различных типов дислокаций или некоторых из их сегментов были измерены по топограммам, которые были обнаружены в пределах глубин от 50 до 250 мкм.

Список литературы

- [1] G.A. Rozgonyi, P.M. Petroff, M.B. Panish. *J. Cryst. Growth*, **27**, 106 (1974).
- [2] М.Г. Мильвидский, В.Б. Освенский. / *Кристаллография*, **22** (2), 431 (1977).
- [3] Ж.И. Алферов, Д.З. Гарбузов, Л.М. Долгинов, П.Г. Елисеев, М.Г. Мильвидский. *Вестник АН СССР*, № 4, 31 (1978).
- [4] Ю.А. Тхорик, Л.С. Хазан. *Пластическая деформация и дислокации несоответствия в гетероэпитаксиальных системах*. (Киев, Наук. думка, 1983), с. 304.
- [5] М.Г. Мильвидский, В.Б. Освенский. *Структура дефектов в эпитаксиальных слоях полупроводников*. (М., Металлургия, 1985) с. 205.
- [6] Г.Ф. Кузнецов. *Кристаллография*, **40** (5), 936 (1995).
- [7] Г.Ф. Кузнецов. *Кристаллография*, **40** (5), 936 (1995).
- [8] Г.Ф. Кузнецов, Б.Н. Миронов, В.Я. Филипченко, А.А. Хазанов. *Деп. в ВНИИГИ РАН (М., 1987) № 5, 340-B87*,
- [9] Г.Ф. Кузнецов. *Автореф. докт. дис. (М. ИРЭ АН СССР, 1989)*.
- [10] Г.Ф. Кузнецов. *Препринт ИРЭ АН СССР (М., 1986) № 2 (441), с. 31*.
- [11] W.J. Bartels, W.J. Nijman. *Crystal Growth*, **37**, 204 (1977).

Редактор Т.А. Полянская

Peculiarities of defect formation in the process of growing of double heterostructures for injection lasers on base materials $Al_xGa_{1-x}As_ySb_{1-y}/GaSb$

G.F. Kuznetsov

Fryazino branch of the Institute of Radioengineering and Electronics, Russian Academy of Sciences, 141190 Fryazino, Russia

Abstract The absence of a crystal lattice defects and, in particular, a lack of dislocations in the active layer in complex multi-layer heteroepitaxial systems is the main condition for the effective and reliable operation of opto-electronic microdevices. Minimum elastic stresses in multilayer heteroepitaxial systems and their absence in the active layer when the high temperature which occurs in effectively working electronic device, is the second necessary condition for the period of its long-term operation.