

MBE InGaAs/GaAs 外延层晶胞弛豫 直接测量的 X 射线双晶衍射方法

庄 岩 王玉田 马文全 林耀望 周增圻

(中国科学院半导体研究所 国家光电子工艺中心 北京 100083)

摘要 本文采用了以解理面为衍射基面, 直接测量水平弛豫的方法测量了 $In_xGa_{1-x}As$ (衬底为 GaAs, $x \sim 0.1$) 外延层的应变及其弛豫状态。在以解理面为衍射基面的衍射曲线上清楚地观测到了衬底峰与外延峰的分裂。表明当 InGaAs 层厚度较厚 ($\sim 2\mu m$) 时, InGaAs 外延层与衬底 GaAs 已处于非共格生长状态, 同时发现大失配的 InGaAs 晶胞并没有完全弛豫恢复到自由状态。其平行于表面法线的晶格参数略大于垂直方向上的晶格参数 ($\Delta a/a \sim 10^{-3}$)。并且晶胞在弛豫过程中产生了切向应变。在考虑了切向应变的基础上准确地确定出了 InGaAs 层的 In 组分 x 。

PACC: 6110, 6855

1 前言

MBE 或 MOCVD 生长的 InGaAs/GaAs 异质外延材料由于其在高电子迁移率和量子阱红外探测器等器件上的应用而为人们所重视。但是, 由于 InAs/GaAs 的晶格失配很大 ($\sim 7\%$), 给样品的生长带来很大的困难。同时样品中所存在的应变及弛豫也给材料的测量带来困难。准确地测量外延层 InGaAs 的应变状态和 In 含量对器件的研制和工艺有着十分重要的意义。目前, 国际上普遍采用精度高而无损伤的 X 射线双晶衍射测量异质外延层的应变状态: 通过测量一系列的以样品表面为衍射基面的对称和非对称衍射, 以四方畸变或单斜畸变晶胞为计算模型, 根据外延层与衬底衍射峰之间的角距离间接地得到外延层沿各个方向的应变^[1~5]。

本文采用以解理面为衍射基面的测量方法, 从实验上直接测量 InGaAs 外延层水平方向上的应变及其切向应变(垂直于样品表面法线的应变为水平应变, 平行于样品表面法线的应变为垂直应变)。结合以样品表面为衍射基面的垂直应变的测量结果, 准确地确定出外延层中的应变状态和 In 的组分。

庄 岩 男, 1967 年生, 助理研究员, 从事 X 射线双晶衍射和异质外延材料的研究
1996 年 6 月 6 日收到初稿, 1996 年 8 月 19 日收到修改稿

2 实验方法

实验中所用的样品为在 GaAs(001)衬底上生长大失配的 $In_xGa_{1-x}As$ 外延层。In 组分的设定值为 0.1, 厚度为 $2\mu m$ 。同时将样品沿 [110] 和 $[1\bar{1}0]$ 两个方向解理, 解理面分别为 (110) 和 $(1\bar{1}0)$ 。X 射线衍射实验是在日本理学 SLX-1A 型超晶格测定装置上进行的。X 射线波长为 (铜靶 $K\alpha 1$) $0.1541 nm$ 。单色器取 Ge(004) 的非对称衍射。

为了能直接得到样品中水平晶格应变的信息, 我们采取以与样品表面 (001) 垂直的解理面 (110) 为衍射基面的 g_{220} 衍射。 g_{220} 衍射相对于 (110) 衍射基面而言是对称衍射。将样品沿其解理面表面法线旋转测量一系列的 g_{220} 衍射就可得到准确的样品水平方向上的应变信息。实验示意图参见图 1。

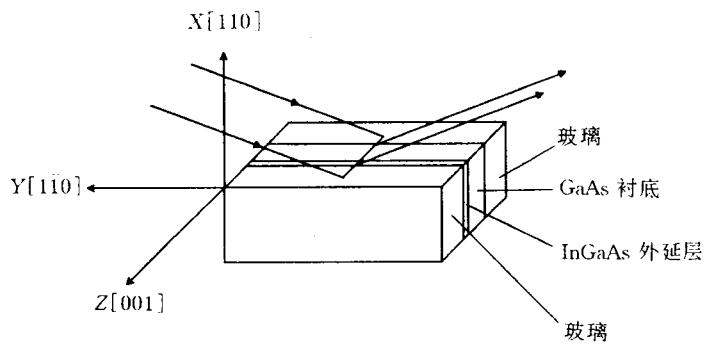


图 1 水平应变直接测量的光路图

3 理论模型

在 X 射线衍射曲线中, 外延层与衬底衍射峰的夹角可表示如下^[2]:

$$\begin{aligned} -\Delta\Psi \operatorname{ctg}\theta &= \epsilon_{zz}\cos^2\varphi + \epsilon_{xx}\sin^2\varphi + \operatorname{ctg}\theta(\frac{\partial U_x}{\partial Z}\sin^2\varphi - \frac{\partial U_z}{\partial X}\cos^2\varphi) \\ &\pm \operatorname{ctg}\theta \frac{\sin 2\varphi}{2}(\epsilon_{zz} - \epsilon_{xx}) \pm \frac{\sin 2\varphi}{2}(\frac{\partial U_x}{\partial Z} + \frac{\partial U_z}{\partial X}) \end{aligned} \quad (1)$$

其中 $\Delta\Psi$ 为外延层与衬底衍射峰的夹角; θ 为衬底的 Bragg 角; U 是衍射面的位移矢量; φ 为衍射晶面与衬底表面的夹角。式中符号“+”与“-”分别对应于在衍射面处于 Bragg 位置时, 入射 X 射线与衬底表面夹角为 $\theta \pm \varphi$ 。位移梯度张量分量 U_{ij} , 纯转动张量分量 R_{ij} 和纯应变分量 ϵ_{ij} 分别定义为

$$\begin{aligned} U_{ij} &= \frac{\partial U_i}{\partial j} \\ R_{ij} &= \frac{1}{2}(\frac{\partial U_i}{\partial j} - \frac{\partial U_j}{\partial i}) \\ \epsilon_{ij} &= \frac{1}{2}(\frac{\partial U_i}{\partial j} + \frac{\partial U_j}{\partial i}) \quad i, j = X, Y, Z \end{aligned} \quad (2)$$

其中 纯转动张量分量 R_{ij} 代表着晶胞作无形变的纯刚性旋转, 而纯应变张量分量 ϵ_{ij} 则代表着位移梯度张量减去纯转动张量后的纯形变部分^[6]。对于一般的以样品表面为衍射基面的测量, 若要得到应变张量的各个分量, 需要测量以样品表面为衍射基面的多个对称和非对称衍射曲线。对于非对称衍射, 衍射晶面与晶体表面夹角 φ 不为零。从(1)式可看出至少要测量 11 条衍射曲线才可最终确定出位移梯度张量 U_{ij} 的各个分量, 然后再根据(2)式, 得到 R_{ij} 和

ϵ_{ij} , 计算相当复杂. 另外, 对于掠出射测量, 衍射峰较宽, 并且衍射峰与衬底峰的角间距减小, 给准确地确定外延层的峰位带来困难, 引进实验误差. 并且单一地从某一条衍射曲线不能直观地判断外延层是否产生弛豫和水平应变. 由于测量过程中衍射基面不能改变, 使得晶格绕样品表面法线的转动难以测量到. 而解理面测量法外延层的应变状态是通过改变衍射基面(利用与样品表面垂直的两个解理面)的多个对称衍射来实现的. 整个测量过程中由于不需要非对称衍射的测量从而使(1)式简化为

$$-\Delta\Psi = \tan\theta\epsilon_{zz} - \frac{\partial U_z}{\partial X} \quad (3)$$

衍射示意图参考图(1). 以 XOY 为衍射基面将样品绕 Z 轴旋转 $0, 90, 180, 270$, 分别测量四条 (004) 对称衍射曲线可获得位移梯度张量分量 $\epsilon_{zz}, U_{xz}, U_{zy}$. 然后再分别以 XOZ, YOZ 为衍射基面测量四条对称 g_{220} 衍射曲线就可得到其余的应变张量分量. 由于在测量过程中, 衍射基面发生了改变, 因而可测量到全部的(包括普通衍射方法所测量不到的, 晶格绕样品表面法线的转动分量)应变分量. 同时根据外延层相对于衬底衍射峰在解理面衍射曲线上的分裂, 可直接地判断外延层是否产生水平应变和水平弛豫的信息.

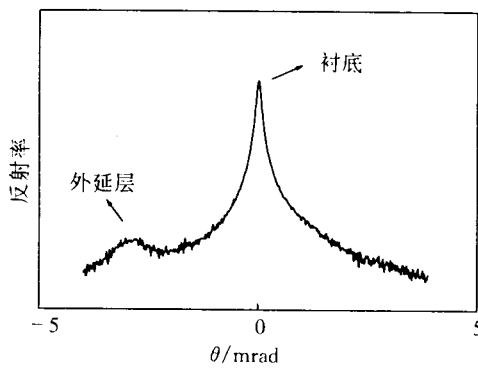


图 2 解理面 $g_{220}X$ 射线衍射曲线
图 2 解理面 $g_{220}X$ 射线衍射曲线 移梯度张量 U , 纯转动张量 R 和纯应变张量 ϵ 矩阵为

$$U = \begin{pmatrix} 6.9156 & -0.1221 & 0.1745 \\ 0.0000 & 6.9051 & -0.2705 \\ -0.1309 & 0.0785 & 8.8343 \end{pmatrix} \times 10^{-3}$$

$$R = \begin{pmatrix} 0.0000 & -0.06105 & 0.1527 \\ 0.06105 & 0.0000 & -0.1745 \\ -0.1527 & 0.1745 & 0.0000 \end{pmatrix} \times 10^{-3}$$

$$\epsilon = \begin{pmatrix} 6.9156 & -0.06105 & 0.0218 \\ -0.06105 & 6.9051 & -0.096 \\ -0.0218 & 0.096 & 8.8343 \end{pmatrix} \times 10^{-3}$$

由此可得到外延层的晶格参数分别为 $a_{100} = 0.56925\text{nm}$, $a_{010} = 0.56925\text{nm}$, $a_{001} = 0.57032\text{nm}$. 比较外延层晶胞在三个方向上的晶格参数发现 InGaAs 外延层并没有完全弛豫. 垂直方向的晶格参数比水平方向的晶格参数要大 $\sim 2 \times 10^{-3}$. 比较表 3, 4 可以看到晶胞在发生弛豫的过程中, 晶胞的纯应变分量(ϵ_{ij})比较小, 而相应于晶胞纯转动的分量 R_{ij} 则比

4 实验结果和讨论

图(2)为以解理面 $XOZ(110)$ 面为衍射基面的对称 g_{220} 衍射曲线. 从图中可清楚地观测到外延层与衬底的 g_{220} 衍射峰发生了分裂. 证明了外延层对于衬底已经不再是共格生长, 在水平方向上已经产生了弛豫. 为了准确地得到外延层的应变弛豫状态, 我们分别以 $YOZ(\bar{1}\bar{1}0)$ 和 $XOY(001)$ 面为衍射基面, 测量一系列的 g_{220} 和 g_{004} 衍射, 衍射数据列于表 1. 根据式(2), (3), 可得到位

较大。表明外延层在超过其临界厚度时,在衬底与外延层交界面处有失配位错产生,失配位错的产生将使一部分能量释放。对于生长方向平行于[001]的样品,其失配位错一般为30°或60°位错,且其位错线一般均平行于[110]由此将导致晶胞产生扭转。随样品厚度的增加,样品的弛豫加大。当厚度趋向无穷厚时,样品完全弛豫晶胞也将恢复到自由状态下的立方晶胞。同时可看到 $\epsilon_{xy}, \epsilon_{xz}, \epsilon_{yz}$ 不为零,表明外延层存在着切向的应变。

外延层 InGaAs 中 In 的组分可通过下式求得^[1]:

$$\frac{a_x - a_s}{a_s} [c_{11}(x) + 2c_{12}(x)] + c_{11}(x)\epsilon_{zz} + c_{12}(x)(\epsilon_{xx} + \epsilon_{yy}) = 0$$

其中 a_x, a_s 分别为外延层和衬底的晶格常数; c_{ij} 为外延层的弹性常数。再根据 Vegard 定律可最终求出 In 的组分

$$x = \frac{a_x - a_s}{a_0 - a_s} \quad (a_0 \text{ 为 InAs 的晶格常数})$$

表 5 列出了我们以样品表面为衍射基面的几个非对称衍射 g_{224} 的实验结果。 γ_0, γ_H 分别为入射 X 射线与出射 X 射线的方向余弦。 XOZ, YOZ 分别为两组 g_{224} 衍射的 X 射线入射平面。 $\pm(X, Y)$ 分别代表着 X 光沿 $\pm(X, Y)$ 轴入射到样品。结合表 1 所列出的样品 g_{004} 的衍射结果,在假设外延层晶胞为四方畸变基础上,可求出外延层晶胞的各个晶格参数(列于表 5),并求出 InGaAs 中 In 的含量 x 。与解理面测量方法所得的结果相比较可看到晶格参数,组分有一定的偏差。我们认为这种差别主要来自以下两个方面:首先普通的测量方法是建立在外延层晶胞发生四方畸变基础上进行的,而解理面法是以晶胞产生三斜应变为模型进行计算的。另一方面,普通测量方法需要进行非对称衍射 g_{224} (或 g_{115}, g_{113})的测量,非对称衍射的测量要求入射光严格平行于(101)平面,否则就将导致实验的偏差。而在实验中严格意义上的平行是不可能的,因此普通的测量方法必然使实验的准确性下降。相反,解理面法由于不需要非对称衍射的测量,因而避免了上述的实验偏差。

表 1 外延层与衬底衍射峰的夹角 ($\times 10^{-3}$)

	XOY		XOZ		YOZ	
	004(X)	004(Y)	220(X)	220(Z)	220(Y)	220(Z)
(+)	-5.8468	-5.6898	-2.8798	-3.1590	-2.9845	-2.7402
(-)	-5.5850	-5.8468	-2.8798	-2.6180	-2.7402	-3.0892

表 2 (表格中数值 $\times 10^{-3}$)

U_{xx}	U_{xy}	U_{xz}	U_{yx}	U_{yz}	U_{yy}	U_{zx}	U_{zy}	U_{zz}
-2.8886	-0.1221	0.1745	0.0000	-0.2705	-2.8842	-0.1309	0.0785	-5.7421

表 3 (表格中数值 $\times 10^{-3}$)

ϵ_{xy}	ϵ_{xz}	ϵ_{yx}	ϵ_{yz}	ϵ_{zx}	ϵ_{zy}
-0.06105	0.0218	-0.06105	-0.096	0.0218	-0.096

表 4 (表格中数值 $\times 10^{-3}$)

R_{XY}	R_{XZ}	R_{YX}	R_{YZ}	R_{ZX}	R_{ZY}
-0.06105	0.1527	0.06105	-0.1745	-0.1527	0.1745

表 5 (表格中数值 $\times 10^{-3}$)

	a_{100}/nm	a_{010}/nm	a_{001}/nm	x
解理面法	0.56925	0.56925	0.57032	0.0110
普通方法	0.56994	0.56994	0.57032	0.118

参 考 文 献

- [1] C. Giannini, L. De Caro and L. Tapfer, Solid State Communications, 1994, **91**(8): 635~638.
- [2] K. Helming and S. Matthies, Phys. Stat. Sol. (b), 1984, **126**: 43.
- [3] Yu. P. Khapachev and F. N. Chukhovskii, Sov. Phys. Crystallogr., 1989, **34**(3): 465~482.
- [4] M. Servidori, F. Cembali and A. Zani, J. Appl. Cryst., 1992, **25**: 46~51.
- [5] J. E. Ayers and S. K. Ghandhi, Journal of Crystal Growth, 1991, **113**: 430~440.
- [6] 陈纲, 廖理凡, 晶体物理学基础, 北京: 科学出版社, 1992, 第三章.

Direct Measurement of InGaAs/GaAs Lattice Relaxation by Double-Crystal X-ray Diffraction

Zhuang Yan, Wang Yutian, Ma Wenquan, Lin Yaowang and Zhou Zengqi

(Institute of Semiconductors, National Research Center for Optoelectronic Technology,
The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083)

Received 6 June 1996, revised manuscript received 19 August 1996

Abstract We present a direct measurement of lattice relaxation on InGaAs/GaAs by employing diffraction on the cleavage plane. Both the substrate and the epitaxial layer peaks are clearly observed on the X-ray diffraction pattern, which means the InGaAs layer grown incoherently with the GaAs substrate. Shear strain is also occurred and the lattice parameter is slight larger along the vertical direction than along the lateral direction ($\Delta a \sim 10^3$). Furthermore, based on the shear strain model, the composition of In is determined with high resolution.

PACC: 6110, 6855