

研究快报

$\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格的 MOVPE 生长

陆大成 汪 度 刘祥林 万寿科

(中国科学院半导体研究所, 半导体材料科学开放实验室 北京, 100083)

王 玉 田

(中国科学院半导体研究所 北京, 100083)

1992年3月9日收到, 同年4月27日修改定稿

本文报道用常压金属有机物气相外延方法在 GaSb 衬底上生长 $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格材料。X 射线双晶衍射谱和反射电子显微像表明超晶格结构的周期性, GaInSb 阱的组分均匀性和异质结界面质量较好。观察到当 In 含量提高时起源于超晶格-衬底界面处的失配位错。低温光荧光测量显示出因量子尺寸效应导致的带间跃迁向高能方向的移动。

PACC: 6865, 8115H, 6855, 7360F

在可用于 $2.55\mu\text{m}$ 波长光电器件的 III-V 族化合物半导体材料体系中, GaInAsSb / GaSb^[1,2], GaInAs/InP^[3] 和 InAsSb/InSb 是被人研究较多的几个体系。近来有人提出 $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}/\text{GaSb}$ 体系, 当 x 值为 0.37 时, 室温下能隙为 0.46eV, 也可以用在这一波段。由于 GaInSb/GaSb 是晶格失配体系, 为了在 GaSb 上生长出高质量的 GaInSb 外延层, 曾采用 GaInSb/GaSb 应变层超晶格 (SLS) 做于缓冲层, 并且观察到在 $\text{Ga}_{0.7}\text{In}_{0.3}\text{Sb}/\text{GaSb}$ SLS 缓冲层上生长的 $\text{Ga}_{0.7}\text{In}_{0.3}\text{Sb}$ 外延层的表面形貌得到了改善^[5]。然而到目前为止尚未看到对 GaInSb/GaSb 应变层超晶格的金属有机物气相外延 (MOVPE) 生长的详细研究。本文将报道对 GaInSb/GaSb SLS 的 MOVPE 生长与表征。

$\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格是在自制的 SM35A 型常压 MOVPE 设备上生长的。该设备采用快速动作, 无死空间的线型“放空-生长多路阀门结构”(即所谓的 vent-run manifold), 并附有压力平衡与流量补偿, 以便快速和平稳地切换进入反应室的混合气体。特殊设计的水平石英反应室消除了进口端的离壁射流。经 Pd 扩散提纯的氢气作为载气。流过反应管的总氢气流速为 9SLM, 反应室内平均气体线速度约为 0.1m/s。使用三甲基镓 (TMGa)、三甲基铟 (TMIn) 和三甲基锑 (TMSb) 为源。典型的生长条件见表 1。目前尚未对最佳生长条件进行研究。使用的衬底为掺 Te 的 (100) 取向 GaSb 单晶片。经化学腐蚀后置于石墨基座上。外延生长前衬底在 TMSb 气氛下先经 250℃ 加热半小时, 接着在 620℃ 下热处理 10 分钟, 然后在 580℃ 下进行外延生长。首先生长约

表 1 GaInSb 和 GaSb MOVPE 典型生长条件

	生长温度 ($^{\circ}\text{C}$)	TMGa ($\mu\text{mol}/\text{min}$)	TMin ($\mu\text{mol}/\text{min}$)	TMSb ($\mu\text{mol}/\text{min}$)
GaSb	580	9.65	—	11.8
$\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}$	580	9.65	0.88—2.25	11.8—13.6

1 微米厚的 GaSb 缓冲层,然后生长超晶格结构。

$\text{GaInSb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格用 X 射线双晶衍射,反射电子显微术 (REM)^[6] 和低温光荧光谱 (PL) 进行测量。X 射线双晶衍射测量以 $\text{CuK}\alpha_1$ 为辐射源,第一晶体为高纯硅的 (422) 衍射, $\lambda = 0.15405\text{nm}$ 。第一狭缝为 0.05mm , 第二狭缝为 0.02mm 。反射电子显微术与透射电子显微术相比,其样品制备要简单的多,只要求将新鲜的 (110) 解理面装入电镜而无需减薄。反射电子显微像不但可以用来观测超晶格的周期结构,而且可以显示超晶格内的失配位错,因此是研究应变层超晶格的有力工具。光荧光测量是在 14K 温度下进行的,以 Ar^+ 激光器的 $5145\text{\AA}$ 谱线作为激励光源,典型的激发功率为 100mW , 光荧光经光栅单色仪由液氮冷却的 Ge 探测器接收,其信号经锁相放大器放大后记录。

在常压或低压 MOVPE 系统中生长超晶格时,通常采用生长中断技术,即在异质结界面处中断外延生长一个暂短时间(通常小于 1 分钟),以使气相成分得以彻底改变来获得陡峭的异质结构。在中断生长时仅维持 V 族源以保护表面。我们在生长 GaInSb 阱层

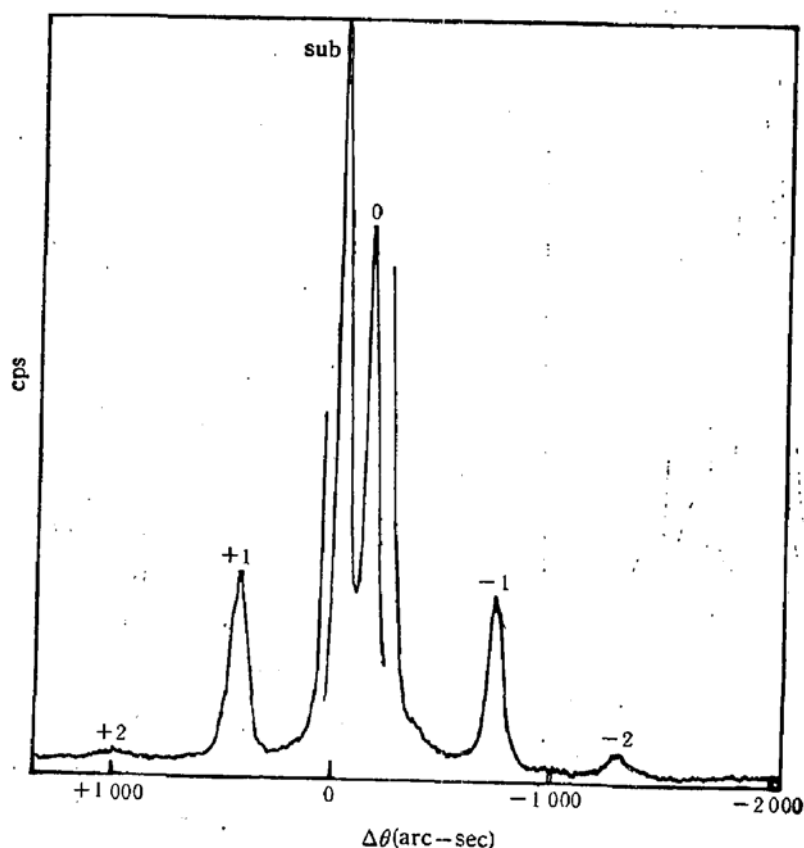


图 1 $\text{Ga}_{0.4}\text{In}_{0.6}\text{Sb}(68\text{\AA})/\text{GaSb}(240\text{\AA})$ 应变层超晶格的 X 射线双晶衍射迴摆曲线, $g = 004$

的前后均采用生长中断,并且二处生长中断时间相同。首先进行了生长中断时间对超晶格结构的影响的实验,生长中断时间分别为 0,5 和 10 秒。在这三个 $\text{Ga}_{0.9}\text{In}_{0.1}\text{Sb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格样品上均观测到 X 射线双晶迴摆曲线上的表征超晶格结构的多级卫星峰。中断时间为 0 秒(即连续生长)时能观察到卫星峰表明我们的气体处理系统与反应管的设计较好。当生长中断为 5 秒时,卫星峰的半高宽(FWHM)比连续生长时有所减小,说明生长中断改善了异质结界面的陡峭程度。生长中断延长到 10 秒时,并未观察到卫星峰的半高宽有进一步的显著改善。为了减少在生长中断期间可能发生的表面沾污和缩短总生长时间,在本文以后的工作中,均选择 5 秒的中断条件。图 1 是 $\text{Ga}_{0.9}\text{In}_{0.1}\text{Sb}(68\text{ \AA})/\text{GaSb}(240\text{ \AA})$ 周期数为 20 的应变层超晶格的 X 射线双晶迴摆曲线,图中 GaSb 缓冲层及衬底的(004)衍射峰的半高宽为 56.3 arc-sec ,超晶格 0 级卫星峰的半高宽为 70.3 arc-sec ,1 级卫星峰为 80.9 arc-sec 。超晶格的卫星峰的半高宽说明超晶格结构的完整性,它包括超晶格的周期性,异质界面的平坦度(或粗糙度)和阱中组分的均匀性,因此图 1 的卫星峰表明了该应变层超晶格的结构完整性较好。

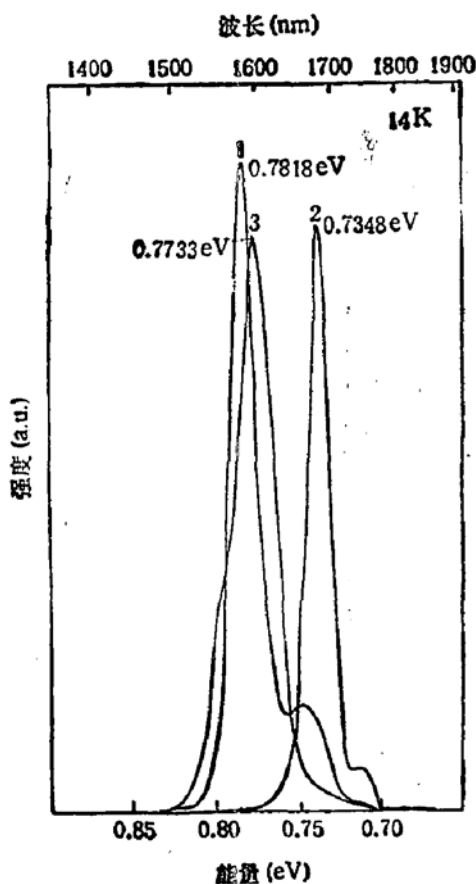


图3 $\text{Ga}_{0.9}\text{In}_{0.1}\text{Sb}(68\text{ \AA})/\text{GaSb}(240\text{ \AA})$ 应变层超晶格的低温光荧光光谱(曲线3),为了比较也示出 $\text{Ga}_{0.9}\text{In}_{0.1}\text{Sb}/\text{GaSb}$ (曲线2)和 GaSb/GaSb (曲线1)体外延层的光荧光光谱

从图中可以看出应变层超晶格的光荧光主峰与体 GaInSb 层相比,明显的

图 2(a) 为 $\text{Ga}_{0.88}\text{In}_{0.12}\text{Sb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格的反射电子像,其生长方向的放大倍数约为垂直于生长方向的 20 倍。可以看出在大约 50 微米的宽范围内(在图 2(a) 中仅示出一部分),超晶格的周期均匀, GaInSb 到 GaSb 的异质界面及 GaSb 到 GaInSb 的异质界面均平直、陡峭,并且没有失配位错。图 2(a) 中贯穿超晶格的线是(110)解理面上的原子台阶。图 2(b) 为 $\text{Ga}_{0.7}\text{In}_{0.3}\text{Sb}/\text{GaSb}$ 超晶格的反射电子显微像,由于阱中铟含量的增加,失配应力加大,即使厚度仅为 $56\text{ \AA}$ 也出现了失配位错,见图中箭头所示。由此可见 GaInSb 层的厚度已超过了晶格弹性形变的临界厚度。另一点值得注意的是图 2(b) 中的失配位错起源于 GaSb 缓冲层中,说明在临近超晶格阱层的 GaSb 缓冲层中存在厚度约为百埃级的应力区。这一点与北京电子显微镜实验室利用会聚电子束衍射与成像技术观察到的超晶格应变在衬底晶体侧逐渐弛豫的现象一致^[7]。在图 4(b) 中还可以看出对于高 In 含量的 $\text{GaInSb}/\text{GaSb}$ 超晶格来说, $\text{GaSb}/\text{GaInSb}$ 界面不像 $\text{GaInSb}/\text{GaSb}$ 界面那样平直。这可能与 GaInSb 层的成核机构或 In 原子在生长表面的迁移过程有关。

图 3 为 $\text{Ga}_{0.9}\text{In}_{0.1}\text{Sb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格的低

向高能方向移动。我们初步归因于量子尺寸效应和 GaInSb 层受到压应变的影响。

总之,我们利用常压 MOVPE 技术生长了 $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}/\text{GaSb}$ 应变层超晶格结构,并进行了 X 射线双晶衍射迴摆曲线,反射电子显微镜和光荧光谱测量。就我们所知,上述观察结果尚未见到文献上有关报道。进一步的分析正在进行中。

致谢: 作者感谢林兰英教授和王启明教授对本工作的支持,感谢与王占国教授、林彰达教授所做的有益讨论。作者特别感谢蒋健为我们拍摄反射电子显微像和所做的有益讨论。

参 考 文 献

- [1] G. Bougnot *et al.*, *J. Electrochem. Soc.*, **135**, 1783(1988).
- [2] M. J. Cherng, G.B. Stringfellow, D.W. Kisker, A. K. Srivastava and J. L. Zyskind, *Appl. Phys. Lett.*, **48**, 419(1986).
- [3] C.B. CooperIII, M. J. Ludowise, V. Aebi and R. L. Moon, *J. Electronic Materials*, **9**, 299 (1980).
- [4] R. M. Biefeld, C. R. Hills and S.R. Lee, *J. Crystal Growth*, **91**, 515(1988).
- [5] G. Bougnot *et al.*, *J. Crystal Growth*, **107**, 502 (1991).
- [6] 都安彦:“中国科学院北京电子显微镜实验室不断开拓新的微观分析方法”报告 1991 年 10 月。周小川等“反射电子显微技术研究分子束外延材料”,半导体情报,28 卷 6 期 51 页(1991)。
- [7] 段晓峰:“中国科学院北京电子显微镜实验室不断开拓新的微观分析方法”报告 1991 年 10 月。

$\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}/\text{GaSb}$ Strained Layer Superlattice Grown by MOVPE

Lu Dacheng, Wang Du, Liu Xianglin and Wan Shouke

(Laboratory of Semiconductor Materials Science, Institute of Semiconductors, Academia Sinica, Beijing, 100083)

Wang Yutian

(Institute of Semiconductors, Chinese Academia Sinica, Beijing, 100083)

Abstract

$\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}/\text{GaSb}$ Strained Layer Superlattice (SLS) were grown by metalorganic vapor phase epitaxy on GaSb buffer layer in a horizontal reactor at atmospheric pressure by SM35A MOVPE system made by ourselves. The samples were examined by double crystal X-ray diffraction, reflection electron microscopy (REM) and low temperature photoluminescence spectra (PL). The double crystal X-ray diffraction and REM show the SLS' have good period, uniform fraction of Ga or In in GaInSb and abrupt interface. The misfit dislocations appear at the interface of SLS and substrate when In fraction in GaInSb increases. Low temperature PL show that interband transition shifts toward high energy owing to the quantum size effect.

PACC: 6865, 8115H, 6855, 7360F