

УДК 539.26|27 : 548.4

© 1990

СТРУКТУРНОЕ СОВЕРШЕНСТВО ДВОЙНЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР $\text{InAs}_{1-x-y}\text{Sb}_x\text{P}_y\text{—InAs}$

*Т. С. Аргунова, Р. Н. Кютт, Б. А. Матвеев, С. С. Рувимов, Н. М. Стуйсь,
Г. Н. Талалакин*

Исследовано структурное совершенство двойных гетероструктур $\text{InAs}_{1-x-y}\text{Sb}_x\text{P}_y\text{—InAs}$, перспективных для создания источников и приемников излучения в средней ИК-области спектра. Пленки получали методом жидкофазной эпитаксии в условиях высокой пластичности подложки. Исследование проводилось комплексом дифракционных методов, включающим в себя рентгеновскую топографию, трехкристальную дифрактометрию и просвечивающую электронную микроскопию. Для однослойных структур в области составов от $x=0.077$, $y=0.222$ до $x=0.064$, $y=0.105$ относительное изменение межплоскостного расстояния слой—подложка $(\Delta d/d)_\perp$ меняется от -0.0018 до 0.0011 . Установлено, что сетки дислокаций несоответствия в трехслойных гетероструктурах InAsSbP—InAs расположены на всех границах раздела и их плотность убывает более чем на порядок от 10^4 см^{-1} на первой границе слой—подложка к последней. Построено распределение составляющих $(\Delta d/d)_\perp$ и $(\Delta d/d)_\parallel$ — перпендикулярной и параллельной границам раздела — по глубине образцов. Результаты интерпретируются в рамках представлений о дефектообразовании в полупроводниковых эпитаксиальных композициях.

Гетероструктуры (ГС) на основе изопериодного с InAs твердого раствора InAsSbP перспективны для создания источников и приемников излучения в средней ИК-области спектра. При использовании двойных гетероструктур (ДГС) $n\text{-InAsSbP}/n\text{-In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{As}_{1-y}\text{Sb}_y/p\text{-InAsSbP}$ созданы инжекционные лазеры ($\lambda \sim 3 \text{ мкм}$), работающие в непрерывном режиме до температур 160 К [1]. В работе [2] сообщается об использовании эпитаксиальных систем $p\text{-InAsSbP}/n\text{-InAs}$ в качестве фотоприемников на спектральный диапазон $2\text{—}3.5 \text{ мкм}$. Вместе с тем ряд вопросов, касающихся дефектообразования в структурах на основе InAsSbP , остается неисследованным. Так, например, в настоящее время отсутствуют данные, характеризующие область псевдоморфного роста пленок твердого раствора InAsSbP на подложках InAs и особенности распределения дислокаций несоответствия и упругих напряжений в двойных гетероструктурах. Важность последнего вопроса обусловлена влиянием дислокаций на электрофизические и люминесцентные свойства полупроводниковых приборов. Как показано в [3], дислокации несоответствия в условиях деформированного состояния проявляют себя как центры безызлучательной рекомбинации.

Задачей данной работы являлось исследование структурного совершенства двойных гетероструктур $\text{InAs}_{1-x-y}\text{Sb}_x\text{P}_y\text{—InAs}$, включающее получение информации о наличии и распределении дефектов кристаллической решетки по глубине. Особый интерес представляло изучение дефектной структуры границ раздела между отдельными слоями.

1. Образцы и методы исследования

Пленки толщиной $3\text{—}5 \text{ мкм}$ (однослойные структуры) и $15\text{—}18 \text{ мкм}$ (трехслойные ДГС) получали методом изотермической жидкофазной эпитаксии в атмосфере водорода на подложках InAs (111), имеющих размеры

$10 \times 12 \times 0.4$ мм. Процесс проводился при температурах 650—710 °C — области пластичности материала подложки.

Исследование проводилось комплексом дифракционных методов, включающим в себя рентгеновскую топографию, дифрактометрию и просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ).

Общая оценка структурного совершенства эпитаксиальных систем (наличие дислокаций, однородность их распределения по площади образца, наличие изгиба образца и макронапряжений в нем) осуществлялась по рентгеновским топограммам, полученным методом Берга—Барретта—Ньюкирка в отражении (444) с использованием $\text{Cu } K_\alpha$ -излучения.

Распределение деформации по глубине образца исследовалось с помощью трехкристального спектрометра методом [4], обеспечивающим значительно более высокое разрешение в определении $\Delta d/d$ по сравнению с обычным двухкристальным методом. Суть данного метода заключается в построении и анализе распределения интенсивности отражения вдоль вектора обратной решетки \mathbf{H} . Это распределение представляет собой зависимость интегральной интенсивности отражения

$$I(q_H) = \int i(\alpha) d\alpha,$$

где α — угол поворота образца, полученной для фиксированного значения угла поворота анализатора ϑ_A , от величины этого угла, связанной с координатой q_H в обратном пространстве $q_H = k \cos \vartheta_B \Delta \vartheta_A$ (ϑ_B — угол Брэгга, $k = 1/\lambda$). Для его построения при разных фиксированных положениях анализатора ϑ_A снималась серия ω -кривых (вращение образца при неподвижном анализаторе), представляющих собой распределение интенсивности отражения $i(\alpha)$ в направлении, перпендикулярном вектору обратной решетки \mathbf{H} . В случае симметричного отражения вектор \mathbf{H} направлен вдоль нормали к поверхности гетероструктуры.

Если последовательность чередования слоев с известным относительным изменением параметра решетки задана (например, технологическим процессом, как в нашем случае), то описанный выше способ измерения позволяет приписать каждую ω -кривую определенной глубине и оценить степень искажений каждого подслоя путем анализа соответствующей кривой. Поскольку при построении распределения вдоль вектора \mathbf{H} происходит усреднение влияния нарушений типа изгиба и разориентаций, зависимость $I(q_H)$ отражает только изменение межплоскостного расстояния d по глубине кристалла, повышая тем самым разрешение данного метода по сравнению с двухкристальным.

Для оценки изменения межплоскостного расстояния $(\Delta d/d)_\parallel$ параллельно гетерогранице измерялось также асимметричное брэгговское отражение типа (422) при использовании $\text{Cu } K_\alpha$ -излучения. Совокупность двух отражений позволяет получить значения как нормальной $(\Delta d/d)_\perp$, так и тангенциальной составляющей $(\Delta d/d)_\parallel$ [5].

Сравнение интенсивностей различных дифракционных пиков на кривых $I(q_H)$ для двух отражений — симметричного и асимметричного — использовалось для идентификации пиков, т. е. для решения вопроса об их принадлежности к тому или иному слою. Идентификация пиков может быть проведена более наглядно сравнением кривых (333) отражения для двух длин волн, соответствующих излучению $\text{Cu } K_\alpha$ и $\text{Mo } K_\alpha$ с коэффициентами поглощения для $\text{InAs } \mu_{\text{Cu } K_\alpha} = 1024$ и $\mu_{\text{Mo } K_\alpha} = 238 \text{ см}^{-1}$.

Для определения типа дефектов и получения информации об их распределении по глубине использовалась электронная микроскопия. Образцы для ПЭМ готовились в виде косых шлифов под углом $\sim 10^\circ$ с последующим уточнением в полирующем составе с обратной стороны до появления отверстия в области шлифа эпитаксиальной структуры. Такие образцы обеспечивают получение той же информации, что и поперечные срезы, но более просты в изготовлении. Образцы исследовались на приборе JEM-7A при ускоряющем напряжении 100 кВ.

Для исследования были взяты два типа гетероструктур: однослойные ГС, используемые в качестве модельных, и трехслойные ДГС, аналогичные приборным структурам [1].

Анализ дифракционных кривых $I(q_H)$, полученных на однослойных ГС, показал, что в области составов от $x=0.077$, $y=0.222$ до $x=0.064$, $y=0.105$ ($\Delta d/d$)_z меняется от -0.0018 до $+0.0011$. Эпитаксиальные слои с «положительной» величиной $\Delta a = a_{сг} - a_0 > 0$, где a_0 — параметр решетки подложки, имеют резкую гетерограницу даже в том случае, если на границе присутствует сетка дислокаций несоответствия (ДН). Об этом свидетельствует хорошо разрешаемый одиночный дифракционный пик, соответствующий отражению от слоя. Как правило, такие слои были не-

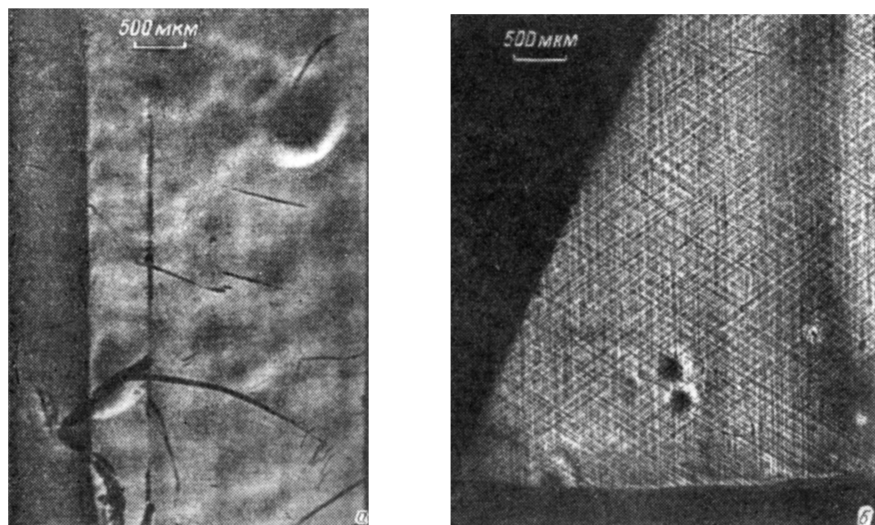


Рис. 1. Рентгеновские топограммы образцов ДГС первой (а) и второй (б) групп. Метод Берга—Барретта—Ньюкирка, отражение (444), CuK_α -излучение.

сколько толще, чем слои с $\Delta a < 0$. Дифракционные пики от слоев с «отрицательной» величиной $\Delta a < 0$ имеют сложную форму, которая может быть связана с наличием в этих слоях градиента параметра решетки по глубине. Такие ГС не содержали сеток дислокаций несоответствия.

В этой связи основное внимание было направлено на изучение гетероструктур с «положительной» величиной $\Delta a > 0$, имеющих резкие границы, что является существенным при получении полупроводниковых приборов.

Рентгеновские топограммы позволяют условно разделить исследованные трехслойные ДГС на две группы в зависимости от их структурного совершенства. К первой принадлежат образцы, не содержащие дислокационных сеток. Образцы второй группы содержат плотные дислокационные сетки (рис. 1, а, б).

Все исследованные образцы, как однослойные, так и трехслойные ДГС, имеют сильный изгиб, приводящий к размытию дифракционных максимумов на двухкристалльных кривых качания. Влияние этого изгиба не отражается, как известно [4], на форме и интенсивности распределения вдоль вектора H . Радиус изгиба определялся из сравнения полуширин σ -кривых, снятых при разных горизонтальных размерах падающего пучка. Для разных образцов радиус варьировался в пределах 0.6—2.0 м.

Распределения интенсивности отражения вдоль вектора обратной решетки $HI(q_H)$ для трехслойных ДГС I и II группы (без дислокационной

сетки и содержащих ее) приведены на рис. 2, 1, 2. При сопоставлении их прежде всего обращает на себя внимание тот факт, что число максимумов на кривых больше числа слоев, причем максимумы расположены относительно пика подложки со стороны меньших углов. Последнее означает, что период решетки твердого раствора $\text{InAs}_{1-x-y}\text{Sb}_x\text{P}_y$ больше, чем подложки InAs .

Сложная осцилляционная структура кривых $I(q_H)$ может быть объяснена плавным изменением деформации по глубине слоя [6]. Отметим, что дислокационные сетки существенным образом не влияют на распределение интенсивности $I(q_H)$, как было показано ранее [7], приводя к заметному уширению ω -кривых. Величина этого уширения после вычета вклада, связанного с изгибом, колеблется как от образца к образцу, так и в пределах области отражения и составляет величину от 15 до 50 угловых секунд. Очевидно, это уширение отражает плотность дислокационных сеток и их распределение по гетерограницам.

Для образцов II группы (с дислокационными сетками) наблюдается двойной пик в области отражения от подложки (рис. 2, 1). Раздвоение

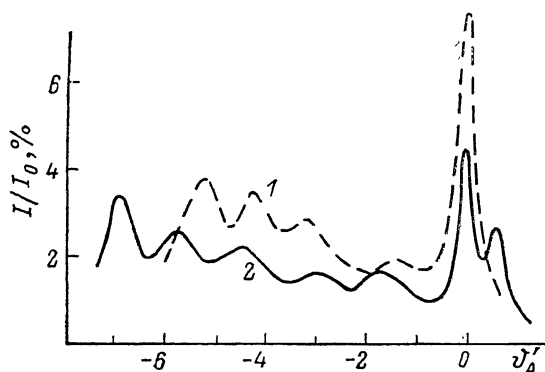


Рис. 2. Распределение интенсивности в направлении вектора обратной решетки \mathbf{H} для образцов ДГС без дислокационных сеток (1) и с сетками ДН (2). Отражение (333), MoK_α -излучение.

пика подложки связано с разницей межплоскостных расстояний для слоя InAs и подложки, обусловленной наличием дислокационных сеток на гетерограницах 1, 2 (границы нумеруются от подложки). Действительно, сетка ДН на границе 1 приводит к появлению отличной от нуля тангенциальной составляющей

$$(\Delta d/d)_{\parallel}^{(1)} = b\rho_1, \quad (1)$$

b — краевая составляющая вектора Бюргера дислокации, $\Delta d = d^{(1)} - d^{(0)}$, $d^{(1)}$ — межплоскостное расстояние слоя; $d^{(0)}$ — подложки, ρ — линейная плотность дислокаций. Если дислокационная сетка присутствует и на второй гетерогранице, то разница тангенциальных составляющих $(\Delta d/d)_{\parallel}^{(1,2)} = (\Delta d/d)_{\parallel}^{(1)} - (\Delta d/d)_{\parallel}^{(2)}$ для слоя 1 и 2 будет определяться линейной плотностью дислокаций в сетке ρ_2 : $(\Delta d/d)_{\parallel}^{(1,2)} = b\rho_2$. Отсюда, учитывая (1), получим $(\Delta d/d)_{\parallel}^{(2)} = b(\rho_1 - \rho_2)$. Полученная величина равна тангенциальной деформации для слоя InAs (слой II). В этом случае нормальная составляющая

$$\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{\perp}^{(2)} = -\frac{12\nu_2}{1-\nu_1} \left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{\parallel}^{(2)} = -\frac{2\nu_2}{1-\nu_1} b(\rho_1 - \rho_2) < 0,$$

где ν_1, ν_2 — коэффициенты Пуассона, относящиеся соответственно к двум направлениям в плоскости поверхности (111) и к направлениям в плоскости и перпендикулярно к ней.

В отсутствие сеток на границах или при равенстве их линейных плотностей для гетерограниц 1 и 2 тангенциальная и нормальная деформации отсутствуют и в области отражения от подложки наблюдается одиночный дифракционный пик. Раздвоение пика подложки означает, следовательно, различие плотностей первой и второй дислокационных сеток, причем плотность сетки на первой гетерогранице больше ($\rho_1 > \rho_2$).

Последнее вытекает из сравнения кривых $I(q_H)$ для двух длин волн CuK_α и MoK_α (рис. 3): максимум для слоя InAs находится по отношению к подложке со стороны $q_H > 0$, т. е. $(\Delta d/d)_{\perp}^{(2)} < 0$. Данный вывод пол-

ностью подтверждается непосредственным сравнением первой и второй дислокационных сеток по их электронно-микроскопическим изображениям (рис. 5).

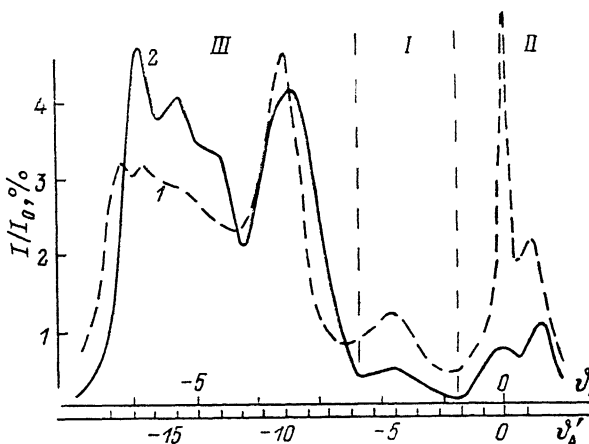


Рис. 3. Распределение интенсивности в направлении вектора обратной решетки \mathbf{H} для образца второй группы. Отражение (333).

1 — MoK_α (верхняя шкала), 2 — CuK_α (нижняя шкала).

Сравнение кривых $I(q_H)$ для двух длин волн позволяет также идентифицировать ближайший к подложке дифракционный пик (пик I на рис. 3) со стороны $q_H < 0$ как рассеяние от первого слоя InAsSbP и сделать вывод, что наблюдаемое осцилляционное распределение относится к третьему, расположенному у поверхности

структуры слою, имеющему наибольшую величину $(\Delta d/d)_\perp$. Кроме того, вид кривых для CuK_α -излучения показывает, что изменение деформации по глубине в этом слое таково, что область с наибольшим значением $(\Delta d/d)_\perp$ находится у поверхности. Распределение нормальной составляющей $(\Delta d/d)_\perp$ по глубине для одного из образцов второй группы представлено на рис. 4, 1. При его построении предполагалось, что распределение деформации в верхнем слое ГС является

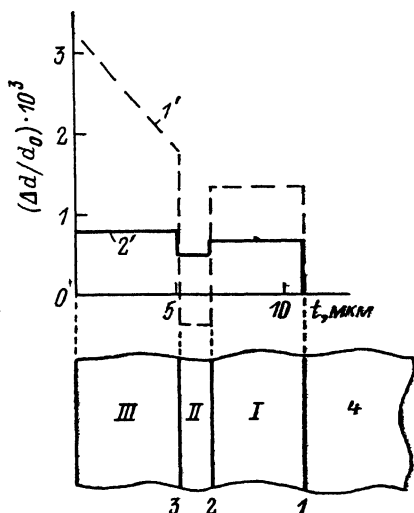


Рис. 4. Распределение $(\Delta d/d)_\perp$ (1') и $(\Delta d/d)_\parallel$ (2') для одного из образцов второй группы.

I, III — InAsSbP , II — InAs . 1, 2, 3, — границы; 4 — InAs -подложка.

линейным. Толщины слоев были определены из интегральной интенсивности соответствующих дифракционных пиков на кривой распределения $I(q_H)$. Для слоя III (InAsSbP) была взята интенсивность области III с несколькими пиками. На рис. 4, 2 представлено изменение тангенциальной компоненты $(\Delta d/d)_\parallel$. Из полученных данных следует, что $(\Delta d/d)_\parallel$ меняется при переходе от одного слоя к другому, но остается неизменной для дифракционных пиков, соответствующих области III, т. е. слою III. Скачки тангенциальной составляющей $(\Delta d/d)_\parallel$ (рис. 4, 2) указывают на присутствие дислокационных сеток на всех трех гетерограницах. Из значений $(\Delta d/d)_\parallel^{(i)}$, где i — номер слоя, может быть определена плотность дислокаций несоответствия ρ_i при условии, что известны их

Скачки тангенциальной составляющей межплоскостного расстояния $(\Delta d/d)_{\parallel}^{(i+1)} - (\Delta d/d)_{\parallel}^{(i)}$ и плотности дислокационных сеток на гетерограницах одного из образцов

	Номер границы		
	1	2	3
$(\Delta d/d)_{\parallel}^{(i+1)} - (\Delta d/d)_{\parallel}^{(i)}, 10^{-4}$	6.6 ± 1.0	-1.1 ± 1.0	1.8 ± 1.0
$\rho, \text{см}^{-1}$	$5.3 \cdot 10^4$	$9 \cdot 10^3$	$1.4 \cdot 10^4$

тип и величина вектора Бюргерса \mathbf{b} . Как правило, большинство дислокаций в полупроводниковых ГС являются 60-градусными, скользящими в наклонных плоскостях типа (111). Исходя из этого предположения, были вычислены плотности ДН для всех трех гетерограниц (см. таблицу). Наибольший скачок $(\Delta d/d)_{\parallel}$ и, следовательно, наибольшая плотность дислокаций имеют место на первой границе. Такая закономерность, наблюдаемая для всех образцов второй группы, полностью подтверждается прямыми электронно-микроскопическими исследованиями этих образцов.

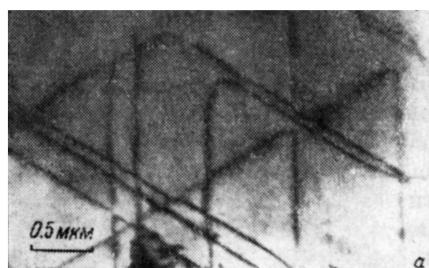


Рис. 5. Электронно-микроскопические изображения дислокационных сеток в ДГС на первой (а) и второй (б) гетерограницах.

На рис. 5 приведены электронно-микроскопические снимки дислокационных сеток, расположенных на первой (а) и второй (б) гетерограницах одного из образцов второй группы. Видно, что плотности сеток заметно отличаются для этих гетерограниц: $\rho_1 = 10^4$, $\rho_2 = 10^3 \text{ см}^{-1}$, причем указанные оценки хорошо согласуются с полученными из дифрактометрических измерений (см. таблицу). Дифракционный анализ показывает, что большая часть дислокаций действительно является 60-градусной, имеющей вектора Бюргера типа $a/2 \langle 110 \rangle$. Плоскостями скольжения дислокаций являются наклонные плоскости (111). Дислокационные сетки практически лежат в плоскости гетерограниц, только для границы 1 заметен эффект группирования дислокаций и их частичного проникновения в область подложки.

Описанные выше результаты исследования дислокационной структуры ГС можно понять в рамках существующих представлений о дефектообразовании в полупроводниковых эпитаксиальных композициях. Как правило, сетки дислокаций несоответствия в таких ГС не являются равновесными и снимают лишь небольшую часть напряжений несоответствия [8]. При этом характер распределения дислокаций и их плотность в сетках зависят от ряда параметров, в том числе от уровня напряжений несоответствия, количества дислокационных источников, длительности периода формирования сеток и т. д. Величины напряжений несоответствия различны для трех слоев, причем для II и III они зависят от плотности сеток ДН на нижележащих границах. Ясно, что напряжения несоответствия в I слое больше, чем во II и III, поскольку несоответствие на всех

трех границах снимается лишь в незначительной степени. Поэтому удивительно, что первая сетка наиболее плотная. При этом время ее формирования является также наибольшим, если предположить, что сетки формируются в течение всего процесса эпитаксиального роста ГС. Плотности второй и третьей сеток ДН оказываются сравнимыми, поскольку различия времени их формирования и уровней напряжений несоответствия, по-видимому, взаимно компенсируют друг друга. Кроме того, снижению плотности третьей сетки может способствовать уменьшение числа источников дислокаций. Это уменьшение может быть связано как с аннигиляцией наклонных дислокаций во втором слое, так и с возможным запариванием поверхностных источников при формировании сеток ДН [9]. Последний механизм тесным образом связан с группированием дислокаций. Наблюдаемое в наших образцах группирование дислокаций в сетках можно объяснить также взаимодействием с образованием распадающихся дислокационных узлов, впервые описанном в работе [10]. Увеличение напряжений несоответствия сопровождается ростом плотности сеток дислокаций и увеличением максимальной деформации эпитаксиальной структуры. В области значений $(\Delta d/d)_{\perp}$ от $2 \cdot 10^{-3}$ до $3 \cdot 10^{-3}$ в исследованных структурах на гетерограницах сформированы регулярные плоские сетки ДН. При $(\Delta d/d)_{\perp} < 2 \cdot 10^{-3}$ образцы не содержали сеток дислокаций несоответствия.

Проведенные исследования показывают возможность преимущественной локализации сеток ДН на границе раздела с подложкой в двойных ГС, полученных в условиях высокой пластичности подложки. Этот результат, а также предложенные нами методы имеют важное значение для разработки длинноволновых лазеров ($\lambda > 3$ мкм) [1], в которых из-за несоответствия периодов решетки активного слоя и подложки неизбежно образование дислокаций несоответствия.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Айдаралиев М., Зотова Н. В. и др. // Письма в ЖТФ. 1989. Т. 15. № 15. С. 49—52.
- [2] Андрушко А. П., Салихов Х. М. и др. // ФТП. 1986. Т. 20. № 12. С. 2195—2198.
- [3] Матвеев Б. А., Петров В. И. и др. // ФТП. 1988. Т. 22. № 7. С. 1244—1247.
- [4] Кютт Р. Н., Аргунова Т. С. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 1. С. 40—45.
- [5] Chu S. N. G., Macraher A. T., Strege K. E. e. a. // J. Appl. Phys. 1985. V. 57. N 2. P. 249—257.
- [6] Лидер В., Хапачев Ю. П. и др. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 4. С. 74—81.
- [7] Кютт Р. Н. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 8. С. 270—272.
- [8] Мильвидский М. Г., Освенский В. Б. Структурные дефекты в эпитаксиальных слоях полупроводников. М., 1985. 160 с.
- [9] Гуткин М. Ю., Романов А. Е. // ФТТ. 1987. Т. 29. № 9. С. 2750—2753.
- [10] Hagen W., Strunk H. // Appl. Phys. 1978. V. 17. P. 85—87.

Физико-технический институт
им. А. Ф. Иоффе АН СССР
Ленинград

Поступило в Редакцию
31 мая 1990 г.