

用X射线形貌技术研究GaAs衬底及GaAs- $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ DH外延片中的缺陷*

高维滨 石志文 任夫余 鞠静丽

(中国科学院半导体研究所)

提 要

我们利用透射X射线形貌技术观察了n-GaAs衬底及GaAs-Al_xGa_{1-x}AsDH外延片中的晶体缺陷，并且用高分辨率形貌技术与金相技术进行了对照。证明了普通X射线形貌像中的衬度是由晶体缺陷形成的。根据X射线形貌像，我们对n-GaAs衬底及GaAs-Al_xGa_{1-x}AsDH外延片中的缺陷密度作出了评价。

采用常规的DH液相外延技术及质子轰击条形的器件工艺，将我们研究的衬底制成了激光器。测试结果表明：器件的成品率和质量与我们对衬底中缺陷密度的评价完全对应。利用X射线形貌技术挑选出的低缺陷密度的衬底，我们获得了很多性能优良的长寿命激光器。

一、引言

X射线形貌技术是一种对应变敏感的方法，它是非破坏性的，而且可对大面积的晶片进行检测^[1]。因而在器件物理和器件工艺的研究中获得广泛的应用。

激光器的寿命和其它特性与材料中的缺陷关系十分密切。为了获得长寿命室温连续工作的GaAs-Al_xGa_{1-x}As双异质结(DH)激光器，必须研究材料中的缺陷及其产生的原因。

曾经用金相方法^[2]研究过GaAs-Al_xGa_{1-x}As双异质结外延片中的缺陷，观察到位错由衬底向外延层中延伸，但由于采用腐蚀法显示位错露头，破坏了样品，不能进一步制成器件进行比较。

Krishna Kumar等^[3]曾用X射线形貌技术研究过位错的延伸，但采用磨层拍摄形貌像对样品也是破坏性的。

本工作利用反常透射X射线形貌技术，对衬底表面层和GaAs-Al_xGa_{1-x}As双异质结外延层中的缺陷密度作出了评价，然后将样品制成条形激光器。测试结果表明：器件的成品率和质量与我们对衬底中缺陷密度的评价完全一致。用X射线形貌技术挑选出的低缺陷密度的衬底，使我们获得了很多性能优良的长寿命激光器。因此可以认为：透射X射线形貌技术能够准确可靠的评价衬底和外延层中的缺陷密度，并能够用来挑选出适于做长寿命，高性能激光器的衬底和外延片。

* 1980年10月23日收到。

二、实验方法

1. 样品制备 将掺 Te 或 Si 的 n-GaAs 单晶经定向切割后, 用 306# 金刚砂双面研磨, 再经机械化学抛光制成双面都光亮的衬底。衬底的厚度为 $220\mu\text{m}$, 抛光面与(100)晶面的偏离角小于 $5'$ 。再将其解理为 $10 \times 9\text{mm}^2$ 的衬片。

2. X 射线形貌技术 采用透射法(Lang 法)。当 GaAs 晶片厚度为 $t=220\mu\text{m}$ 时, 其光电吸收系数 μ 与厚度 t 的乘积 $\mu t \gg 10$, 因此是利用反常透射原理(Borrmann 效应)获得 X 射线形貌像。实验装置的原理如图 1 所示。

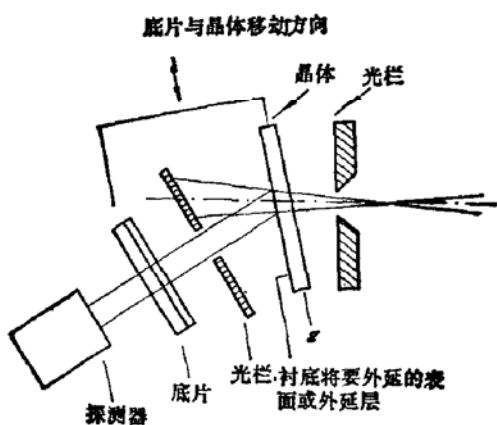


图 1 透射 X 射线形貌技术实验装置的原理图

实验中将衬底要进行外延的表面或外延片的外延层置于出射光束的一侧。利用反常透射原理成像, 缺陷在底片上的衬度是黑色背景下的白色像。实验中一般使用普通 X 射线底片。对某些样品为了获得高分辨率的 X 射线形貌像我们还使用了“核-4”核乳胶干版。

3. 外延生长 利用通常的多层生长的液相外延(LPE)技术, 生长了 $\text{GaAs}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 双异质结。生长条件为: 起始温度 852°C , 终止温度 830°C , 降温速率 $0.45^\circ\text{C}/\text{min}$ 。依次生长五层: 缓冲层 n-GaAs, 掺 Te, $n \sim 2 \times 10^{18}\text{cm}^{-3}$, 厚度 $\sim 10\mu\text{m}$; 限制层 n-Al_xGa_{1-x}As, 掺 Sn, $n \sim 1 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$, 厚度 $3\mu\text{m}$; 有源层 P-GaAs, 掺 Si, $p \sim 7 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$, 厚度 $0.3\mu\text{m}$; 限制层 P-Al_xGa_{1-x}As, 掺 Ge, $p \sim 3 \times 10^{17}\text{cm}^{-3}$, 厚度 $2\mu\text{m}$; 电极层 P-GaAs, 掺 Ge, $p \sim 3 \times 10^{18}\text{cm}^{-3}$, 厚度 $\sim 2\mu\text{m}$ 。

4. 器件工艺与测试 用质子轰击制成条形激光器^[4], 条宽为 $15\mu\text{m}$, 腔长为 $200\mu\text{m}$ 。对器件的脉冲特性、直流特性、光输出功率、激射光谱、温度特性以及寿命进行了测试, 从而对不同衬底制出的激光器性能进行了比较, 以便找出它们与衬底中缺陷密度的关系。

三、实验结果

本实验所使用的五根 GaAs 单晶的原始数据如表 1 所示。表中数据是由单晶提供单位给出的。每栏中有两个数据, 上部的数据是在单晶头部测出的, 下边的数据是在单晶尾部测出的。单晶 Si78-1 很短, 因此只有一个数据。

1. 将这五根单晶按上述样品制备方法制成衬底。 每根锭条上取 3—5 片拍摄了透射 X 射线形貌像。由于一根锭条上不同晶片的 X 射线形貌像基本相同, 因而每根锭条上只给出了一张典型的 X 射线形貌照片。如图 2 所示*。照像条件: 电压 50kV 、电流 20mA 、MoK_{α1} 辐射。 $\dot{g} = \langle 220 \rangle$, 在照片中是沿水平方向由左向右。

* 本文中图 2—5 见图版 I、II。

表1 实验所使用的五根 GaAs 单晶的参数

单晶编号	掺杂元素	载流子浓度 (n) cm^{-3}	电阻率 $\Omega\text{-cm}$	迁移率 $\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$	位错密度 cm^{-2}
Si78-1	Si	1.64×10^{18}	1.77×10^{-3}	2153	200
Te77-27	Te	1.3×10^{18} 5.2×10^{18}	1.95×10^{-3} 6.17×10^{-4}	2380 1930	1250 666
Te78-9	Te	1.97×10^{18} 2.98×10^{18}	1.38×10^{-3} 9.70×10^{-4}	2133 2170	1000 200
Te78-51	Te	9.0×10^{17} 5.34×10^{18}	2.84×10^{-3} 5.89×10^{-4}	2800 1960	462 378
Te78-10	Te	1.40×10^{18} 1.37×10^{18}	1.88×10^{-3} 1.39×10^{-3}	2390 3315	380 390

从这些照片上可以看到由许多白色短线和白点组成的衬度, 即在黑色背底下的白色衬度, 它们是由 Borrman 效应形成的动力学像。

2. 根据 X 射线形貌技术的成像理论, 我们认为: 黑色背景中的白色衬度是由晶体缺陷形成的。由于我们使用了普通 X 射线底片, 这些照片的分辨率较低, 因而根据这些照片只能评价缺陷的密度, 而不能分辨出单个的缺陷。因此, 我们对典型的衬片, 或是用核乳胶干版拍摄了高分辨率的 X 射线形貌照片或是用金相技术作了对照, 证实这些白色衬度是由晶体缺陷形成的。

我们对单晶 Te78-10 的一个衬片 Te78-10A 用“核-4”干版拍摄了高分辨率形貌像, 如图 3(a) 所示, 其中白框所标出部分的局部放大象见图 3(b)。从图 3(b) 中可以看到许多位错线, 在像片的中部, 自上而下有一位错的排列。由此证明了, 普遍 X 射线形貌像中白色衬度的确是由晶体缺陷形成的。

用样品 Te78-8 拍摄了 X 射线形貌像, 样品厚度 $220 \mu\text{m}$, 如图 4(a) 所示。然后将该样品用 AB 腐蚀剂显示后进行了金相观察。图 4(b) 是图 4(a) 中方框所标示区域的金相照片。图 4(a) 中的白点对应于金相照片中的位错坑, 下部由白点组成的一条带与图 4(b) 中由位错坑组成的一条带相对应。

根据以上的观察可以认为: X 射线形貌像中白色短线和白点组成的衬度基本上是由位错产生的。由于片厚只有 $220 \mu\text{m}$, 与晶体表面交角很小的位错线投影成很短的线段, 与表面交角接近垂直的位错线只能投影为一个点。此外我们也注意到其它缺陷在 X 射线形貌像中所形成的衬度。例如在图 2(c) 中, 照片上部有明显的杂质条纹, 它与金相的观察也可以对应; 又如在图 4(a) 中照片下部边缘一组粗的白色短线组成一条带是脱 As 形成的富 Ga 区, 用 AB 腐蚀剂显示后, 在金相显微镜下观察到该区域具有金属光泽。在 X 射线形貌照片上也能见到衬底上的划痕, 但它容易与位错线区分开, 而且衬底用 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{O}_2\text{-H}_2\text{O}$ 系腐蚀剂漂洗后可以去掉这些划痕。

3. 根据五根 GaAs 单晶制成衬底的 X 射线形貌像(图 2), 可以评价衬底的缺陷密度。缺陷密度最低的是 Si78-1, 居中的是 Te77-27 和 Te78-9, 最高的是 Te78-51 和 Te78-10。

4. 外延片的 X 射线形貌像: 采用前面所描述的液相外延方法, 在这五根单晶制成的

衬底上生长了双异质结，并拍摄了透射X射线形貌像。实验布置如图1所示。使用了“核-4”干板，照像条件同前。图5示出了两个外延片的X射线形貌像。图5(a)的衬底为缺陷密度最低的Si78-1(参见图2(a))。图5(b)的衬底为缺陷密度最高的Te78-10A(参见图3(a))。图5(a)中的上方，中间和下方各有一条白色的带，图5(b)中的右上方有一白色区域，这些都是外延以后的沾Ga区。将图5(a)和(b)相比较，可以看到衬底Si78-1外延后缺陷密度仍然很低，而衬底Te78-10A外延后缺陷密度仍然较高。因此可以认为：虽然外延对缺陷有一定的隔离作用^[5]，但并不能有效地阻止缺陷向外延层中延伸。图5(c)(d)分别为上述二个外延片解理面的金相照片。从照片上可以看出，外延生长的五层结构厚度均匀，各结平直，外延质量良好(图2—5见图版I、II)。

5. 用五种衬底生长的双异质结外延片制成激光器的测试结果：除单晶Si78-1的衬底只作过一次双异质结外延，其它四根单晶的衬底都作过多次双异质结外延，然后用质子轰击制成条形激光器。为了便于进行成品率的比较，用来制作双异质结激光器的外延片的面积都取为 $5 \times 7\text{mm}^2$ ，而且都是外延表面的光亮区。对所有器件都进行了测试，测试的内容包括：直流相干阈值电流、光输出功率、激射光谱、温度特性及室温连续工作寿命等。在进行成品率的比较中，为了排除工艺中的偶然失误，我们选择了每根单晶中器件特性最好的一片来进行比较。但Si78-1只作了一片，故没有选择的余地。结果列于表2。

表2 五根单晶制成的 $\text{GaAs-Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ DH 激光器的性能

单晶编号	Si78-1	Te78-9	Te77-27	Te78-51	Te78-10
单晶的位错密度 (cm^{-2})	200	1000 200	1250 666	462 378	380 390
由X射线形貌像对衬底中缺陷密度的评价	低	中	中	高	高
由X射线形貌像对外延片中缺陷密度的评价	低	中	中	高	高
各片连续相干器件的数目(个)	105	70	38	9	8
直流相干阈值电流 (mA)	40—120	100—150	60—400	140—210	100—200
一般光输出功率 (mW)	20—30	2—10	2—10	2—3	2—5
最大光输出功率 (mW)	70	15	15	4	16
室温连续工作寿命(小时)	50℃加速老化>2000*	2×10^4	10^4	100	>200

* 折合室温连续相干寿命 8×10^4 小时。

由表2可以看出，激光器的成品率和质量与我们用X射线形貌技术对衬底中缺陷密度的评价完全对应。由X射线形貌像评价出的缺陷密度最低的衬底Si78-1(相应的外延片中缺陷密度也最低，两者的评价一致)制成的DH激光器的成品率及性能最好。应当说明的是表中列出的寿命数据(除Si78-1外)都是室温下的实测数据，有些器件现在仍然在激射。Si78-1的激光器的寿命数据为升温加速老化的寿命，根据这些数据推算，此键条做

的激光器在室温下的寿命可达 8×10^4 小时。

四、讨 论

1. 正常的透射X射线形貌像是晶片中缺陷的二维投影图, 它能清晰的显示出整个晶片中的缺陷。我们的照像条件 $\mu t \gg 10$ 是反常透射, 对于由反常透射原理形成的动力学像主要是靠近出射面的缺陷的二维投影。外延层中的缺陷一部分是在外延过程中产生的, 其余的都是由衬底表面的缺陷延伸而来。衬底表面的缺陷对外延层中缺陷的多少起着重要的作用, 因而影响器件的成品率和质量。我们用X射线形貌技术对衬底缺陷密度所作出的评价与器件的成品率和质量能很好的一致, 其原因有二:

- (1) 衬底表面的缺陷密度与衬底体内缺陷密度基本上是相应的。
- (2) 我们拍摄透射X射线形貌像时, 其几何布置如图1所示。使要进行外延的衬底表面放在出射光束的一侧, 我们的照相条件 $\mu t \gg 10$, 属于反常透射。入射表面和体内的缺陷与出射表面的缺陷所激发的能流三角形的体积不同^[6], 如图6所示。前者激发的能流三角形体积大, 因而缺陷的像比较模糊, 弥散。而出射表面的缺陷所激发的能流三角形体积较小, 因而缺陷的像比较清晰, 敏锐。所以出射表面的缺陷形成清晰敏锐的像, 有较大的衬度。因而我们获得的透射X射线形貌像中将要外延的衬底表面上的缺陷有较大的衬度。对外延片来说, 外延层中的缺陷对衬度有较大的贡献。也就是说, 我们所获得的X射线形貌像是衬底将要外延表面附近或外延层中缺陷的二维投影图。

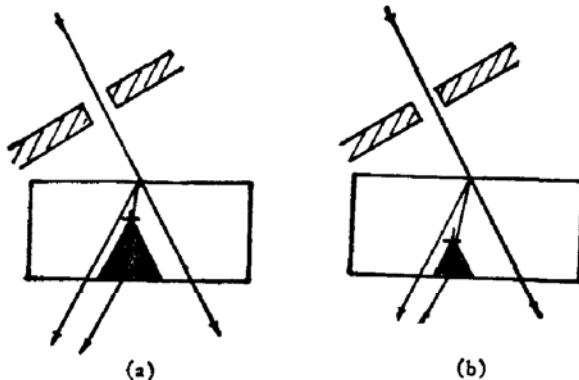


图6 (a) 反常透射条件下, 在透射X射线形貌技术中位于入射表面和体内缺陷所激发的能流三角形的体积较大 (b) 在出射表面的缺陷激发的能流三角形体积较小

2. 由表2可知, Te77-27和Te78-9的位错密度分别为: $1250(666)\text{cm}^{-2}$ 和 $1000(200)\text{cm}^{-2}$, 而 Te78-51和Te78-10的分别为: $462(378)\text{cm}^{-2}$ 和 $380(390)\text{cm}^{-2}$, 与我们根据X射线形貌像对缺陷密度的评价不一致。这一方面是由于腐蚀法确定的位错密度不准确, 另一方面是由于X射线形貌像不仅能显示位错, 而且也能显示其它缺陷, 即白色衬度不仅能由位错形成, 也能由其它缺陷形成。它是更准确更可靠的方法。用X射线形貌像对缺陷密度的评价与器件的结果一致也支持了这一点。

五、结 论

1. 用透射X射线形貌技术可以对GaAs-Al_xGa_{1-x}As DH激光器的n-GaAs衬底及外延

层中的缺陷密度作出确切的评价，器件的成品率和质量与用透射 X 射线形貌技术对衬底和外延片中缺陷密度的评价完全对应。

2. 外延片的缺陷密度与衬底的缺陷密度有对应关系，因此在具有稳定的双异质结外延技术及制管工艺的条件下，利用透射 X 射线形貌技术挑选出的优良衬底，可以获得高的器件成品率和好的器件特性。

本工作曾得到庄婉如、余金中、马国荣、田慧良、王丽明、杨培生、马英棣、王树堂等人的帮助，在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] A. R. Lang, *Acta Metall.*, **5**, 358(1957).
- [2] 彭怀德, 半导体学报, **1**, 43 (1980).
- [3] Krishna Kumar and Mieko Takagi, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **16** 957(1977).
- [4] 中国科学院半导体所光电研究室、半导体学报, **1**, 46 (1980).
- [5] 石井恂^{ほか}, 应用物理, **46**, 85 (1977).
- [6] B. K. Tanner, *X-Ray Diffraction Topography*, Chapter I, p.p.6—14, Pergamon press. (1976).

A Study of Defects in GaAs Substrates and GaAs-Al_xGa_{1-x}As DH Epitaxial Wafers by X-Ray Topography

Gao Weibin, Shi Zhiwen, Ren Qingyu and Ju Jingli
(Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Sciences)

Abstract

Defects in GaAs substrates and GaAs-Al_xGa_{1-x}As DH (double heterostructure) epitaxial wafers have been observed by means of transmission X-ray topography. High resolution X-ray topography and metallographic techniques prove that the contrast in X-ray topographic photos is produced by crystal defects. An evaluation for the density of the defects in GaAs substrates and GaAs-Al_xGa_{1-x}As DH wafers is given according to the X-ray topographic photos.

The stripe lasers have been made by conventional LPE (liquid phase epitaxy) and proton bombardment. Measurement of the characteristics of the lasers shows that the device yield and quality correspond to our evaluation from X-ray topography for the density of the defects in the substrates and epitaxial wafers.