

GaSb/AlSb/GaAs 应变层结构的 分子束外延生长

宗祥福 邱绍雄 杨恒青 黄长河
陈骏逸 胡 刚 吴仲擢

复旦大学材料科学系, 上海, 200433
1990 年 1 月 22 日收到

本文以反射式高能电子衍射 (RHEED) 和其强度振荡为监测手段, 在半绝缘 GaAs 衬底上成功地生长 GaSb/AlSb/GaAs 应变层结构. RHEED 图样表明, GaSb 正常生长时为 Sb 稳定的 $C(2 \times 6)$ 结构, AlSb 为稳定的 (1×3) 结构. 作者观察并记录 GaSb, AlSb 生长时的 RHEED 强度振荡, 并利用它成功地生长 10 个周期的 GaSb/AlSb 超晶格, 透射电子显微镜照片显示界面平整、清晰. 采用较厚的 AlSb 过渡层及适当的生长条件, 可在半绝缘 GaAs 衬底上生长出质量好的 GaSb 外延层, 其 X 射线双晶衍射半峰宽小于 $300''$, 未掺杂的外延层为 p 型, 其室温载流子浓度为 $2.12 \times 10^{16} \text{cm}^{-3}$, 迁移率为 $664 \text{cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$.

PACC: 6855; 6865; 6848; 7280E

一、引 言

在 III-V 族化合物半导体中, GaSb 对应的发光波长为 $1.6 \mu\text{m}$, 非常接近石英光纤的低损耗窗口 $1.3-1.55 \mu\text{m}$, GaSb 具有与 AlSb, InAs 很接近的晶格常数, 由这几种材料组成的多层异质结构是研制激光器、探测器和高跨导异质结场效应晶体管的很有前途的材料体系.

目前 GaAs 是化合物半导体中工艺最成熟、晶体质量最好的材料, 因此以 GaAs 作为衬底材料使用多种技术生长各种异质结构是人们颇感兴趣的研究课题, 并具有很大的实用价值.

GaSb 和 GaAs 晶格失配高达 7.5%, 在 GaAs 衬底上用分子束外延 (MBE) 生长 GaSb 时, 两层材料间的失配应力使界面附近形成大量位错. 为了得到晶格完整的 GaSb 外延层, 通常先在 GaAs 衬底上生长一层 AlSb 或 GaSb 过渡层. 因 AlSb 室温禁宽高达 1.6eV, 是 III-V 族化合物半导体中本征电阻率最高的材料, 可以作为 GaSb 外延层和衬底之间的电绝缘层, 因此常用 AlSb 作为过渡层^[1-3]. 在 AlSb 过渡层中产生的位错使 AlSb 和 GaAs 之间的应力得到释放. 为了进一步提高 GaSb 外延层的质量, 可在 AlSb 过渡层与 GaSb 外延层间生长 GaAs/AlSb 超晶格用以阻止位错线从 AlSb 过渡层向 GaSb 外延层发展^[2,4].

本工作的目的是研究在半绝缘 GaAs 衬底上生长出优质 GaSb 外延层的方法。

二、实验与结果

本实验是在沈阳科学仪器厂生产的 MBE-III 型系统上进行的。(100)面的半绝缘 GaAs 衬底片先用有机溶剂去油,再用 $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O} = 3:1:1$ 的腐蚀液将晶体表面的机械损伤层腐蚀掉,然后用 HCl 去除晶体表面的氧化层,在用去离子水冲洗过程中,晶片表面便形成一层清洁的氧化膜保护层,在分子束外延系统中,先在 GaAs 衬底上生长一层 GaAs 过渡层,使晶片表面平滑,再生长 AlSb 过渡层(或者不生长 GaAs 过渡层),然后再在 AlSb 上生长 GaSb 外延层及 GaAs/AlSb 超晶格,AlSb 和 GaSb 的生长温度范围为 $400-560^\circ\text{C}$ 。

反射式高能电子衍射 (RHEED) 是分子束外延生长时对晶体表面结构进行原位监测的有效工具。用它监测 AlSb 和 GaSb 的 MBE 生长过程,观察和记录 AlSb, GaSb 生长时的 RHEED 强度振荡,以此来选择 AlSb, GaSb 生长时的最佳生长参数,精确测定薄膜的生长速率。

对样品进行了霍尔测量、二次离子质谱 (SIMS) 分析及 X 射线双晶衍射测量。并对 GaSb/AlSb 超晶格进行透射电子显微镜观察,实验与结果分列如下:

1. 用 RHEED 来监视 AlSb 和 GaSb 的外延生长

在(100)面半绝缘 GaAs 衬底上生长 GaAs, AlSb, GaSb 时,在不同的生长阶段有不同的 RHEED 图样。生长 $1500\text{ \AA}$ 的 GaAs 过渡层后,表面变得光滑平整,呈 As 稳定的 (2×4) 结构^[5]。然后降低生长温度,生长 AlSb,由于 AlSb 和 GaAs 晶格失配较大,开始呈三维生长,过程与文献[1,6]所述一致。图 1(a) (见图版 I) 分别列出在 GaAs 上生长 $1400\text{ \AA}$ 的 AlSb 后,沿 $[1\bar{1}0]$, $[010]$ 方位得到的 RHEED 图样,图样表明 AlSb 为 Sb 稳定的 (1×3) 结构^[7]。

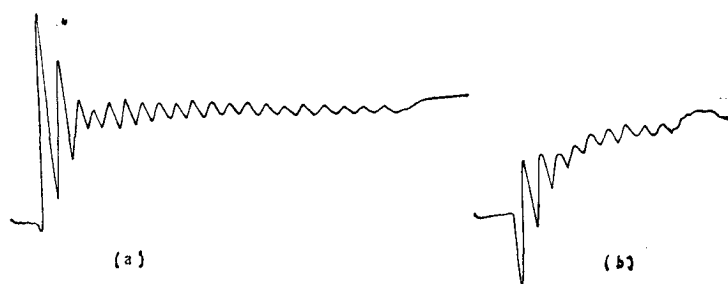
图 1(b) (见图版 I) 给出在 AlSb 上生长 $1.4\mu\text{m}$ 的 GaSb 后沿 $[1\bar{1}0]$, $[010]$ 方位得到的 RHEED 图样。与生长 AlSb 时不同,沿 $[010]$ 方位的 RHEED 图样中出现 $1/2$ 分数级条纹,这表明 GaSb 为 Sb 稳定的 $C(2 \times 6)$ 结构^[3,9]。

为了获得较好的 AlSb 和 GaSb 外延层,我们使生长处于略为富 Sb 的状态^[8]。

2. GaSb, AlSb 生长时的 RHEED 强度振荡测量及 AlSb, GaSb 生长速率的控制

我们早已将 RHEED 强度振荡应用于 GaAs, (AlGa)As, (InGa)As 等材料的生长中,使用它不仅可精确测定材料的生长速率,还可测定三元系中的合金组份比 x , 并可利用它研究生长过程,从而选择外延生长时的最佳生长参数。在 GaAs 衬底上生长 GaSb, AlSb, InAs 的 RHEED 强度振荡最近已有报道^[6], 我们在 GaAs 衬底上生长 GaSb, AlSb 时也已观察到并记录了振荡曲线。类似于生长 GaAs 时采用的方法^[9], 采用一组 RHEED 强度振荡曲线来选取最佳生长参数。由于采用这个新的原位监测手段,使 GaSb, AlSb 外延层质量有新的提高。图 2 和图 3 分别给出 AlSb 和 GaSb 生长时的几组强度振荡曲线。

表 1 列出 AlSb 和 GaSb 的 RHEED 强度振荡周期与生长条件的关系,其中 T_{Al} 对应 Al 炉温度的热电偶读数, T_{Ga} 对应 Ga 炉温度的热电偶读数, T_{Sb} 对应 Sb 炉温度的热电偶读数(均为 W-Re 热电偶)、 T_{sub} 对应衬底温度的热电偶读数(Pt-PtRh 热电偶)。从表 1 中的数据可见, RHEED 强度振荡的周期主要由 Al 源或 Ga 源的束流强度来决定,而束流强度决定于 Al 炉和 Ga 炉的温度, Al 炉, Ga 炉的温度越高,其束流强度越大,振荡周期越小,即外延生长速率越快,于是可以由控制 Al, Ga 炉的温度来精确控制 AlSb 和 GaSb 的生长速率。实验还表明,对于 AlSb 的生长,生长的 AlSb 膜层越厚,振荡的幅度越大;对于 GaSb 膜生长,在正常的生长温度范围,测量不到强度振荡,当衬底温度降低到 475°C 以下时方能测量到。



(a) $T_{Sb} = 5.60\text{mV}$; $T_{Al} = 15.4\text{mV}$

(b) $T_{Sb} = 5.80\text{mV}$; $T_{Al} = 15.2\text{mV}$

图 2 AlSb 生长时的 RHEED 强度振荡曲线 横轴为时间;纵轴为反射束强度; $T_{sub} = 4.0\text{mV}$

由于从振荡周期的测量获得了生长速率的信息,便可准确地控制膜的生长厚度,这是生长 GaSb/AlSb 超晶格必不可少的条件。

3. GaSb/AlSb 超晶格的生长

据报道,超晶格层能有效地阻止位错线向表面层延伸^[2,4]。为了生长质优的 GaSb 外延层,可在 AlSb 过渡层和 GaSb 外延层之间生长 GaSb/AlSb 超晶格,以此作为阻止位错向表面传播的屏障,我们在掌握了 AlSb, GaSb 生长工艺条件后,在 AlSb 过渡层上生长了 10 个周期的 GaSb/AlSb 超晶格,图 4 (见图版 1) 给出该超晶格样品的断面透射电子显微镜显微照片。根据 AlSb, GaSb 生长时的 RHEED 强度振荡周期计算出 AlSb, GaSb 的生长速率,由控制生长时间来达到控制超晶格每层膜厚的目的。据初步观察超晶格对阻止位错线向表面延伸有一定的作用。

4. GaSb 外延层的质量表征

1. X 射线双晶衍射测量

为了鉴定 GaSb 外延层的结晶质量,对 GaSb/AlSb/GaAs 外延片进行 X 射线双晶衍射测量。图 5 给出一样品的双晶衍射摆动曲线,该样品的 GaSb 层厚度为 1.37 μm , AlSb 厚度为 0.36 μm 。从图 5 可见, GaSb 的半峰宽小于 300'', 表明 GaSb 的外延层质量较好。实验结果还指出 GaSb 的半峰宽与 GaSb, AlSb 的层厚有关,过渡层 AlSb 的厚度对 GaSb 的半峰宽影响较大, AlSb 过渡层越厚, GaSb 半峰宽越小。

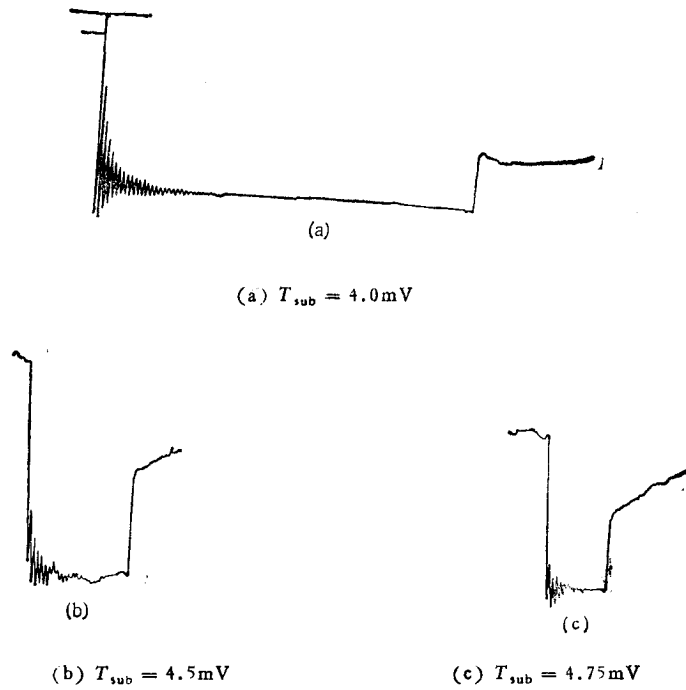


图3 GaSb 生长时的 RHEED 强度振荡曲线 横轴为时间;纵轴为反射束强度;不同曲线对应不同的生长条件; $T_{\text{Ga}} = 11.5 \text{ mV}$; $T_{\text{Sb}} = 6.05 \text{ mV}$

表1 AlSb, GaSb 的 RHEED 强度振荡周期与生长条件关系

	T_{Sb} (mV)	T_{Ga} (mV)	T_{Al} (mV)	T_{sub} (mV)	周期 (s)	生长速率 ($\text{\AA}/\text{s}$)
GaSb	5.78	10.6		4.0	3.2	0.95
	5.8	11.0		4.0	1.95	1.56
	6.03	11.5		4.0	1.0	3.05
	6.1	11.5		4.75	1.0	3.05
AlSb	5.4		14.8	5.2	10.0	0.31
	5.4		14.8	5.0	10.0	0.31
	5.5		15.3	4.0	5.8	0.53
	5.5		15.3	4.6	5.8	0.53

2. 载流子浓度与迁移率测量

用范德堡测量 GaSb/AlSb/GaAs 样品中外延层 GaSb 的载流子浓度和迁移率。由于衬底是半绝缘 GaAs, AlSb 为薄层高阻, 它们对测试结果没有影响。表 2 给出几个样品的测量结果。

3. 二次离子质谱 (SIMS) 测量

用 SIMS 测量应变层异质结构的组份随样品深度的变化。图 6 为一个实例, 该样品的结构为 GaSb/AlSb/GaSb/AlSb/GaAs。由图 6 可见, 各组分随深度的变化所反映结构

表2 GaSb 外延层的载流子浓度和迁移率(衬底温度 T_{sub} 为热电偶电压读数)

样品 编号	导电 类型	载流子浓度 (cm^{-3}) (300K)	载流子浓度 (cm^{-3}) (77K)	迁移率 ($\text{cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$) (300K)	迁移率 ($\text{cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$) (77K)	衬底温度 T_{sub} (mV)
891003-2	p	1.62×10^{16}		484		5.0
891023	p	2.12×10^{16}	5.58×10^{15}	664	3.44×10^3	5.6
891021	p	6.94×10^{16}	1.48×10^{16}	304	756	5.4

与预先设计的一致,且界面为突变界面。

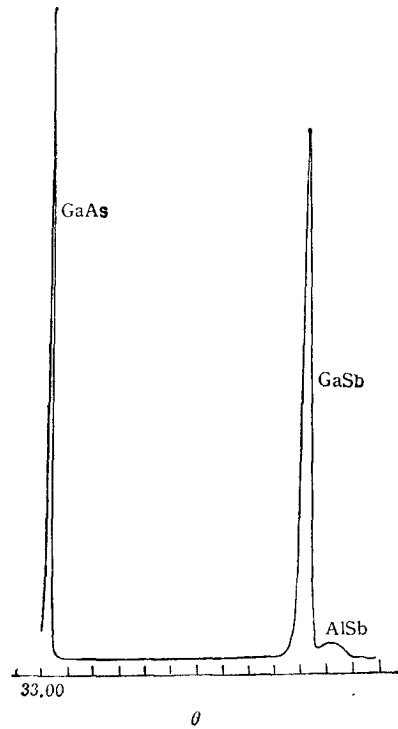


图5 GaSb/AlSb/GaAs 外延片X射线双晶衍射摆动曲线 横坐标单位为 $\theta(^{\circ})$ (分度为1000秒)

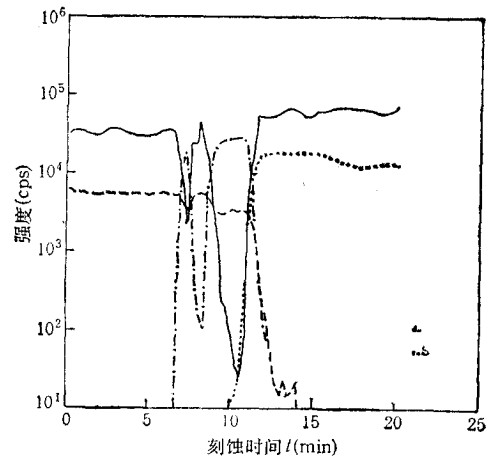


图6 GaSb/AlSb/GaAs 异质结构的组份随样品深度的变化 用 Ar^+ ;
——为 Ga; ---为 Sb; -·-·-为 Al;
·····为 As

曹永明同志为本工作提供了二次离子质谱测试结果,刘亚江、常娟同志为本工作进行了透射电子显微镜分析,陈京一、顾春林同志为本工作进行了X射线双晶衍射测试。作者在此一并致谢。

- [1] C. A. Chang, H. Takaoka, L. L. Chang and L. Esaki, *Appl. Phys. Lett.*, **40**(1982), 983.
- [2] G. Grithiths, K. Mohammed, S. Subbanna, H. Kroemer and J. L. Merz, *Appl. Phys. Lett.*, **43**(1983), 1059.
- [3] H. Gotoh, K. Sasamoto, S. Kuroda and M. Kimata, *Phys. status solidi A*, **75**(1983), 641.
- [4] P. L. Gourley, R. M. Biefeld and L. R. Dawson, *Appl. Phys. Lett.*, **47**(1985), 482.
- [5] C. E. C. Wood, K. Singer, T. Ohashi, L. R. Dawson, A. J. Noreika, *J. Appl. Phys.*, **54**(1983), 2732.
- [6] S. Subbanna, J. Gaines, G. Tuttle, H. Kroemer, S. Chalmers and J. H. English, *J. Vac. Sci. Technol.*

B7(2)(1989), 289.

- [7] Atsushi Nakagawa, H. Kroemer and J. H. English, *Appl. Phys. Lett.*, **54**(1989), 1893.
- [8] Yoshifumi Suznki, Yutaka Ohmori and Hiroshi Okamoto, *J. Appl. Phys.*, **59**(1986), 3760.
- [9] P. Cheu, J. Y. Kim, A. Mahukar and N. M. Cho, *J. Vac. Sci. Technol.*, **B4**(4)(1986), 890.

THE GROWTH OF GaSb/AlSb/GaAs STRAINED LAYER HETEROSTRUCTURES BY MBE

ZONG XIANG-FU QIU SHAO-XIONG YANG HENG-QING HUANG CHANG-HE

CHEN JUN-YI HU GANG WU ZHONG-CHI

Department of Materials Science, Fudan University, Shanghai, 200433

(Received 22 January 1990)

ABSTRACT

By means of monitoring with the reflection high energy electron diffraction (RHEED) and its intensity oscillations, the GaSb/AlSb/GaAs strained layer heterostructures have been successfully grown on semi-insulating (100) GaAs substrates by molecular beam epitaxy (MBE). The RHEED patterns show that the GaSb surface grown under Sb-stabilized condition has C (2×6) structure and the AlSb surface has (1×3) Sb structure. We observed and recorded the RHEED intensity oscillations during the growth of GaSb and AlSb. Using the information provided by the RHEED intensity oscillations, we successfully prepared a GaSb/AlSb superlattice with 10 periods. The transmission electron micrograph shows the interfaces in the superlattice are sharp and planar. If the AlSb buffer layer is thick enough under a proper growth condition, a high-quality GaSb epitaxy will be grown on SI GaAs substrate. The full width at half maximum (FWHM) of the peak corresponding to the GaSb epilayer in double-crystal X-ray diffraction rocking curve is less than 300 seconds. Undoped GaSb is p-type with carrier concentration of $2.12 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ and mobility of $664 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ at room temperature.

PACC: 6855; 6865; 6848; 7280E