

# $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}/\text{GaAs}$ (100) 液相外延 界面缺陷的透射电镜观察

陈 杰

(中国科技大学基础物理中心)

梁静国 虞丽生 刘宏勋

(北京大学物理系)

1985年2月1日收到

用超高压电镜观察和分析了平面、剖面及磨角的  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}/\text{GaAs}$  样品, 界面附近位错线的柏氏矢量大多是  $b = \frac{1}{2} \langle 100 \rangle$ , 平面样品中位错线弯曲且相互交织形成网络, 剖面样品中位错线较直且是分立的, 不形成网络。认为衬底表面及母液中的夹杂物是外延层中位错的主要来源。另外, 在磨角样品中看到衬底位错通过弯曲和表面产生机制向外延层扩展。

## 一、引言

近几年来, 在半导体光电材料的研究中,  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}$  引起了人们的极大兴趣。300K,  $x = 0.74$ ,  $Eg \approx 2.25\text{eV}$ , 是目前报道的具有最宽直接跃迁带隙材料之一<sup>[1]</sup>。在外延生长过程中, 晶体内会引入各种形态的缺陷。实验表明, 界面缺陷对半导体器件有明显影响。Hutchins<sup>[2]</sup>、Woolhouse<sup>[3]</sup> 等用透射电子显微镜研究证明, 造成双异质结激光器退化的暗线(DLD)是位错偶极构成的位错网络, 它们是由晶体中的原始穿透位错在受激发光过程中发展而形成的。Merne<sup>[4]</sup>、Matthews<sup>[5]</sup>、Abrahans<sup>[6]</sup> 从理论上研究了外延界面上错配位错形成的规律与形态, 分析了错配位错在界面上成核、生长以及穿透位错滑移、攀移等机制。Booker<sup>[7]</sup> 用透射电子显微镜研究了半导体外延层中位错产生的规律及其形态, 提出了错配位错形成的机制。本文用超高压电镜观察和分析了不同样品中界面附近位错分布的特点, 提出了  $\text{GaInP}$  液相外延生长中位错产生的模型, 认为外延层中位错的主要来源是衬底表面和母液中的夹杂物; 发现衬底中的位错是通过弯曲和表面产生机制向外延层扩展的。

## 二、实验

实验样品为  $\text{GaAs}/\text{GaIn}_{1-x}\text{P}$  ( $x = 0.4 - 0.5$ ) 单异质结, 外延层是在取向为(100)的  $\text{GaAs}$  衬底上用常规液相外延工艺生长的。基片厚度约  $300\mu\text{m}$ , 生长温度为  $777^\circ\text{C}$ , 外延

层厚  $3-6\mu\text{m}$ 。平面、剖面和磨角样品指样品观察表面分别平行、垂直或斜交于生长界面。首先采用机械磨抛技术减薄样品至  $30\mu\text{m}$ , 然后湿法化学腐蚀制备 TEM 样品, 保护剂为羊毛脂、腐蚀液为  $\text{Br}_2\text{-CH}_3\text{OH}$ 。观察所用仪器为 TEM-1000 透射电子显微镜, 加速电压  $1000\text{kV}$ 。

### 三、实验结果及讨论

外延生长中, 外延层中的位错可通过以下几种方式引入:

(1) 衬底位错的扩展; (2) 生长过程中夹杂物的聚集生长; (3) 点缺陷的聚结形成位错环; (4) 生长、冷却及移出过程中的范性形变; (5) 晶格失配引入的失配应力造成的错配位错。

图 1 (见图版 I) 为平面样品的位错形貌象, 消光衍射定出位错线柏氏矢量  $b = \frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ 。

由图可见, 位错线多是成对出现, 且相互交织形成位错网络。其产生原因可归结为夹杂物。由于初时生长面(衬底表面)上有污点, 衬底与母液接触后, 有污点的地方有利于优先成核, 在生长过程中, 生成的位错线相互交织形成位错网络。由图 1 可看到, 位错线与一黑点相联 (A 点), 黑点可能是夹杂物, 此可认为是对上述模型的支持。图 2 (见图版 I) 中边缘十分整齐的弯曲位错线, 是由于腐蚀减薄过程中, 并不是严格平行生长界面减薄, 而是有一倾角而产生的, AB 即为外延界面, 其来源可由下面给出的表面产生机制解释。图 3 中 (a) 为表面产生机制, 在错配应力的作用下, 位错在外延层内表面成核, 并

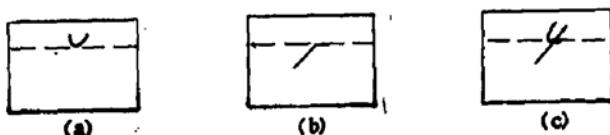


图 3 弯曲和表面产生机制图示

随外延过程的继续向外延层运动; (b) 为弯曲机制, 原始穿透位错在界面受应力作用而弯曲, 其结果是界面有位错而外延层内没有位错; (c) 是弯曲和表面产生机制, 靠近界面处, 穿透位错露头的地方由于应力的作用而产生新的位错, 产生的位错和原有的位错在界面向相反方向弯曲形成两段, 并随外延的继续而向外延层内扩展。图 4 (图版 I) 为磨角样品, 在箭头所指处可清楚地看到衬底位错向外延层内扩展, 树叉似地由一根变为两根, 其形成机制即为上述的弯曲和表面产生机制<sup>[7]</sup>。由此可见, 弯曲和表面产生机制是衬底位错向外延层扩展的主要机制。

图 5 为剖面样品(图版 I)。与平面样品比较可以看出, 剖面样品中没有交织在一起的位错网络, 位错线较直, 且基本上沿同一方向排列。这种分立位错线的产生, 也可用前面讨论的夹杂物产生机制来解释。由于生长面上有夹杂物, 与母液接触后, 当母液刚刚越过夹杂物时, 由于表面张力的作用, 首先在夹杂物表面凝结出一单层外延层, 在凝结过程中, 夹杂物表面成核生成位错, 随着外延的不断继续, 位错不断扩展。位错线多沿同一方向排

列,说明在外延生长过程中,位错有一择优生长方向。另外,在图5中看到位错线与一黑点相联,与上述机制吻合。

#### 四、结 论

通过对平面、剖面及磨角样品的透射电镜观察,分析比较外延层中位错分布的特点,得到如下结论:

- (1) 观察到的位错线的柏氏矢量  $b$  均为  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ 。
- (2) 平面样品中位错线弯曲且相互交织形成位错网络;剖面样品中位错线较直,不形成网络。分析认为在  $In_xGa_{1-x}P$  LPE 生长中,外延层中位错的主要来源是衬底表面及母液中的夹杂物,在外延过程中,由此产生的位错不断扩展、传播并在热应力的作用下运动形成位错网络。故对生长好的外延层,衬底表面的清洁度是至关重要的,与实际的外延生长实验结果相吻合<sup>[9]</sup>。
- (3) 在磨角样品中观察到衬底位错是通过弯曲和表面产生机制向外延层扩展的,所以减少衬底片中的位错密度是提高外延片质量的重要手段。
- (4) 在外延层中没有观察到由错配应力产生的错配位错网络,这说明所用样品的晶格匹配是好的。

#### 参 考 文 献

- [1] A. Onton, M. R. Lorenz and W. Reuter, *J. Appl. Phys.*, **42**, 3420(1971).
- [2] P. W. Hutchinson and P. S. Dobson, *Appl. Phys. Lett.*, **26**, 251(1975).
- [3] G. R. Woolhouse, B. Monemar and C. M. Serrano, *Appl. Phys. Lett.*, **33**, 94(1978).
- [4] J. H. Van der Merne, *J. Appl. Phys.*, **41**, 4725(1970).
- [5] J. W. Matthews, *Epitaxial Growth Part B* Academic, New York, 1975.
- [6] M. S. Abrahans, L. R. Weisberg, C. J. Buiocchi and J. Blanc, *J. Mater. Sci.*, **4**, 223(1969).
- [7] G. R. Booker, J. M. Titchmarsh, J. Fletcher, D. B. Darby, M. Hockly and M. Aljassim, *J. Cryst. Growth*, **45**, 407(1978).
- [8] G. R. Woolhouse, A. E. Blakeslee and K. K. Shih, *J. Appl. Phys.*, **4**, 4349(1976).
- [9] 陈杰, 北京大学硕士毕业论文(1984)。

## Observation on the Interface Defects in LPE $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}/\text{GaAs}(100)$ by TEM

Chen Jie

(Fundamental Physics Centre, University of Science and Technology of China)

Liang Jingguo, Yu Lisheng and Liu Hongxun

(Department of Physics, Peking University)

### Abstract

Plane-section, cross-section and angle-lapped specimens of LPE  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}/\text{GaAs}$  were prepared. The defects at interface were examined and analysed by TEM. Burgers vectors of most dislocation lines at interface are  $\mathbf{b} = \frac{1}{2}(110)$ . Dislocation lines in plane-section specimens are bent and form dislocation network. Dislocation lines in cross-section specimens are straight and discrete, with no network formed. A new model of dislocation generation in LPE growth  $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{P}$  layers is proposed to account for the dislocation distribution. It is believed that the inclusion introduced during growth is the main source of dislocations in the epitaxial layers. It is concluded from the observation of the angle-lapped specimens that dislocations propagate from substrate into epitaxial layers by bending and surface generation mechanism.



图 1 平面样品位错形貌象  $\times 120000$



图 2 平面样品位错形貌象  $\times 60000$



图 4 磨角样品位错形貌象  $\times 90000$

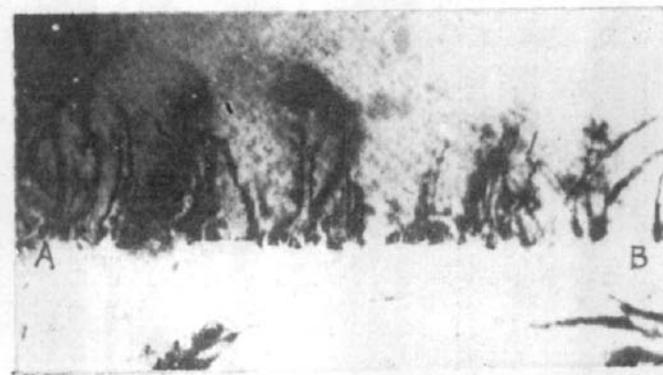


图 5 剖面样品位错形貌象  $\times 70000$