

分子束外延设备和砷化镓单晶的生长*

分子束外延设备研制协作组**

分子束外延(简称 MBE)技术是在真空蒸发基础上发展起来的晶体生长新技术^[1,2]。它是在超高真空条件下,构成晶体的各个组分和掺杂原子(分子)以一定的热运动速度、按一定的比例喷射到热的衬底上进行晶体的外延生长。其特点是生长速度慢、生长温度低,可精确控制生长层的厚度、组分和杂质分布,生长的表面和界面有原子级的平整度,结合适当的技术,可生长二维和三维图形结构,还可以在外延生长的原位研究生长过程和作表面分析。

MBE 技术从 1969 年出现以来发展很快,分子束外延生长与先进的表面分析仪器相结合的多功能的 MBE 设备国外已有产品,研究的领域广泛地涉及到半导体材料、器件、表面和界面以及超晶格量子效应等方面,并取得了一些显著的进展^[3]。我们于 1976 年开始协作研制 MBE 设备,最近在调试设备的同时外延生长了 GaAs 单晶,本文主要介绍这两部分工作。

一、分子束外延设备

设备结构如图 1,主要由三部分组成。

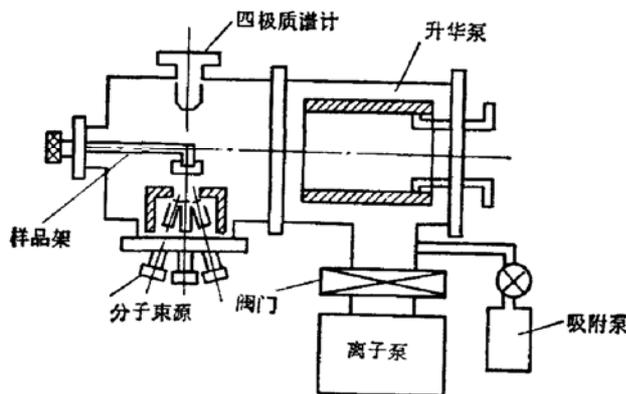


图 1 分子束外延系统结构图

1. 超高真空系统:

为了保证有清洁的生长环境,采用由吸附泵、离子泵和钛升华泵组成的全无油超高真空机组。离子泵上方配有直径为 200 毫米的氟橡胶阀门。真空室是直径为 450 毫米的圆筒,开有 20 多个法兰,其布局见图 2。系统经烘烤后极限真空可达 4×10^{-10} 托。晶体生

* 1980 年 11 月 10 日收到。

** 协作组由科学院半导体所、兰州物理所和科学院沈阳科仪厂组成,本文由孔梅影执笔。

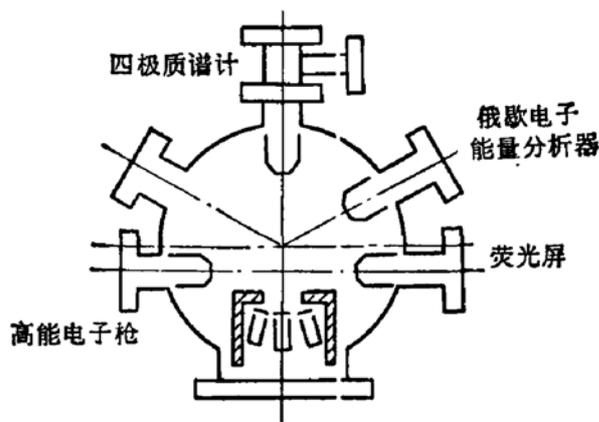


图2 真空室的布局

长时真空室的真空为 10^{-8} — 10^{-9} 托。

2. 生长系统 主要部件有：

(1) 五个自由度的样品架，可以移动和转动样品，并可加热样品到 $800 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

(2) 空气锁，更换样品时真空室不暴露于大气，维持真空度在 10^{-8} — 10^{-9} 托。更换一个样品只需 10 分钟左右。

(3) 分子束源，每个喷射炉及其快门都可单独地装卸。六个喷射炉之间有水冷隔板，外套液氮冷却罩可冷凝散射的各种气态分子。喷射炉材料是高纯石墨，外绕钽丝，再裹以钽箔等热屏蔽材料，温度为 1200°C 时的功耗为 25 瓦左右。炉温用钨铼热偶测量。炉口离衬底为 12 厘米。

(4) 四极质谱计：测量残余气体成分及分子束流量，头部装有液氮冷却套以提高灵敏度和减少污染。

3. 表面分析仪器

(1) 反射式高能电子衍射仪，电子束能量 10—50 keV 可调，分析衬底和外延层表面的晶体结构和平整度。

(2) 俄歇电子能谱分析器，电子束能量 500 eV—3 keV 可用以分析表面组分和沾污

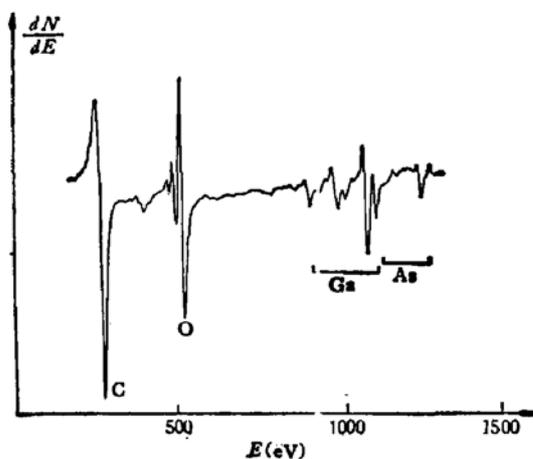


图3 GaAs 俄歇谱图

杂质. 与氦离子枪配合可分析生长方向的组分分布. 图 3 为测量所得的 GaAs 样品的俄歇谱图.

二、GaAs 单晶薄膜的生长

掺 Cr 的 (100) GaAs 作衬底, 生长前用 $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O} = 3:1:1$ 化学抛光, 去离子水冲洗, 烘干后用 In 或 Ga 将衬底粘到样品架的钼块上. 生长前先将 Ga 炉、GaAs 炉(作 As 源)和衬底进行热处理. 生长时衬底温度为 540°C 左右, Ga 炉为 $920-960^\circ\text{C}$; GaAs 炉为 $860-940^\circ\text{C}$. 生长速率为 $0.7-14$ 埃/秒. 用四极质谱计监测分子束流量, 使 As/Ga 流量比保持在 10 左右.

用高能电子衍射仪观察生长前后表面结构的变化. 生长前的衍射图为点状(图 4a) 加热清洁处理后, 衍射点变得清晰和伸长, 生长一定厚度后衍射点拉长成条, 并在原来的衍射点之间出现附加的线条(图 4b), 这表明是二维再构表面.

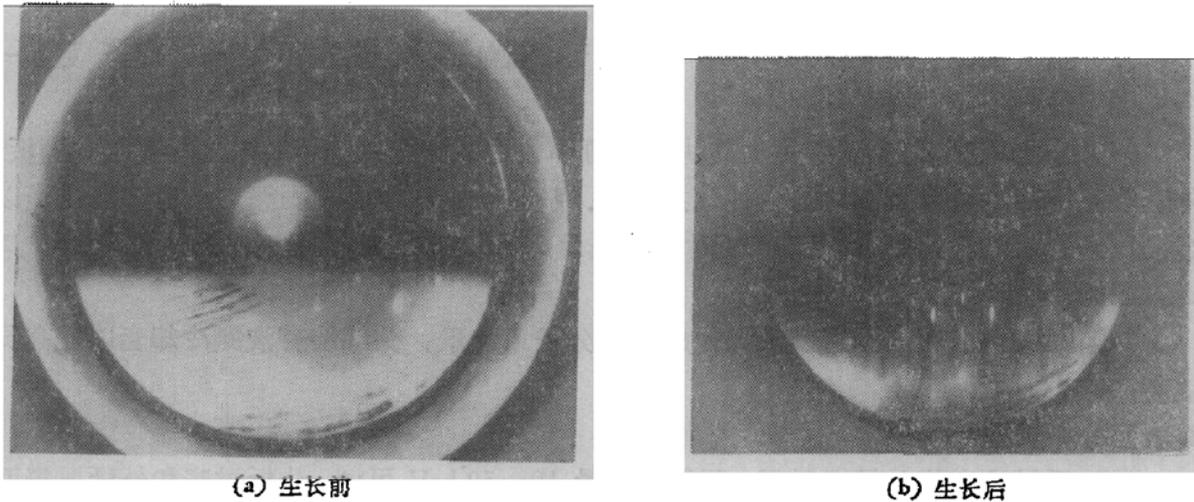


图 4 电子衍射图

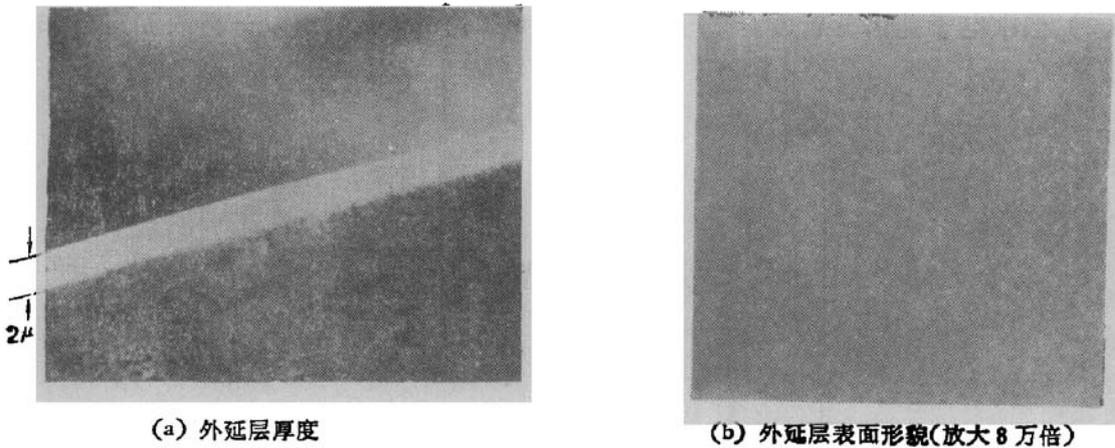


图 5 扫描电镜观察

用扫描电镜观测了外延层的厚度和平整度, 从图 5 可看出外延层十分平整, 表面光洁. 电学测量结果是 P 型样品载流子浓度为 $10^{13}-10^{15}/\text{厘米}^3$, 室温迁移率可达 $100 \text{ 厘米}^2/$

伏·秒。n型样品的迁移率为3500厘米²/伏·秒。此外还用扫描俄歇谱仪测得Ga在外延层的分布是均匀的。用X射线衍射也证实了外延层是单晶。

三、结 论

调试结果,此设备性能达到原设计要求,系统极限真空 4×10^{-10} 托,工作真空 10^{-8} — 10^{-9} 托。分子束流量和生长速率可控,可在生长原位对样品进行表面分析。用此设备生长的GaAs单晶,外延层平整,表面光洁,具有半导体性能,但外延层的质量还有待提高。

此设备的设计方案得到王守武教授的指导,MBE GaAs单晶的生长和测量得到黄昆、林兰英教授的指导和半导体所一室、七室、理化室许多同志的支持和帮助。科学院科仪厂,物理所、金属所的同志对我们的工作有不少帮助,在此表示深切的感谢。

参 考 文 献

- [1] L. L. Chang, L. Esaki, R. Ludecke and G. Schol, *J. Vacuum Sci. Technol.*, **10**, 655 (1973).
- [2] A. Y. Cho and J. R. Arthur, *Progr. Solid State Chem.*, **10**, 157 (1975).
- [3] A. Y. Cho, *J. Vacuum Sci. Technol.*, **16**, 275 (1979).

Molecular Beam Epitaxy System and the Growth of GaAs Single Crystal Films

Cooperative Research and Development Group for MBE System*

(Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Sciences)

(Institute of Physics, Lanzhou)

(Factory of Scientific Instruments, Shenyang)

* Written by Kong Meiyang.