

Влияние промежуточного низкотемпературного нагрева на преципитацию в нестехиометрическом GaAs

© Л.А. Снигирев¹, Н.А. Берт¹, В.В. Преображенский², М.А. Путято²,
Б.Р. Семягин², В.В. Чалдышев¹

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
Сибирского отделения Российской академии наук,
630090 Новосибирск, Россия

E-mail: leonidsnigirev17@gmail.com

Поступила в Редакцию 10 августа 2023 г.

В окончательной редакции 22 августа 2023 г.

Принята к публикации 28 августа 2023 г.

Методом просвечивающей электронной микроскопии изучалась начальная стадия формирования преципитатов при постростовом отжиге нестехиометрических GaAs и GaAs_{0.97}Sb_{0.03}, выращенных молекулярно-пучковой эпитаксией при низкой (150°C) температуре на подложке GaAs(001) с промежуточным прерыванием роста и нагревом до 250°C. Обнаружено, что кратковременный промежуточный нагрев, несмотря на низкую температуру, приводит к выпадению более крупных частиц при последующем постростовом отжиге по сравнению с материалом, не подвергавшемся такому нагреву. Этот эффект объясняется высокой концентрацией избыточного мышьяка в LT-GaAs и LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03}, выращенных при 150°C, усиленной диффузией вследствие высокой концентрации неравновесных вакансий галлия и беспороговым возникновением зародышей.

Ключевые слова: нестехиометрический арсенид галлия, LT-GaAs, преципитация.

DOI: 10.61011/FTP.2023.06.56482.5487

1. Введение

Эпитаксиальные слои арсенида галлия, выращиваемые методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) при низкой (обычно 200–300°C) температуре (LT-GaAs), оказываются нестехиометрическими в результате захвата избыточного мышьяка, который в основном встраивается в кристаллическую решетку GaAs в виде антиструктурных дефектов As_{Ga} с концентрацией, достигающей ~1% [1]. При постростовом отжиге избыточный мышьяк образует наноразмерные кристаллические преципитаты, полукогерентно встроенные в матрицу LT-GaAs, и материал приобретает высокое удельное сопротивление (до 10⁸ Ом·см) и субпикосекундное время жизни носителей заряда.

Благодаря таким свойствам LT-GaAs нашел применение в качестве изолирующих слоев, подавляющих перекрестные помехи в арсенид-галлиевых интегральных схемах с МОП-транзисторами [2]. В последнее время интерес к этому материалу вновь усилился в связи с перспективами его применения для ультрабыстрых фоторезистивных коммутаторов [3], эмиттеров и приемников терагерцового излучения [4–7].

Выращивание слоев LT-GaAs при низких температурах сопряжено с проблемой срыва эпитаксиального роста [8,9], что обусловлено постепенным огрублением ростовой поверхности по мере увеличения толщины растущего слоя из-за рассогласования постоянных кристаллической решетки и подавления миграции адато-

мов [10]. Обычно критическая толщина эпитаксиального слоя, на которой сохраняется хорошее кристаллическое качество, составляет ~1 мкм при температуре эпитаксии 200°C, и она существенно уменьшается при использовании более низких температур. Это обстоятельство ограничивает возможные области применения LT-GaAs с сильным отклонением от стехиометрии, но с низкой плотностью протяженных структурных дефектов.

Для восстановления гладкости ростового фронта применяется промежуточное прерывание роста с кратковременным (~10 мин) повышением температуры, после чего она вновь понижается до температуры эпитаксии, и рост возобновляется [11,12]. Таким способом удается получить относительно толстые слои при низкотемпературной эпитаксии различных материалов. Для LT-GaAs обнаружено, что критическая толщина срыва роста резко возрастает при превышении температуры 240°C [9]. В то же время считается, что преципитация избыточного As начинается с температуры отжига ~400°C [13–15]. Представляется, что это открывает возможность использования промежуточной низкотемпературной (~250°C) термообработки в процессе эпитаксиального роста для увеличения толщины слоев LT-GaAs без влияния на формирование нанопреципитатов при пост-ростовом отжиге.

В данной статье представлены результаты экспериментального изучения воздействия промежуточной остановки роста с нагревом до температуры 250°C в процессе выращивания LT-GaAs и LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03} на

характеристики ансамбля преципитатов, сформированных в результате постростового отжига.

2. Методика эксперимента

Эпитаксиальные слои LT-GaAs и LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03} выращивались методом МПЭ на подложке полуизолирующего GaAs с ориентацией поверхности (001) ± 0.5°. Перед осаждением эпитаксиальных слоев подложка нагревалась до температуры 580°C для удаления предохранительного окисла. Его десорбция отслеживалась по изменению картины дифракции быстрых электронов на отражение (ДБЭ) от диффузного рассеяния к отчетливым структурным рефлексам. Температура измерялась термопарой, встроенной в держатель образца. Показания термопары были откалиброваны по известным температурам перестройки поверхности GaAs, что определялось также с помощью ДБЭ. После удаления окисла на подложке при той же температуре 580°C выращивался буферный слой GaAs толщиной 0.2 мкм. Затем температура опускалась до 150°C, и начинался рост слоя LT-GaAs или LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03}. Для предотвращения срыва эпитаксиального роста предпринимались остановки роста с промежуточным нагревом до 250°C, который осуществлялся, как только на картине ДБЭ становились существенными признаки диффузного рассеяния. Прерывание роста осуществлялось путем перекрытия потока галлия, при этом эпитаксиальный слой оставался под давлением потока мышьяка. Время подъема температуры от 150 до 250°C составляло 5 мин, интервал выдержки при этой температуре контролировался по исчезновению вклада диффузного рассеяния на картине ДБЭ и длился ~ 2 мин. Затем осуществлялся возврат к температуре роста, что занимало около 10 мин. Для получения слоя толщиной 1 мкм потребовалось однократное прерывание роста с нагревом для LT-GaAs и двукратное — для LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03}. По достижении заданной толщины в 1 мкм на выращенный слой была нанесена эпитаксиальная пленка AlAs толщиной 5 нм, служащая диффузионным барьером, предотвращающим улет As при постростовом отжиге. Рост заканчивался осаждением пленки GaAs такой же толщины для защиты AlAs от окисления.

Выращенные образцы разделялись на несколько частей, одна из которых не подвергалась отжигу, а другие были отожжены при температурах 400 или 600°C в течение 15 мин в ростовой камере установки МПЭ под давлением паров As₄.

Структурные исследования полученных эпитаксиальных слоев LT-GaAs и LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03} проводились методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) в микроскопе JEM-2100F (JEOL, Япония), имеющем ускоряющее напряжение 200 кВ. Электронно-прозрачные образцы для ПЭМ приготавливались в поперечном сечении (110) посредством общепринятой процедуры механической шлифовки-полировки для начального утончения и финишного ионного распыления.

Для исследования использовались методы дифракционной микроскопии как в режиме изображения с дифракционным или фазовым контрастом, так и в режиме дифракции с выбранного участка.

3. Экспериментальные результаты и обсуждение

На рис. 1 представлено электронно-микроскопическое изображение поперечного сечения образца LT-GaAs, прошедшего постростовой отжиг при температуре 400°C. Измеренная по изображению толщина эпитаксиального слоя составляет 950 нм. Линия темного контраста, наблюдающаяся в слое LT-GaAs на расстоянии 650 нм от границы с буферным слоем GaAs, соответствует прерыванию роста, в результате чего ростовая поверхность оказалась декорирована частицами остаточной атмосферы. Присутствие посторонних частиц, очевидно, привело за счет гетерогенного зародышеобразования к формированию более крупных преципитатов As, чем в объеме слоя, где зародышеобразование является гомогенным. Благодаря этому можно отчетливо определить области слоя, подвергавшиеся и не подвергавшиеся промежуточному нагреву *in situ*.

На рис. 2 показано увеличенное изображение участка слоя LT-GaAs возле границы, отделяющей области с промежуточным нагревом и без него, после постростового отжига при 400°C. В области выше границы, не подвергавшейся промежуточному нагреву, наблюдаются мелкие преципитаты, сформировавшиеся, очевидно, в

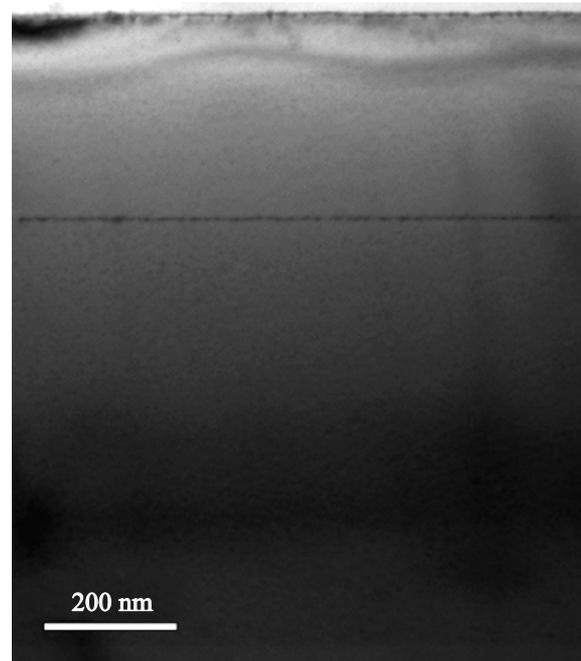


Рис. 1. Светлопольное изображение в двухлучевых условиях ($g = 002$) образца LT-GaAs в поперечном сечении (110) после отжига при 400°C.

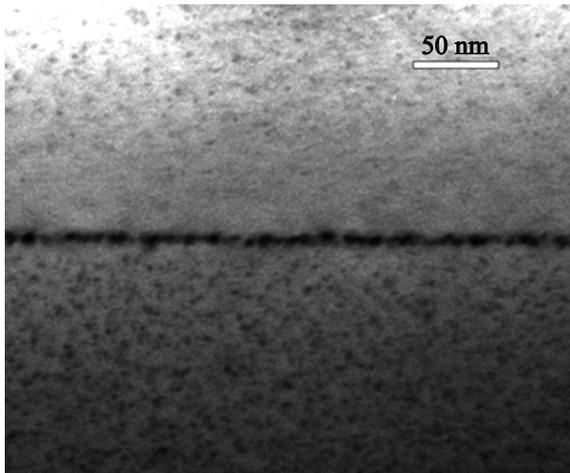


Рис. 2. Увеличенное светлопольное изображение в двухлучевых условиях ($g = 002$) участка образца LT-GaAs возле границы, отделяющей области с промежуточным нагревом и без него, после постростового отжига при 400°C .

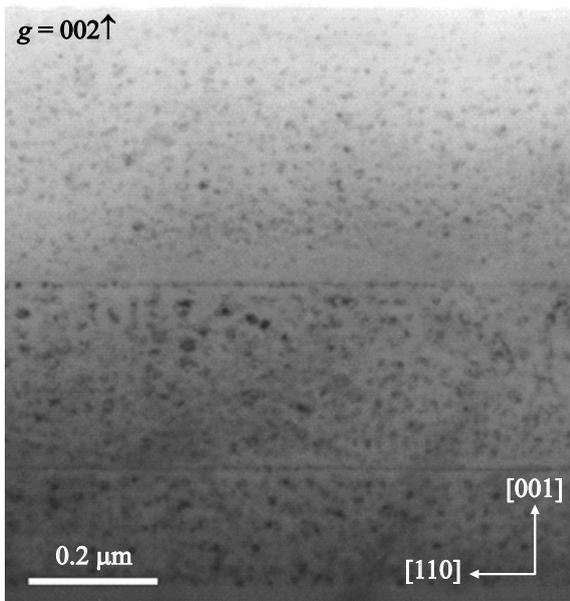


Рис. 3. Светлопольное изображение в двухлучевых условиях ($g = 002$) образца LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03} в поперечном сечении (110) после отжига при 400°C .

результате постростового отжига при относительно низкой температуре 400°C . Визуально определяется также, что в области ниже границы, т.е. подвергнутой промежуточному нагреву до 250°C , преципитаты крупнее и их концентрация выше, чем в верхней, которая такому нагреву не подвергалась. Сравнительная статистическая обработка полученных изображений затруднена из-за малого размера частиц. Оценка среднего размера выпавших преципитатов дает значение 1–2 нанометра в верхней области и 1.5–3 нанометра в нижней.

Подобный же эффект более отчетливо наблюдается в LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03}. Присутствие сурьмы в твердом растворе приводит к тому, что она принимает участие в преципитации, и формирующиеся частицы оказываются сплавом AsSb [16]. На рис. 3 представлено ПЭМ-изображение поперечного сечения эпитаксиального слоя LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03}, выращенного с двукратным прерыванием роста и нагреве до 250°C . Можно видеть, что верхняя область слоя, не подвергавшаяся промежуточному нагреву, содержит более мелкие частицы, чем нижележащие области, испытавшие однократный (средняя) или двукратный (нижняя) нагрев.

Более детальные изображения трех областей эпитаксиального слоя приведены на рис. 4. В верхней области, не подвергавшейся промежуточному нагреву (рис. 4, *a*), присутствуют частицы, размер которых отчетливо меньше, чем в нижних областях, прошедших однократный и двукратный нагрев (рис. 4, *b* и *c*). В областях, прошедших промежуточный нагрев, возле некоторых частиц отображаются мелкие дислокационные петли, возникающие из-за релаксации упругих напряжений при достижении частицей критического размера 8 нм [17].

Увеличенный размер частиц позволил провести статистическую обработку полученных изображений, которая выдает средний размер D_p и средний объем V_p частиц. Для определения концентрации частиц N_p с помощью метода дифракции электронов в сходящемся пучке измерялась толщина ПЭМ-ламели в каждой из областей. Полученные значения концентрации частиц для трех областей приведены в таблице. Там же указана рассчитанная по измеренным значениям среднего объема V_p и концентрации N_p объемная доля частиц второй фазы f .

Как следует из приведенных в таблице значений, в области без промежуточного нагрева размер и объем частиц оказываются меньше, чем в областях, подвергнутых промежуточному нагреву. В то же время концентрация частиц в верхней области примерно вдвое выше, чем в нижних. Объемная доля частиц в верхней области оказывается существенно меньше, чем в нижних. Это означает, что в верхней области, не подвергавшейся промежуточному нагреву, сохраняется повышенная концентрация антиструктурных дефектов As_{Ga} по сравнению с нижними областями, прошедшими такую процедуру.

Таким образом, после постростового отжига при 400°C области эпитаксиальных слоев LT-GaAs и LT-GaAsSb, подвергнутые промежуточному нагреву при низкой (250°C) температуре, при которой считается, что выпадения избыточного мышьяка в преципитаты не происходит, содержат более крупные частицы, чем области, выращенные без промежуточного нагрева. Очевидно, в процессе промежуточного нагрева, несмотря на низкую температуру, активируется диффузия, и происходит, как минимум, формирование зародышей новой фазы. Как известно, диффузия в катионной подрешетке GaAs, где и локализованы антиструктурные дефекты As_{Ga}, осуществляется по вакансионному механизму [18,19]. В LT-GaAs концентрация вакансий V_{Ga} возрастает с

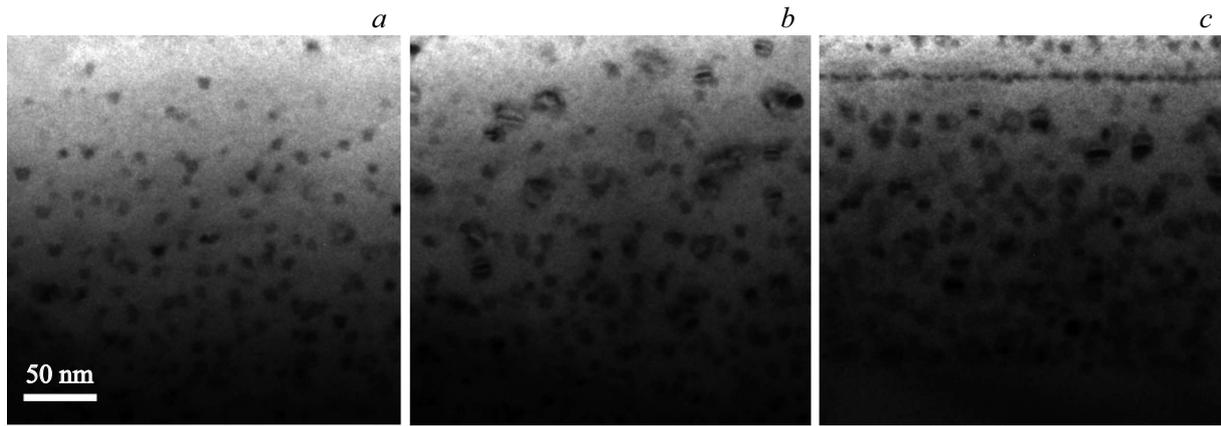


Рис. 4. Увеличенные светлопольные изображения в двухлучевых условиях ($g = 002$) верхней (a), средней (b) и нижней (c) областей слоя LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03} после постростового отжига при 400°C.

Параметры ансамбля частиц второй фазы в LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03} после постростового отжига при 400°C

Область	Средний размер частицы D_p , нм	Средний объем частицы V_p , нм ³	Концентрация частиц N_p , 10^{16} см ⁻³	Объемная доля f , 10^{-3}
Верхняя	4.9	82	2.8	2.3
Средняя	7	337	1.4	4.7
Нижняя	7.5	312	1.3	4.1

понижением температуры роста и для 200°C превышает 10^{18} см⁻³ [20,21]. Так как эффективный коэффициент диффузии при вакансионном механизме прямо пропорционален концентрации вакансий, он оказывается на много порядков выше, чем в стехиометрическом материале [22–24]. При этом диффузия является нестационарной из-за постепенной аннигиляции неравновесных вакансий [25], и в начальный момент она характеризуется лишь энтальпией миграции вакансий и наиболее усилена, так что даже при кратковременном нагреве до 250°C, очевидно, активируется миграция As_{Ga}.

Чтобы зародыш, возникший в результате диффузии, оказался устойчивым и продолжил развиваться, его радиус должен оказаться больше критического. Как следует из рассмотрения изменения внутренней энергии при диффузионном распаде пересыщенного раствора, критический радиус зародыша r^* может быть оценен из соотношения

$$r^* = \frac{2\sigma v_a}{kT \ln S - E_{cl}}, \quad (1)$$

где σ — межфазное натяжение, v_a — атомный объем, S — пересыщение (отношение избыточной концентрации к равновесной). Упругую энергию нановключения в приближении сплошной среды можно оценить как [26]

$$E_{cl} = \frac{8\pi(1+\nu)}{3(1-\nu)} G \left(\frac{\Delta v_a}{v} \right)^{2/3} r^3, \quad (2)$$

где G — модуль сдвига, ν — коэффициент Пуассона, v_a/v — относительное несоответствие атомных объемов в частице и матрице.

Для преципитатов As в LT-GaAs вклад упругой энергии несуществен в силу малости несоответствия атомных объемов в частице и в матрице (0.0225 нм³ для ромбоэдрического мышьяка и 0.0226 нм³ для GaAs). Для оценки критического радиуса зародыша в твердом растворе As в GaAs используем экспериментальное значение поверхностного натяжения кристаллического мышьяка 260 мДж/м² [27]. Концентрация антиструктурных дефектов [As_{Ga}] в LT-GaAs определялась в образце, отожженном при 600°C, что приводит к полному выпадению избыточного мышьяка в преципитаты [16]. Исходя из среднего объема частицы $V_p = 870$ нм³ и их концентрации $N_p = 5.9 \cdot 10^{15}$ см⁻³ начальное содержание [As_{Ga}] вычисляется как $1 \cdot 10^{20}$ см⁻³. Аналогичное значение получается для LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03}, где $V_p = 1400$ нм³ и $N_p = 4.2 \cdot 10^{15}$ см⁻³. Термодинамически равновесную концентрацию [As_{Ga}] можно оценить как

$$[As_{Ga}] = N_{Ga} \exp(-E_f/kT), \quad (3)$$

где N_{Ga} — концентрация атомов в катионной подрешетке, а E_f есть энтальпия формирования антиструктурного дефекта. Используя энтальпию формирования As_{Ga}, которая для полуизолирующего GaAs примерно равна 1.6 эВ [28,29], для температуры нагрева $T_h = 250$ °C получим равновесную концентрацию $As_{Ga} \sim 10^7$ см⁻³. В результате критический радиус оказывается < 0.15 нм, т.е. сопоставимым с межатомным расстоянием. Такой же вывод о беспороговом формировании зародышей As в LT-GaAs следует из моделирования методом функционала плотности в приближении сильной связи [30]. Вслед-

ствии беспорогового формирования возникший мелкий кластер не диссоциирует и продолжает расти при последующем постростовом отжиге.

В случае $\text{LT-GaAs}_{0.97}\text{Sb}_{0.03}$ в формировании частиц новой фазы принимает участие Sb, диффундирующая по межузельному механизму [31,32]. В частице новой фазы в дополнение к мышьяку оказывается сурьма, увеличивая размер преципитата. Возникающая при вхождении сурьмы в преципитат добавочная упругая энергия должна, согласно формуле (1), увеличивать критический радиус зародыша новой фазы. Однако при исключительно малом размере зародыша вклад энергии упругих сил оказывается несущественным по сравнению с энергией, выделяющейся при фазовом переходе. В результате зарождение преципитатов в $\text{LT-GaAs}_{0.97}\text{Sb}_{0.03}$, как и в LT-GaAs , оказывается беспороговым процессом.

Появление зародыша рассматривается как флуктуационный процесс, и массовому выпадению растворенного вещества предшествует инкубационный период, в течение которого достигается стационарная концентрация зародышей критического размера [33]. Как следствие, в эпитаксиальном LT-GaAs массовый рост частиц второй фазы в области, не подвергавшейся промежуточному нагреву, при постростовом отжиге запаздывает во времени, и в результате выпавшие частицы оказываются меньше по размеру, чем в области, прошедшей промежуточный нагрев, т.е. уже миновавшей инкубационный период.

4. Заключение

В результате проведенных электронно-микроскопических исследований обнаружено, что предварительный кратковременный нагрев LT-GaAs или $\text{LT-GaAs}_{0.97}\text{Sb}_{0.03}$ до относительно низкой температуры в 250°C , при которой выпадения преципитатов не ожидалось, приводит в результате последующего постростового отжига при 400°C к формированию более крупных частиц по сравнению с частицами в материале, не подвергавшемся предварительному нагреву. Этот эффект объясняется сильным пересыщением LT-GaAs и $\text{LT-GaAs}_{0.97}\text{Sb}_{0.03}$, выращенных при 150°C , усиленной диффузией вследствие высокой концентрации неравновесных вакансий галлия и беспороговым возникновением зародышей. Влияние низкотемпературной обработки LT-GaAs и твердых растворов на его основе следует учитывать при формировании ансамбля преципитатов на этапе постростового отжига.

Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-22-20105, <https://rscf.ru/project/22-22-20105/> и гранта Санкт-Петербургского научного фонда в соответствии с соглашением от 14.04.2022 г. № 25/2022.

Благодарности

Исследования методом ПЭМ выполнены с использованием оборудования федерального ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“, поддержанного Министерством образования и науки России (Уникальный идентификатор проекта RFMEFI62117X0018).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] M.R. Melloch, J.M. Woodall, E.S. Harmon. *Ann. Rev. Mater. Sci.*, **25**, 547 (1995).
- [2] H. Thomas, J.K. Luo, D.V. Morgan, M. Lipka, E. Kohn. *Semicond. Sci. Technol.*, **11**, 1333 (1996).
- [3] C. Tannoury, M. Billet, C. Coinon, J-F. Lampin, E. Peytavit. *Electron. Lett.*, **56** (17), 897 (2020).
- [4] A. Jooshesh, F. Fesharaki, V. Bahrami-Yekta, M. Mahtab, T. Tiedje, T. Darcie, R. Gordon. *Opt. Express*, **25** (18), 22140 (2017).
- [5] E.A. Prieto, A.D.L. Reyes, V.D.A. Vistro, N.I. Cabello, M.A. Faustino, J.P. Ferrolino, J.D. Vasquez, H. Bardolaza, J.P. Afalla, V.K. Magusara, H. Kitahara, M. Tani, A. Somintac, A. Salvador, E. Estacio. *Appl. Phys. Express*, **13**, 082012 (2020).
- [6] Zhi-Chen Bai, Xin Liu, Jing Ding, Hai-Lin Cui, Bo Su, Cun-Lin Zhang. *J. Mod. Opt.*, **68** (15), 824 (2021).
- [7] O.M. Abdulmunem, K.I. Hassoon, J. Völkner, M. Mikulics, K.I. Gries, J.C. Balzer. *J. Infr. Millim Terahertz Waves*, **38**, 574 (2017).
- [8] Z. Liliental-Weber, W. Swider, K. Yu, J. Kortright, F. Smith, A. Calawa. *Appl. Phys. Lett.*, **58**, 2153 (1991).
- [9] D.J. Eaglesham, L.N. Pfeiffer, K.W. West, D.R. Dykaar. *Appl. Phys. Lett.*, **58**, 65 (1991).
- [10] J. Herfort, V.V. Preobrazhenskii, N. Boukos, G. Apostolopoulos, K.H. Ploog. *Physica E: Low-Dim. Syst. Nanostructur.*, **13** (2–4), 1190 (2002).
- [11] D.J. Eaglesham. *J. Appl. Phys.*, **77** (8), 15 (1995).
- [12] A.E. Yachmenev, S.S. Pushkarev, R.R. Reznik, R.A. Khabiullin, D.S. Ponomarev. *Progr. Cryst. Growth Charact. Mater.*, **66**, 100485 (2020).
- [13] Z. Liliental-Weber, K.M. Yu, J. Washburn, D.C. Look. *J. Electron. Mater.*, **22**, 1395 (1993).
- [14] N.A. Bert, V.V. Chaldyshev, A.A. Suvorova, V.V. Preobrazhenskii, M.A. Putyato, B.R. Semyagin, P. Werner. *Appl. Phys. Lett.*, **74** (11), 1588 (1999).
- [15] I.S. Gregory, C. Baker, W.R. Tribe, M.J. Evans, H.E. Beere, E.H. Linfield, A.G. Davies, M. Missous. *Appl. Phys. Lett.*, **83** (20), 4199 (2003).
- [16] N. Bert, V. Ushanov, L. Snigirev, D. Kirilenko, V. Ulin, M. Yagovkina, V. Preobrazhenskii, M. Putyato, B. Semyagin, I. Kasatkin, V. Chaldyshev. *Materials*, **15**, 7597 (2022).
- [17] V.V. Chaldyshev, N.A. Bert, A.E. Romanov, A.A. Suvorova, A.L. Kolesnikova, V.V. Preobrazhenskii, M.A. Putyato, B.R. Semyagin, P. Werner, N.D. Zakharov, A. Claverie. *Appl. Phys. Lett.*, **80**, 337 (2002).

- [18] U.M. Gösele, T.Y. Tan, M. Schultz, U. Egger, P. Werner, R. Scholz. *Otwin Breitenstein. Def. Dif. Forum*, **143–147**, 1079 (1997).
- [19] D. Shaw. *Diffusion in Semiconductors* (Springer Handbook of Electronic and Photonic Materials, 2007).
- [20] J. Gebauer, F. Börner, R. Krause-Rehberg, T.E.M. Staab, W. Bauer-Kugelmann, G. Kögel, W. Triftshäuser, P. Specht, R.C. Lutz, E.R. Weber, M. Luysberg. *J. Appl. Phys.*, **87** (12), 15 (2000).
- [21] M. Luysberg, H. Sohn, A. Prasad, P. Specht, Z. Liliental-Weber, E.R. Weber, J. Gebauer, R. Krause-Rehberg. *J. Appl. Phys.*, **83**, 561 (1998).
- [22] Y.K. Sin, Y. Hwang, T. Zhang, R.M. Kolbas. *J. Electron. Mater.*, **20**, 465 (1991).
- [23] J.S. Tsang, C.P. Lee, S.H. Lee, K.L. Tsai, C.M. Tsai, J.C. Fan. *J. Appl. Phys.*, **79** (2), 664 (1996).
- [24] N.A. Bert, V.V. Chaldyshev, Yu.G. Musikhin, A.A. Suvorova, V.V. Preobrazhenskii, M.A. Putyato, B.R. Semyagin, P. Werner. *Appl. Phys. Lett.*, **74** (10), 1442 (1999).
- [25] R. Geursen, I. Lahiri, M. Dinu, M.R. Melloch, D.D. Nolte. *Phys. Rev. B*, **60**, 10926 (1999).
- [26] V.V. Chaldyshev, A.L. Kolesnikova, N.A. Bert, A.E. Romanov. *J. Appl. Phys.*, **97**, 024309 (2005).
- [27] D. Bouša, E. Otyepková, P. Lazar, M. Otyepka, Z. Sofer. *Chem. Nano Mater.*, **6**, 821 (2020).
- [28] A. Chroneos, H.A. Tahini, U. Schwingenschlogl, R.W. Grimes. *J. Appl. Phys.*, **116**, 023505 (2014).
- [29] M. Jiang, H. Xiao, S. Peng, L. Qiao, G. Yang, Z. Liu, X. Zu. *Nanoscale Res. Lett.*, **13**, 301 (2018).
- [30] T.E.M. Staab, R.M. Nieminen, M. Luysberg, Th. Frauenheim. *Phys. Rev. Lett.*, **95**, 125502 (2005).
- [31] M. Schultz, U. Egger, R. Scholz, O. Breitenstein, U. Gosele, T. Tan. *J. Appl. Phys.*, **83**, 5295 (1998).
- [32] N. Engler, H.S. Leipner, R.F. Scholza, P. Werner, U. Gosele. *Physica B: Condens. Matter*, **308–310**, 742 (2001).
- [33] М.П. Анисимов. *Успехи химии*, **72** (7), 664 (2003).

Редактор А.Н. Смирнов

Influence of intermediate low-temperature heating on precipitation in nonstoichiometric GaAs

L.A. Snigirev¹, N.A. Bert¹, V.V. Preobrazhenskii², M.A. Putyato², B.R. Semyagin², V.V. Chaldyshev¹

¹ Ioffe Institute,

194021 St. Petersburg, Russia

² Rzhanov Institute of Semiconductor Physics
Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,
630090 Novosibirsk, Russia

Abstract Initial stage of precipitate formation during post-growth annealing of nonstoichiometric GaAs and GaAs_{0.97}Sb_{0.03} grown by low-temperature (150°C) MBE on GaAs (001) substrate with intermediate growth interruption and simultaneous heating up to 250°C was studied by transmission electron microscopy. Short-term intermediate heating despite the low temperature was revealed to result in the precipitation of larger particles during subsequent post-growth annealing compared to the material not subjected to such heating. This effect is explained by the huge concentration of excess arsenic in LT-GaAs and LT-GaAs_{0.97}Sb_{0.03} grown at 150°C, enhanced diffusion due to the high concentration of nonequilibrium gallium vacancies, and non-threshold nucleation.