

# As 保护下的生长中断时间对 AlSb/InAs 超晶格界面粗糙度的影响\*

李志华 王文新† 刘林生 蒋中伟 高汉超 周均铭

(中国科学院物理研究所, 北京 100080)

(2006 年 4 月 26 日收到, 2006 年 9 月 16 日收到修改稿)

用分子束外延设备(MBE)在 GaAs(100)衬底上生长了 InSb 型界面的 AlSb/InAs 超晶格, 界面生长过程中采用了 As 保护下不同的中断时间. 运用掠入射 X 射线反射技术(GIXRR)对样品进行了测量, 并对测量结果进行了模拟和分析, 发现 As 保护下生长中断 20 s 能获得最平整的 AlSb/InAs 界面. 结合分析显微镜下观察到的样品形貌, 过短的界面中断时间会导致界面富 In 并形成 In 点, 而过长的中断时间会导致 AlAs 型界面的形成, 两者都使界面变得粗糙. 另外, 还讨论了生长中断在分子束外延生长中的应用.

关键词: 分子束外延, 生长中断, 超晶格, 掠入射 X 射线反射

PACC: 8115, 6110F, 7340L, 7280E

## 1. 引 言

因为 InAs 和 AlSb 之间高达 1.35 eV 的导带不连续性, 以及 InAs 材料的高电子迁移率, 室温下能达到  $30000 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ , 使得 AlSb/InAs 异质结在电子器件领域有着广阔的应用前景, 例如, 高电子迁移率晶体管<sup>[2,3]</sup>, 异质结双极晶体管<sup>[4,5]</sup>和共振隧穿二极管<sup>[6]</sup>. 半导体器件的光学、电学等性能对异质结界面性质是非常敏感的. AlSb/InAs 异质结界面因为两边的 III, V 族元素全部改变了, 所以能形成 InSb 型和 AlAs 型两种界面. 已有研究者证明 InSb 型界面能给 InAs/AlSb 量子阱带来更好的电子迁移特性<sup>[7,8]</sup>, 因为 InSb 比 AlAs 更容易形成平整的突变界面<sup>[9]</sup>, 并有效地减少材料中的位错密度<sup>[10]</sup>.

但是, 要获得高质量的 InSb 型界面并不容易, 界面质量依赖于生长温度、各源的束流大小以及界面生长时的快门控制等因素. 对于 AlSb/InAs 异质结, 在界面生长过程中调整合适的生长中断时间是很重要的<sup>[11-13]</sup>.

本文采用了不同的 As 保护中断时间生长了五个 AlSb/InAs 超晶格样品, 并用 GIXRR 等方法对其进行了测量和分析.

## 2. GIXRR 原理

近年来, GIXRR 技术(也称为小角度镜面反射)逐渐成为了分析表面和界面的有力工具<sup>[14-16]</sup>. 下面简单介绍 GIXRR 技术的原理及进行界面粗糙度模拟所涉及到的相关理论.

假如一束平面波入射到一个包含  $N$  层外延膜的样品上, 经过每一个界面时, 波的传播都分成反射和透射两部分, 第  $l$  个界面的反射率可由 Parratt 递归公式得到<sup>[17]</sup>

$$R_l = \frac{E_{l,r}}{E_{l,i}} = \exp(2ik_{z,l}z_l) \times \frac{r_l + R_{l+1} \exp(-2ik_{z,l+1}z_{l+1})}{1 + r_l R_{l+1} \exp(-2ik_{z,l+1}z_{l+1})}, \quad (1)$$

其中,  $E_{l,r}$  和  $E_{l,i}$  表示第  $l$  个界面上反射波和透射波的振幅,  $k_{z,l}$  表示第  $l$  个界面  $z$  方向的波矢分量, 表示为

$$k_{z,l} = k \sqrt{n_l^2 - \cos^2 \theta},$$

$n_l$  为第  $l$  层材料的折射率,  $\theta$  为波的入射角度.  $z_l$  表示第  $l$  个界面的位置,  $r_l$  为第  $l$  个界面的 Fresnel 反射系数, 表示为

\* 国家自然科学基金(批准号 50572120)资助的课题.

† E-mail: wxwang@aphy.iphy.ac.cn

$$r_l = \frac{k_{z,l} - k_{z,l+1}}{k_{z,l} + k_{z,l+1}} \quad (2)$$

对于半无限衬底 根据初始条件  $R_{N+1} = 0$  ,可以由递归方程 (1) 解出多层膜的反射系数.

上面考虑的是理想的突变平整界面,现实中的界面存在有一定的粗糙度.假设界面的宽度不太大,界面各点与其平均位置的偏离服从以  $\sigma_l$  为变量的 Gauss 分布

$$P(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_l} \exp\left(-\frac{z^2}{2\sigma_l^2}\right),$$

则可以得出受界面粗糙影响的 Fresnel 反射系数的修正值,记为  $r_l$ ,即

$$r_l = r_l \exp(-2k_{z,l}k_{z,l+1}\sigma_l^2), \quad (3)$$

其中  $\sigma_l^2$  即为第  $l$  个界面的均方根粗糙度.详细介绍见文献 [18].

### 3. 实验结果与讨论

#### 3.1. 样品生长

我们的实验样品是在 VG V80H 型分子束外延系统上生长的.该系统采用了阀控 As 裂解炉以及传统的 Sb 束源炉,提供  $As_2$  和  $Sb_4$ .材料生长前,GaAs 衬底先在 As 保护气氛下升温至 580℃脱氧化膜,然后降至 570℃生长 3000 Å 纯 GaAs,以获得一个平整的 GaAs 表面,然后在 570℃生长 300Å 的 AlSb 成核层,衬底温度降至 510℃生长 1 μm 的 GaSb 缓冲层,最后在 470℃生长 20 周期的 AlSb/InAs 超晶格.

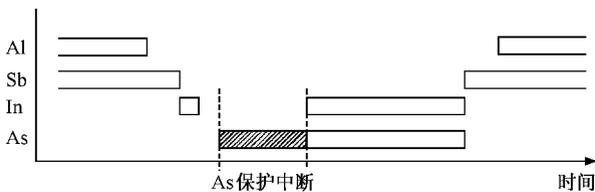


图 1 AlSb/InAs 界面生长的快门控制

超晶格下界面(AlSb-InAs)的生长方法描述如下:AlSb 生长结束后,先关闭 Al 快门,Sb 快门仍然保持打开 10 s,以保证 Al 原子充分迁移并在样品表面铺满了 Sb 原子,然后关闭 Sb 快门的同时,打开 In 快门,在样品表面沉积一个原子层的 In,我们采用 InAs 的生长速率为 2000Å/h,所以沉积一个单层 In 的时间大约为 5 s,然后关闭 In 快门,中断 5 s,因为 In 原子在表面的迁移速度较快,5 s 时间足以得到平整

的 In 表面.然后打开 As 快门,让样品在 As 保护下中断 0—40 s,最后打开 In 快门开始 InAs 层的生长.对于上界面(InAs-AlSb),因为 In 迁移较快,容易得到 InAs 平整表面,并且为了减少实验中的变量,所以在 InAs 生长结束后,我们仅采用了 10 s 的 Sb 保护中断,以形成 InSb 型界面,然后打开 Al 快门开始 AlSb 层的生长.整个过程如图 1 所示,图 1 中的阴影部分表示 As 保护中断时间,这是本实验中的唯一变量.本实验生长了 5 个样品,命名为 A, B, C, D, E,对应的 As 保护中断时间分别为 0, 10, 20, 30, 40 s.

#### 3.2. 样品的测量和分析

GIXRR 测量在高分辨 X 射线衍射仪(BEDE D1)上进行.与常规的高角度双晶衍射不同,GIXRR 扫描需要高强度和高准直的 X 射线源,而对 X 射线的单色性要求不如双晶衍射那么严格.为了获得高准直度的 X 射线,在 X 射线出射端和接收端分别加一个 50 μm 和 100 μm 宽的夹缝,比常规高角度衍射所用的夹缝宽度小一个数量级,同时把光源部分作单色器用的两个晶体移走第一个,仅用第二个晶体作为单色器,以获得足够高强度的 X 射线.本实验采用的扫描计数时间和步长分别为 8 s 和 10 弧秒.

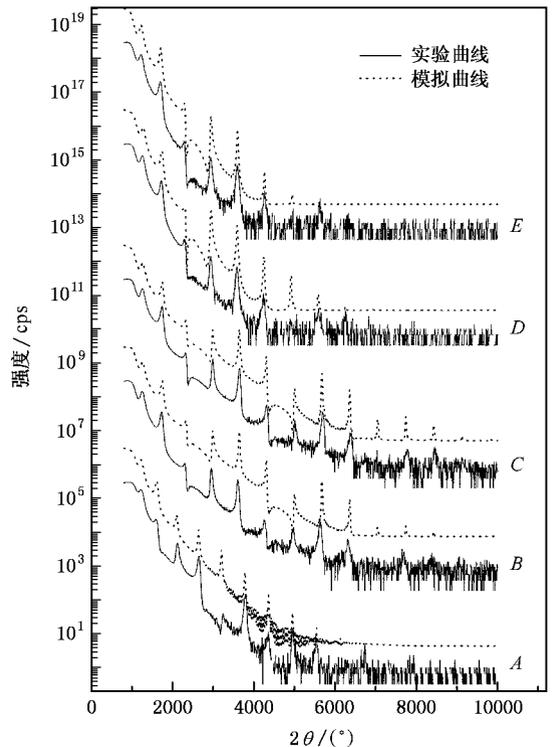


图 2 掠入射 X 射线反射曲线及模拟曲线(为清晰起见,各曲线做了相对平移)

图 2 给出了五个样品的 GIXRR 扫描曲线以及用 Bede 公司提供的专业软件对其进行模拟所得到的曲线. 从图 2 可以看出, 模拟曲线与实验曲线吻合得非常好. 对于样品 A, F 和 E, 随着入射角度的增加, 总体反射强度下降得很快, 对于样品 B 和 C, 反射强度下降比较缓慢, Bragg 峰强度较大, 而且在较大的反射角仍然有明显的 Bragg 峰. 因为反射强度对界面粗糙度是很敏感的, 界面越粗糙, 反射强度随扫描角度的增加下降越快, 所以样品 B 和 C 的界面质量明显优于样品 A, F 和 E. Bragg 峰是因为 X 射线的反射在特定角度得到周期性的叠加而形成的, Bragg 峰之间的间距由超晶格的周期厚度直接决定. 对于单层膜或者没有周期性的多层膜, 反射曲线的振幅会很弱, 如果界面质量不太好, 可能根本测不出振幅, 对不同样品的比较造成困难, 这正是我们选择超晶格结构做界面分析的原因.

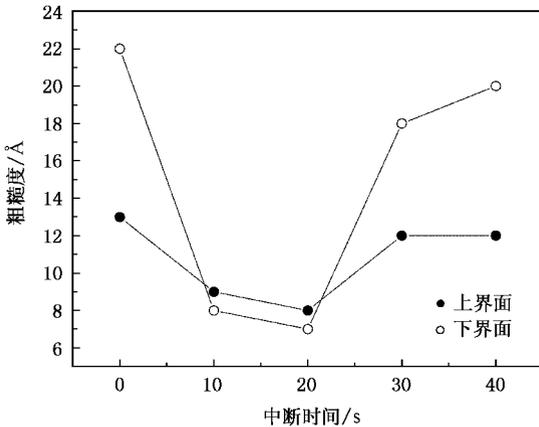


图 3 InAs/AlSb 超晶格上下界面的粗糙度与 As 保护下中断时间的关系

通过对实验曲线的模拟, 可以得到所有超晶格样品的厚度和界面粗糙度值. 本实验设计的超晶格 AlSb 为  $160\text{\AA}$ , InAs 为  $80\text{\AA}$ , 与模拟结果相符. 粗糙度值在图 3 中给出. 从图 3 可以看出, 五个样品的下界面粗糙度随着 As 保护中断时间的不同变化很大, 在 As 保护中断时间为 20 s 时界面最平整, 均方根粗糙度值为  $7\text{\AA}$ . 随着中断时间的减小或增加, 界面都变粗糙. 上界面粗糙度的变化趋势和下界面一致, 但是变化幅度要平缓得多. 因为所有样品的上界面生长程序并没有不同, 所以上界面粗糙度的起伏是受不同下界面粗糙度的影响而导致的.

图 4 给出了所有样品的 (004) 面 X 射线双晶衍射的摇摆曲线. 从摇摆曲线的卫星峰出现的数量, 强

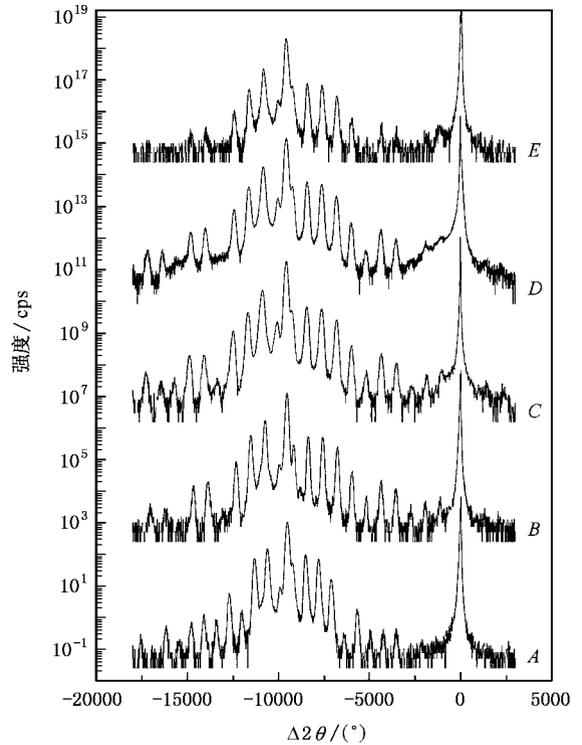


图 4 X 射线 (004) 面  $2\theta$  扫描摇摆曲线(为清晰起见, 各曲线做了相对平移)

度以及半高宽的比较, 也可以看出样品 B 和 C 的晶体质量明显优于其他三个样品.

As 保护中断时间过短或过长, 界面都变粗糙, 但是机理是不一样的, 中断时间过短, 没有足够的 As 原子与 In 键合, 会造成界面处富 In, 过量的 In 原子可能聚集成点, 导致界面质量变差. 中断时间过长, 过量的 As 原子将有可能取代 In 原子层下面的 Sb 原子, 从而形成 AlAs 型界面, 导致粗糙度增加, 同时过长的中断时间还可能造成界面吸附杂质. 图 5 给出了样品 A, C 和 E 在光学显微镜下观察到的形貌. 从图 5 可以看出, A 样品表面出现了大量的细点, 我们认为这是超晶格界面处的 In 过量而形成的 In 点. 样品 E 由于界面生长中断时间过长, 整个表面都显得很粗糙, 但没有形成像样品 A 一样的细点. 样品 C 的表面在相同放大倍数下则显得非常光滑.

### 3.3. 生长中断讨论

生长中断是异质结界面生长中为了提高界面质量而常采用的一种手段, 最常见的就是不同生长温度的两种材料进行转换时, 为了调整到适合下一材料生长的衬底温度而采用生长中断, 如本实验中 AlSb/GaSb 的转换. 这种中断必须在相应的 V 族保护

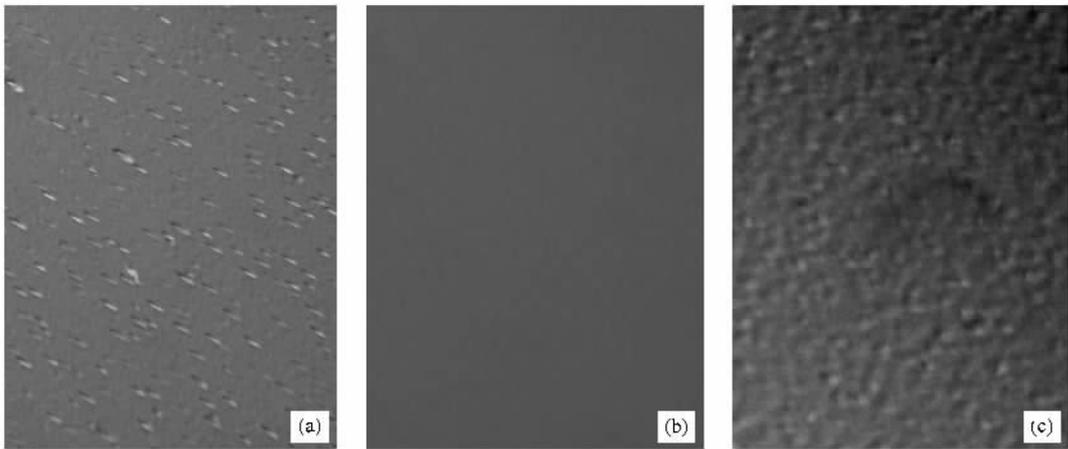


图 5 样品 A(a), B(b), C(c) 在显微镜下的形貌

气氛下进行,否则容易导致外延层表面 III 族元素的脱附,并且在保证温度达到稳定的前提下,中断时间越短越好.另一种生长中断是为了使样品表面原子充分迁移,得到平整的表面,如本实验中在一个原子层的 In 束流后中断 5 s.上述两种生长中断时间不宜过长的主要原因是为了避免界面吸附杂质.事实上,在超高真空条件下,上述的中断时间稍长也不会对界面质量产生明显影响,所以我们没有对这两种生长中断进行仔细优化.但是,本实验中针对的 As 保护中断与上述两种中断不同,中断过程伴随着 As 原子与 In 原子的键合以及 As 原子与 Sb 原子在 Sb 位的竞争,以至过长或过短的中断时间都会对界面质量造成较大影响,这是 AlSb/InAs 异质结生长应注意的.

## 4. 结 论

本实验研究了界面生长中采用不同 As 保护生长中断时间对 AlSb/InAs 超晶格界面粗糙度的影响.运用 GIXRR 对样品进行了测量和分析,并用软件对反射曲线进行了模拟,得到超晶格界面粗糙度值.结果表明 As 保护中断对界面粗糙度影响很大,其中 20 s As 保护中断时间得到的超晶格界面最平整.结合电子显微镜下观察的形貌分析,我们认为对于 AlSb-InAs 界面的生长,过短的中断时间会导致界面富 In 而形成 In 点,过长的中断时间则会导致形成较粗糙的 AlAs 型界面.最后,讨论了异质结界面生长的几种生长中断应用.

- [ 1 ] Nakagawa A, Kroemer H, English J H 1989 *Appl. Phys. Lett.* **54** 1893
- [ 2 ] Weaver B D, Boos J B, Papanicolaou N A 2005 *Appl. Phys. Lett.* **87** 173501
- [ 3 ] Pekarik J J, Kroemer H, English J H 1992 *J. Vac. Sci. Technol. B* **10** 1032
- [ 4 ] Averett K L, Wu X, Koch M W 2003 *J. Crystal Growth* **251** 852
- [ 5 ] Chow D H, Schulman J H 1994 *Appl. Phys. Lett.* **64** 76
- [ 6 ] Boos J B, Bennett B R, Kruppa W 2003 *Solid-State Electronics* **47** 181
- [ 7 ] Sigmund J, Saglam M, Hartnagel H L, Zverev V N, Raichev O E, Debray P, Mische G, Fuessb H 2002 *J. Vac. Sci. Technol. B* **20** 1174
- [ 8 ] Tuttle G, Kroemer H, English J H 1990 *J. Appl. Phys.* **67** 3032
- [ 9 ] Wong K C, Yang C, Thomas M, Blank H R 1997 *J. Appl. Phys.* **82** 4904
- [ 10 ] Brar B, Ibbetson J, Kroemer H, English J H 1994 *Appl. Phys. Lett.* **64** 3392
- [ 11 ] Tomich D H, Mitchel W C, Chow P, Tu C W 1999 *J. Crystal Growth* **201** 868
- [ 12 ] Kaspi R, Steinsmider J, Weimer M, Moeller C, Ongstad A 2001 *J. Crystal Growth* **225** 544
- [ 13 ] Sigmunda J, Karovaa K, Mischeb G, Saglama M, Hartnagela H L, Fuessb H 2003 *J. Crystal Growth* **251** 256
- [ 14 ] Jenichena B, Stepanov S A, Brar B, Kroemer H 1996 *J. Appl. Phys.* **79** 120
- [ 15 ] Liu C Y, Liu C 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 1479 (in Chinese) [ 刘存业、刘畅 2003 物理学报 **52** 1479 ]

- [ 16 ] Durand O , Berger V , Bisaro R , Bouchier A , Rossi A D , Marcadet X , Prevot I 2001 *Materials Science in Semiconductor Processing* **4** 327
- [ 17 ] Parratt G 1954 *Phys. Rev.* **95** 359
- [ 18 ] M Tolan 1999 *X-Ray Scattering from Soft-Matter Thin Films* ( New York : Springer ) chapter 2

## As-soak dependence of interface roughness of AlSb/InAs superlattice<sup>\*</sup>

Li Zhi-Hua Wang Wen-Xin<sup>†</sup> Liu Lin-Sheng Jiang Zhong-Wei Gao Han-Chao Zhou Jun-Ming

( *Institute of Physics , Chinese Academy of Sciences , Beijing 100080 , China* )

( Received 26 April 2006 ; revised manuscript received 16 September 2006 )

### Abstract

Different As-soak time is applied during InSb-like interfaces growth of InAs/AlSb superlattices on GaAs( 100 ) substrates . The interface roughness is studied by grazing incidence X-ray reflectivity . The reflectivity curves are simulated by standard software and the rms roughness of the interfaces is obtained . It was shown that the sample with As-soak time of 20 seconds has the most smooth interfaces . By analyzing the microscope images of the samples , we suggest that In-rich interfaces will be formed with too short As-soak time and AlAs-like interfaces are obtained with too long As-soak time , and in both cases the interface will be coarsened . Grazing incidence X-ray reflectivity is also recommended as a powerful tool for assessing the structure of superlattices .

**Keywords** : MBE , growth termination , superlattice , grazing incidence X-ray reflectivity

**PACC** : 8115 , 6110F , 7340L , 7280E

<sup>\*</sup> Project supported by the National Natural Science Foundation of China( Grant No.50572120 ).

<sup>†</sup> E-mail : wxwang@aphy. iphy. ac. cn