

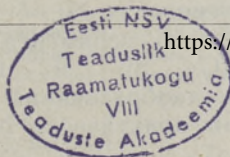
Материалы  
2-й республиканской конференции  
«Полупроводниковые гетеропереходы»

(Элва, 24—26 ноября 1982 г.)

Материалы конференции поступили  
в редакцию 26/IV 1983 г.

EESTI NSV TEADUSTE AKADEEMIA TOIMETISED. FÜSIKA \* MATEMAATIKA  
ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК ЭСТОНСКОЙ ССР. ФИЗИКА \* МАТЕМАТИКА  
PROCEEDINGS OF THE ACADEMY OF SCIENCES OF THE ESTONIAN SSR.  
PHYSICS \* MATHEMATICS

1984, 33, 1



<https://doi.org/10.3176/phys.math.1984.1.01>

УДК 621.315.592

Я. ААРИК, Я. БЕРГМАНН, Л. ДОЛГИНОВ, Л. ДРУЖИНИНА,  
П. ЛЫУК, М. МИЛЬВИДСКИЙ, В. САММЕЛСЕЛЪГ,  
Я. ФРИДЕНТАЛ, К. ХАНСЕН, Т. ЮГОВА

НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ЖИДКОСТНОЙ ЭПИТАКСИИ  
AlGaSb И AlGaAsSb

Эпитаксиальные гетерокомпозиции  $Al_xGa_{1-x}Sb$  и  $Al_xGa_{1-x}As_ySb_{1-y}$  на подложках из антимонида галлия рассматриваются как перспективные материалы для создания источников излучения [1, 2] и фотоприемников [3, 4] в диапазоне длин волн 1,5—1,8 мкм. Основным методом выращивания приборных структур в настоящее время является жидкостная эпитаксия.

Практическому осуществлению процесса жидкостной эпитаксии при получении гетероструктур обычно предшествует расчет состава жидкой фазы, равновесной с твердой фазой заданного состава при заданной температуре. Методика таких расчетов достаточно подробно разработана [5—8]. Однако жидкостная гетероэпитаксия полупроводниковых материалов происходит в неравновесных условиях, обусловленных различием химических составов [9] и несоответствием периодов решеток [10, 11] подложки и равновесного с жидкой фазой твердого раствора. Поэтому насыщенный многокомпонентный расплав, т. е. расплав, который является равновесным соответственно диаграмме состояния с определенной твердой фазой при температуре ликвидуса и из которого желают вырастить эпитаксиальный слой требуемого состава, не является при этой же температуре равновесным с бинарной подложкой (или с предыдущим бинарным слоем). Отсутствие термодинамического равновесия приводит после приведения такого расплава в контакт с подложкой обычно к частичному или полному растворению последней. В технологии приборов растворение подложки, хотя бы частичное, в ряде случаев недопустимо.

В [11—13] теоретически рассмотрена устойчивость бинарной подложки  $A_{III}B_{IV}$  в многокомпонентной жидкой фазе и показано, что для предотвращения растворения подложки требуется обеспечить определенную величину переохлаждения расплава ( $\Delta T$ ). В то же время теоретические расчетные величины  $\Delta T$  для различных систем могут заметно отличаться

от экспериментальных (InP—GaInAsP) [12] и поэтому служат лишь для качественной оценки явлений, наблюдаемых в эпитаксии. Но для контролируемого осуществления жидкофазной гетероэпитаксии необходимо знать  $\Delta T$  расплава в зависимости от условий проведения процесса эпитаксии.

Кроме воспроизводимого получения гетероструктур важным требованием является их структурное совершенство. В системе GaSb—AlSb основным источником дефектов является различие в периодах решетки материалов. Относительное различие в параметрах решетки составляет 0,65% [9] и, как будет показано в настоящей работе, создание высококачественных гетеропереходов GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>Sb с  $x > 0,15$ —0,17 оказывается невозможным. Но введением в твердый раствор в качестве четвертого элемента мышьяка, т. е. при переходе к гетеропереходам типа GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As<sub>y</sub>Sb<sub>1-y</sub>, можно компенсировать разность в параметрах решеток ( $\Delta a$ ) сопрягающихся на гетерогранице материалов и создать совершенные по кристаллической структуре гетеропереходы.

В настоящее время литературные данные по экспериментальному определению  $\Delta T$  для систем GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>Sb и GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As<sub>y</sub>Sb<sub>1-y</sub>, а также по исследованию дефектообразования и растворимости мышьяка в системе Al—Ga—As—Sb практически отсутствуют [3, 14].

В данной работе проведено экспериментально исследование вышеупомянутых вопросов. В первой части определено «критическое» переохлаждение жидких фаз в системах GaSb—AlGaSb и GaSb—AlGaAsSb и его зависимость от состава расплава, скорости охлаждения, а также от температуры проведения процесса эпитаксии. Во второй части исследована растворимость мышьяка в системе Al—Ga—As—Sb, а в третьей — обсуждаются вопросы дефектообразования в системах GaSb—AlGaSb и GaSb—AlGaAsSb.

## 1. Роль переохлаждения расплава при осаждении твердых растворов AlGaSb и AlGaAsSb на подложках антимолида галлия

Экспериментально определены величины переохлаждения жидких фаз Al—Ga—Sb и Al—Ga—As—Sb, требуемые для осаждения эпитаксиальных слоев этих твердых растворов без заметного растворения подложки или слоя антимолида галлия.

Эксперименты проводились следующим образом. В графитовую кассету пенальной конструкции помещались два расплава с составами, недонасыщенными по сурьме на 5% от состава соответствующего ликвидусу, а также вспомогательные и основные подложки антимолида галлия. Масса галлия в расплаве составляла 2 г, высота расплава в кассете — 5 мм. В качестве подложек использовались монокристаллические пластины GaSb площадью около 1 см<sup>2</sup>, ориентированные по кристаллографическому направлению [100] с погрешностью не превышающей 20°. Использовались подложки *n*-типа, легированные теллуром (концентрация носителей  $3 \cdot 10^{17}$ — $1 \cdot 10^{18}$  см<sup>-3</sup>), и нелегированные подложки *p*-типа (концентрация носителей не более  $3 \cdot 10^{16}$  см<sup>-3</sup>).

Кассета помещалась в реактор установки для жидкостной эпитаксии и нагревалась в потоке водорода до 600 °С. После выдержки системы при этой температуре в течение 2 ч она быстро охлаждалась до температуры 470° или 570° и стабилизировалась при этой температуре 30 мин. Далее расплавы приводились в контакт со вспомогательными подложками. После выдержки системы в этом состоянии при неизменной температуре (точность поддержания температуры ~0,3°) в течение 2 ч вспомогательные подложки выводились из-под расплавов, теперь уже насыщенных по сурьме. Затем система подвергалась медленному охлаждению с

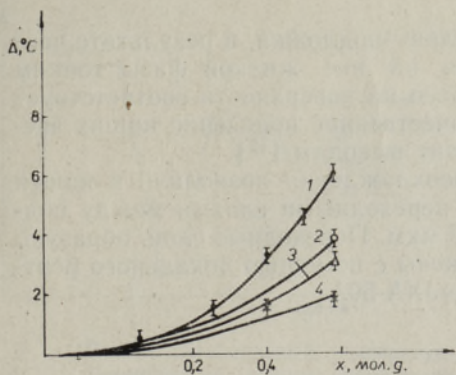


Рис. 1. Зависимость «критического» переохлаждения расплавов Al—Ga—Sb и Al—Ga—As—Sb от содержания алюминия в равновесных с жидкой фазой твердых растворах при разном легировании и разных условиях проведения процесса: 1 — Ga—Al—Sb (н/л; Ge,  $R_{охл} \sim 6 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C/c}$ ), 2 — Ga—Al—Sb (Te,  $R_{охл} \sim 6 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C/c}$ ), 3 — Ga—Al—Sb (н/л;  $R_{охл} \sim 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ }^\circ\text{C/c}$ ), 4 — Ga—Al—As—Sb (н/л;  $\Delta\theta = \theta_{оп} \sim 0$ ;  $R_{охл} \sim 6 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C/c}$ ) ( $R_{охл}$  — скорость охлаждения; н/л — нелегированный расплав,  $\theta_{оп} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

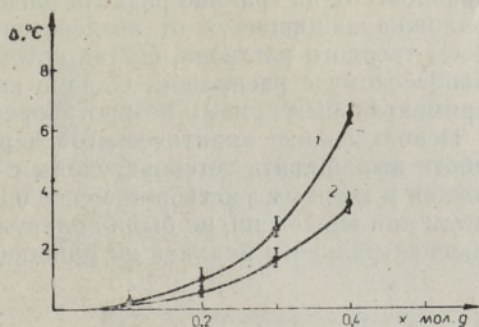


Рис. 2. Зависимость «критического» переохлаждения нелегированного расплава Al—Ga—Sb от содержания алюминия в равновесном с жидкой фазой твердом растворе при разных температурах (скорость охлаждения  $R_{охл} \sim 6 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C/c}$ ). 1 — при  $570^\circ$ , 2 — при  $470^\circ$ .

определенной скоростью. При заданной температуре расплавы приводились на короткое время (4—5 с) в контакт с основными подложками GaSb. Согласно [13], 4—5 с достаточно для установления квазиравновесия на границе раздела. После этого подложки выводились из-под расплавов и систему охлаждали до комнатной температуры. Поверхность подложек исследовали под микроскопом. Изменением величины переохлаждения определяли его «критическое» значение, ниже которого на поверхности подложек появлялись следы подрастворения.

Результаты эксперимента (рис. 1 и 2) показывают, что чем больше состав осаждаемого твердого раствора и параметр его решетки отличаются от состава и параметра решетки подложки, тем больше величина «критического» переохлаждения ( $\Delta$ ) жидкой фазы. На величину  $\Delta$  влияют скорость охлаждения ( $R_{охл}$ ), тип используемой примеси и температура проведения процесса эпитаксии: чем выше скорость охлаждения и меньше температура эпитаксии, тем меньше и  $\Delta$ . Можно предположить, что некоторые примеси, например Te, изменяют поверхностную энергию раздела фаз и тем самым изменяют и требуемое «критическое» переохлаждение жидкой фазы. Добавление в трехкомпонентный расплав Al—Ga—Sb в качестве четвертого компонента мышьяка изменяет состав и параметр решетки твердого раствора, осаждаемого из расплава. Вместе с тем изменяется и «критическое» переохлаждение жидкой фазы. На рис. 1 кривая 4 показывает зависимость «критического» переохлаждения жидкой фазы, из которой осаждается изопериодическая с антимонидом галлия при температуре эпитаксии твердая фаза  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$ , от содержания алюминия в твердой фазе.

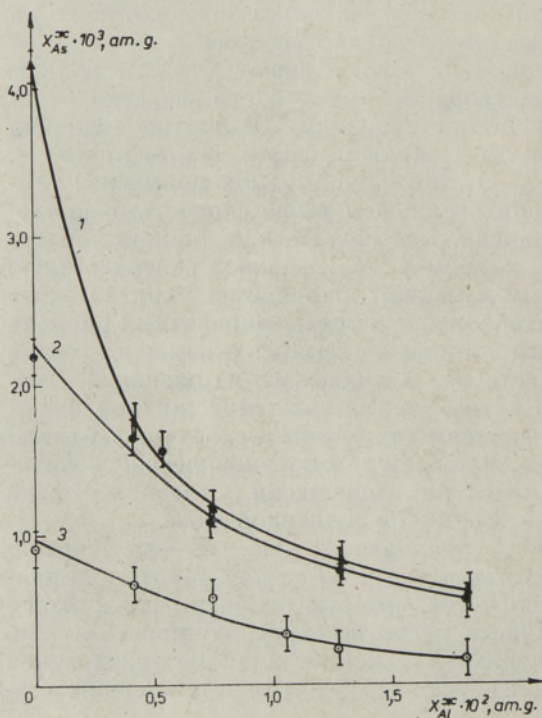
Устойчивость подложки GaSb в расплаве Al—Ga—As—Sb теоретически исследована в [12]. Результаты расчета  $\Delta T$  в этой работе для данной системы заметно отличаются от тех, которые получены нами экспериментально. Основными причинами несоответствия, по-видимому, являются: 1) погрешность экспериментальной методики определения «критического» переохлаждения, 2) довольно быстрое установление ква-

зиравновесия на границе раздела расплав—подложка, в результате чего подложка защищается от воздействия на нее жидкой фазы тонким слоем твердого раствора, состав которого на поверхности соответствует равновесному с расплавом. Однако качественное поведение наших экспериментальных кривых не противоречит выводам [12].

Использование «критического» переохлаждения позволило в нашей работе выращивать гетеропереходы с переходными слоями между подложкой и твердым раствором менее 0,5 мкм. Переходные слои, образующиеся при эпитаксии, не были обнаружены с помощью локального рентгеноспектрального анализа на приборе JXA-50A.

## 2. Растворимость мышьяка в системе Al—Ga—As—Sb

В гетеропереходах  $\text{GaSb—Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$ , выращенных в условиях «критического» пересыщения, при  $x > 0,15—0,17$  область вблизи гетерограницы является дефектной. Однако в ряде случаев следует использовать твердые растворы с  $x > 0,2$  и для уменьшения несоответствия решеток сопрягающихся на гетерогранице материалов вместо двухкомпонентных твердых растворов  $\text{AlGaSb}$  — четырехкомпонентные ( $\text{AlGaAsSb}$ ). Однако результаты расчетов [15, 16] и экспериментов [17] показывают существование области несмешиваемости в данном четырехкомпонентном твердом растворе. Последнее обстоятельство существенно влияет на получение методом жидкостной эпитаксии изопериодических гетероструктур  $\text{GaSb—AlGaAsSb}$  во всем диапазоне составов. В литературе отсутствуют экспериментальные данные о растворимости мышьяка в системе галлий—алюминий—мышьяк—сурьма для температур ниже 700°. Поэтому исследование растворимости в данной системе для применяемых в жидкостной эпитаксии температур представляет большой интерес.



Нами определена зависимость растворимости мышьяка в расплаве галлий—алюминий—мышьяк—сурьма. Подложка из арсенида галлия приводилась в контакт с ненасыщенным по сурьме расплавом при заданной температуре, и по убыли веса подложки была найдена эффективная растворимость мышьяка в данной системе в зависимости от содержания Al в расплаве при трех температурах (рис. 3). В расплаве варьировали также концентрацию сурьмы от

Рис. 3. Эффективная растворимость мышьяка в расплаве Al—Ga—As—Sb в зависимости от содержания алюминия при разных температурах: 1 — 665°, 2 — 615°, 3 — 565°C (подложка GaAs).

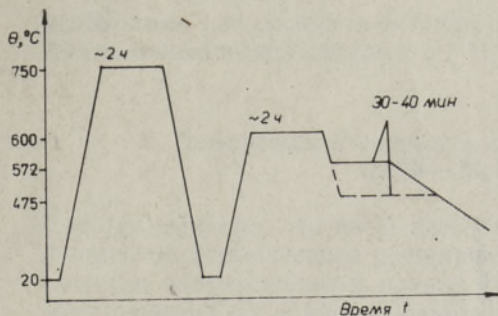


Рис. 4. Оптимальный температурно-временной режим проведения процесса эпитаксии.

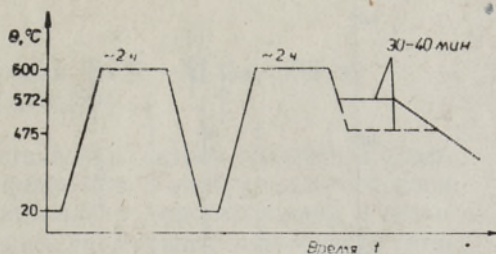


Рис. 5. Температурно-временной режим проведения процесса эпитаксии.

$\chi_{Sb}^{ж} = 0$  до  $\chi_{Sb}^{ж} \sim 0,029$  ат. д., но зависимости растворимости мышьяка от последней не было обнаружено. Это, по-видимому, связано с погрешностями экспериментальной методики.

Полученные данные свидетельствуют об определяющем влиянии концентрации алюминия на растворимость мышьяка в четверном расплаве Al—Ga—As—Sb.

Медленное растворение компонентов шихты при обычно используемых температурах эпитаксии [18] делает целесообразным нагрев шихты перед кристаллизацией до более высоких температур. Использовались два типа температурно-временных режимов проведения процесса (рис. 4 и 5).

Зависимости результатов от используемого температурно-временного режима не обнаружено, но приведенный на рис. 4 режим предпочтительнее, поскольку во время предварительной гомогенизации при температурах 650—700° и выше происходит восстановление окисной пленки на поверхности расплавов [19] и удаление из системы  $O_2$  и  $H_2O$  [20].

Знание растворимости компонентов как в расплаве, так и в твердом состоянии очень важно для осуществления процесса жидкостной эпитаксии. Поэтому нами изучалась и зависимость содержания мышьяка в твердом растворе AlGaAsSb от состава жидкой фазы. Используемые расплавы имели разные пересыщения и неизменную концентрацию алюминия ( $x = \text{const} = 0,29 \pm 0,02$ ). Эпитаксиальное наращивание проводилось при температуре 570°. Первоначально нашли состав жидкой фазы Al—Ga—Sb с «критическим» пересыщением. Далее в этот расплав добавляли разные количества мышьяка в виде арсенида галлия. При данном содержании мышьяка с изменением содержания сурьмы в расплавах Al—Ga—As—Sb (но не ниже «критического») варьировалось пересыщение жидкой фазы. Состав полученных эпитаксиальных слоев анализировался на приборе JXA-50A.

Процесс эпитаксии проводился следующим образом. В cassette загружали Ga, GaAs, GaSb и легирующие примеси. После этого проводили предварительную гомогенизацию расплавов при температуре 750° в течение 2 ч. Далее добавляли алюминий и подложки (операция проводилась непосредственно после предварительной гомогенизации) и осуществляли дополнительную гомогенизацию при температуре 600° в течение 2 ч. Затем температуру снижали до 575°, выдерживали в течение 30—40 мин и включали охлаждение. Охлаждение проводили со скоростью  $R_{\text{охл}} \sim 0,36$  град/мин. При температуре 570° (температура начала наращивания) на подложку антимолида галлия осаждалась эпитаксиальная пленка толщиной 2,5—3,5 мкм.

Полученная нами зависимость концентрации мышьяка в четырехкомпонентном твердом растворе от его количества в расплаве изобра-

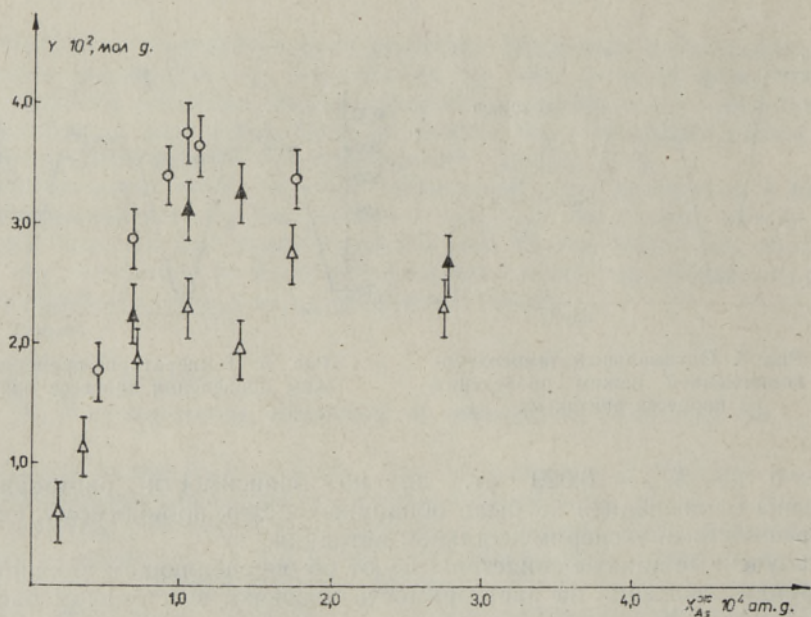


Рис. 6. Зависимость концентрации мышьяка в твердой фазе  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$  от его содержания в расплаве ( $x = \text{const} = 0,29 \pm 0,02$ ;  $R_{\text{охл}} \sim 6 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C/с}$ ;  $\Theta_{\text{эл}} = 570^\circ$ ).  $\triangle$  —  $X_{\text{Sb}}^{\text{ж}} \sim 6,54 \cdot 10^{-2}$ ;  $\blacktriangle$  —  $X_{\text{Sb}}^{\text{ж}} \sim 6,35 \cdot 10^{-2}$ ;  $\circ$  —  $X_{\text{Sb}}^{\text{ж}} \sim 6,24 \cdot 10^{-2}$ .

жена на рис. 6. Разные зависимости соответствуют различным содержаниям сурьмы. Можно видеть, что зависимость имеет тенденцию к насыщению при содержании мышьяка в расплаве около  $1 \cdot 10^{-4}$  ат. д. и что коэффициент распределения мышьяка зависит от пересыщения: чем меньше пересыщение, тем больше коэффициент распределения мышьяка. Отсюда вытекает, что для получения максимальных концентраций мышьяка в твердой фазе надо пользоваться минимальными пересыщениями. Можно предположить, что точка насыщения приведенных зависимостей определяется максимальной растворимостью мышьяка. Последнее предположение находится в хорошем согласии с нашими данными, полученными при анализе растворимости мышьяка при убыли веса подложки арсенида галлия (рис. 3).

В приближении закона Вегарда можно найти соотношение связывающее доли компонентов  $x$  и  $y$  в изопериодических при комнатной температуре гетеропереходах  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$

$$y = 0,09x / (1 + 0,07x). \quad (1)$$

Таким образом, уравнение (1) и данные о растворимости свидетельствуют о том, что проведение процесса эпитаксии при температуре  $570^\circ$  обеспечивает получение изопериодических гетеропереходов в данной системе в диапазоне составов  $0 < x < 0,35$ . Но для снижения собственных дефектов кристалла и для воспроизводимого получения тонких слоев (толщиной единицы микрометра и менее) целесообразно проведение процесса при минимально возможных температурах. Однако вместе со снижением температуры эпитаксии снижается и растворимость мышьяка. Эксперименты, проведенные нами при температуре  $470^\circ$ , показали, что в диапазоне составов  $x > 0,2$  не удается получить изопериодических гетероструктур  $\text{GaSb}-\text{AlGaAsSb}$ .

Значит, для выращивания изопериодических с антимонидом галлия четырехкомпонентных твердых растворов  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$  с  $0 < x < 0,35$

необходимо использовать температуры эпитаксии 550—570° или больше. Аналогичный вывод сделан и в [14].

### 3. Дефектообразование в системах GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>Sb и GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As<sub>y</sub>Sb<sub>1-y</sub>

Хорошо известно, что из-за несоответствия параметров решетки и коэффициентов термического расширения подложки и эпитаксиального слоя решетка эпитаксиальной пленки тетрагонально деформирована и параметр решетки  $a_a^\perp$  в пленке в направлении, нормальном к плоскости гетерограницы, отличается от параметра решетки в плоскости гетерограницы  $a_a^\parallel$  [21, 22]. Причем

$$a_a^\perp = \Delta a^\perp + a \quad \text{и} \quad a_a^\parallel = \Delta a^\parallel + a, \quad (2)$$

где  $a$  — параметр решетки подложки.

Поскольку решетка в пленке тетрагонально деформирована, то плоскости {511} в подложке находятся под углом  $\alpha$  к соответствующим плоскостям пленки [21, 23, 24]. Кроме того, в зависимости от несоответствия параметров решетки на гетерогранице может наблюдаться разориентация ( $\beta$ ) между эпитаксиальным слоем и подложкой в направлении, нормальном к плоскости гетерограницы [23, 24]. Согласно [25], это явление достаточно общее для гетероэпитаксиальных структур и отсутствует лишь в случае, когда несоответствие в параметрах решетки приводит к образованию чисто краевых дислокаций с векторами Бюргерса, лежащими в плоскости раздела. Поскольку в гетерокомпозициях соединений A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> и твердых растворов на их основе релаксация напряжений происходит в результате образования преимущественно 60-градусных дислокаций [26], то имеет место разориентация эпитаксиального слоя и подложки.

Для определения несоответствия параметров решетки между эпитаксиальным слоем и подложкой, а также для изучения деформированного состояния в пленке, широкое распространение нашел метод измерения кривых качания с помощью двухкристального рентгеновского спектрометра [21, 23, 24].

По этому методу величину несоответствия постоянных решетки эпитаксиального слоя и подложки в направлении, перпендикулярном гетерогранице  $\Delta a^\perp/a$  можно определить непосредственно, используя дифференцирование закона Вульфа—Брегга и отражение (400),

$$\Delta a^\perp/a = \text{ctg } \Theta \Delta \Theta, \quad (3)$$

где

$$\Delta \Theta = \frac{1}{2} (\Delta \Theta_1 + \Delta \Theta_2). \quad (4)$$

Здесь  $\Delta \Theta_1$  угловое расстояние между рентгеновскими пиками отражений (400) от слоя и подложки на кривой качания,  $\Delta \Theta_2$  — то же после поворота гетероструктуры на 180° вокруг нормали к отражающей плоскости.

В то же время разориентация

$$\beta = \frac{1}{2} (\Delta \Theta_1 - \Delta \Theta_2). \quad (5)$$

При определении  $\Delta a^\perp/a$  и  $\beta$  кривые качания снимались в двух взаимно перпендикулярных направлениях [011] и [011̄].

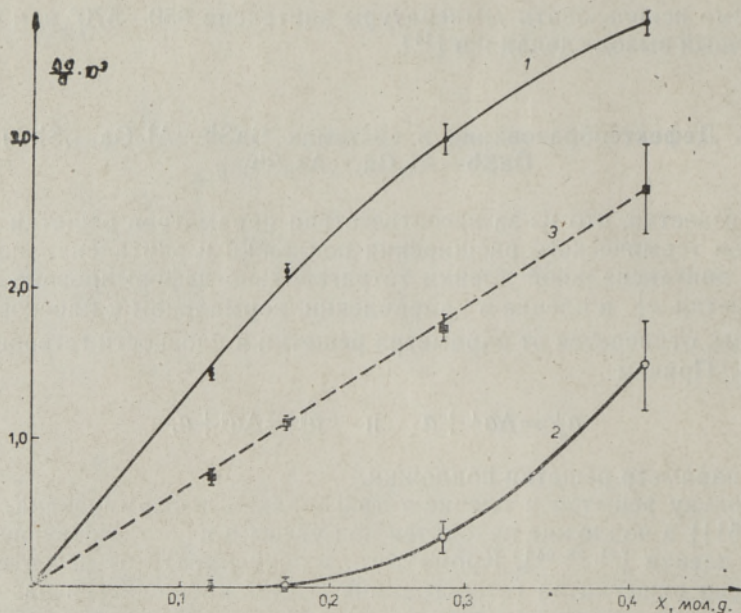


Рис. 7. Зависимость относительного несоответствия параметров решетки  $\Delta a^\perp/a$  (1),  $\Delta a^\parallel/a$  (2) и  $(\Delta a/a)_0$  (3) гетероструктуры GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>Sb от состава твердого раствора. (Прерывистая линия — зависимость относительного различия в параметрах решетки от состава в приближении закона Вегарда). Температура этипаксини 470 °С.

Используя отражения от плоскостей (511), можно таким же образом определить  $a$  в двух направлениях. Исходя из определения  $a$ , можно легко показать, что

$$\frac{a^\perp}{a^\parallel} = \frac{h}{\sqrt{k^2+l^2}} \operatorname{tg} \left( \alpha + \operatorname{arctg} \frac{\sqrt{k^2+l^2}}{h} \right). \quad (6)$$

Отсюда, учитывая (2), получаем

$$\frac{\Delta a^\parallel}{a} = \frac{\frac{\Delta a^\perp}{a} + 1}{\frac{h}{\sqrt{k^2+l^2}} \operatorname{tg} \left( \alpha + \operatorname{arctg} \frac{\sqrt{k^2+l^2}}{h} \right)} - 1, \quad (7)$$

где  $h$ ,  $k$  и  $l$  — индексы Миллера отражающей плоскости. Аналогично [21] на основе полученных данных по различиям параметров решетки рассчитывались величины несоответствия постоянных решетки свободного (недеформированного) слоя  $\left( \frac{\Delta a}{a} \right)_0$

$$\left( \frac{\Delta a}{a} \right)_0 = \frac{1-\nu}{1+\nu} \left( \frac{\Delta a^\perp}{a} \right) + \frac{2\nu}{1+\nu} \left( \frac{\Delta a^\parallel}{a} \right) \quad (8)$$

и деформации  $\varepsilon$  в направлении, перпендикулярном гетерогранице

$$\varepsilon \approx \frac{2\nu}{1+\nu} \left[ \frac{\Delta a^\perp}{a} - \frac{\Delta a^\parallel}{a} \right], \quad (9)$$

где  $\nu$  — коэффициент Пуассона (в расчетах было принято  $\nu = 0,32$ ).



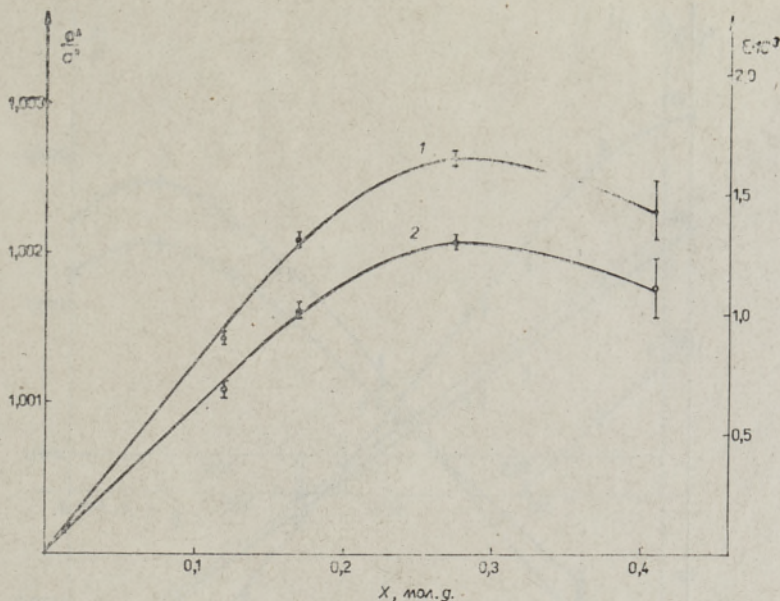


Рис. 8. Зависимость  $a_{\perp}/a_{\parallel}$  (1) и деформации  $\varepsilon$  (2) в гетероструктуре  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$  от состава твердого раствора ( $\Theta_{\text{эп}} = 470^\circ\text{C}$ ).

Связь между несоответствием параметров решетки подложки и эпитаксиального слоя и дефектностью изучалась с помощью растрового электронного микроскопа в режиме наведенного тока (НТ) и методом химического травления. Эпитаксиальные гетерокомпозиции выращивались на подложках  $\text{GaSb}$  с ориентацией  $[100]$  и плотностью дислокаций  $1-3 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ . Толщина подложек составляла 450 мкм, а толщина эпитаксиальных слоев 3-4 мкм. В гетероструктурах  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$ , выращенных при температуре  $470^\circ$ , используя критическое пересыщение, изучалось несовершенство в зависимости от содержания алюминия ( $0 < x \leq 0,41 \pm 0,02$ ) (результаты приведены на рис. 7, 8 и 9), а в гетероструктурах  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$ , выращенных при  $570^\circ$ , в зависимости от содержания мышьяка ( $0 \leq y \leq 0,035 \pm 0,0025$ ) при заданной концентрации алюминия  $x = 0,29 \pm 0,02$  (рис. 10 и 11).

В системе  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$  по мере увеличения содержания алюминия увеличивается и несоответствие параметров решетки на гетеро-

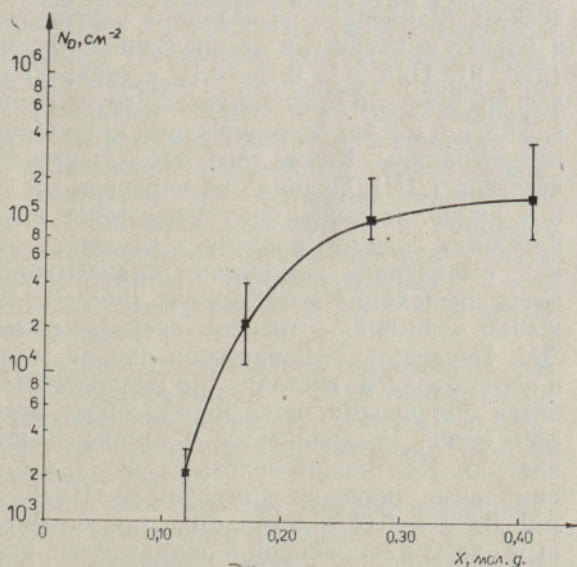


Рис. 9. Зависимость плотности дислокаций в пленке твердого раствора, выявленной химическим травлением, от содержания алюминия в гетероструктуре  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Sb}$  ( $\Theta_{\text{эп}} = 470^\circ\text{C}$ ).

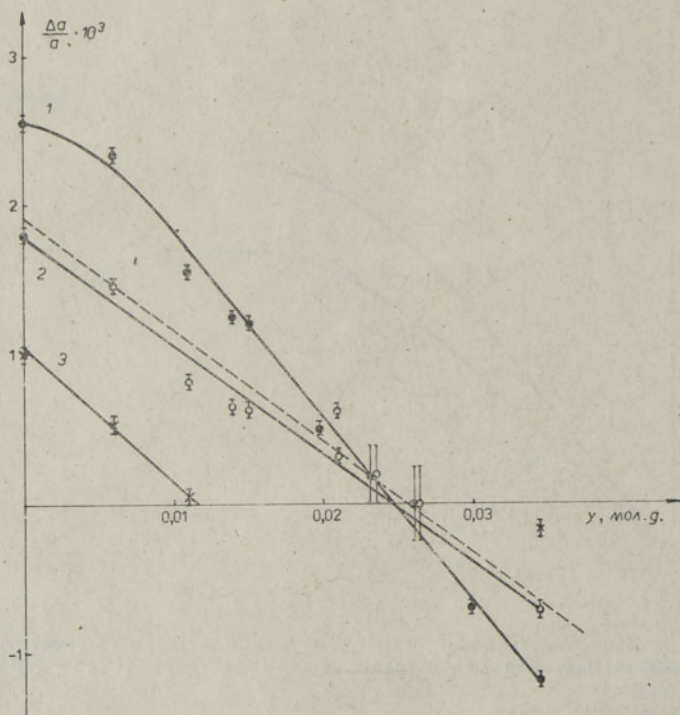


Рис. 10. Зависимость относительного несоответствия параметров решетки  $\Delta a^\perp/a$  (1),  $(\Delta a/a)_0$  (2) и  $\Delta a^\parallel/a$  (3) гетероструктуры  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$  ( $x = \text{const} = 0,29 \pm 0,02$ ) от содержания мышьяка. Прерывистая линия — зависимость относительного различия в параметрах решетки от содержания мышьяка, полученная в приближении закона Вегарда при  $x = 0,29$  ( $\theta_{\text{эл}} = 570^\circ\text{C}$ ).

границе и деформация в пленке (рис. 7 и 8). Можно видеть, что при  $x \lesssim 0,15-0,17$  наблюдается только упругая деформация эпитаксиальной пленки. Это значит, что решетка твердого раствора вблизи гетерограницы тетрагонально деформирована и  $\Delta a^\parallel/a \sim 0$ . На картинах НТ таких структур наблюдаются только темные точки. В то же время химическим травлением выявленная плотность наклонных дислокаций  $N_D$  в пленке практически не превышает плотности дислокаций в подложке (рис. 9). При  $x \geq 0,15-0,17$  в структурах наблюдается пластическая деформация. Об этом свидетельствует нарушение линейной зависимости  $\epsilon$ ,  $\Delta a^\perp/a$  и  $a_0^\perp/a_0^\parallel$  от содержания алюминия и появление  $\Delta a^\parallel$  в плоскости гетерограницы. Кроме того, наблюдается генерация дислокаций несоответствия (ДН). Сначала на картинах НТ появляются прерывистые темные линии, лежащие преимущественно в одном из направлений  $\langle 011 \rangle$  в плоскости границы раздела, а плотность наклонных дислокаций в пленках, выявленная химическим травлением, превышает несколько плотность дислокаций в подложках (рис. 9). Дальнейшее увеличение содержания алюминия в твердом растворе вызывает и увеличение плотности ДН. Последние генерируются как на гетерогранице, так и вблизи нее в слое твердого раствора и в подложке. На картинках НТ линии становятся сплошными, появляются также ортогональные линии и образуется сетка. Увеличивается и плотность наклонных дислокаций ( $N_D$ ) в пленках. Как можно видеть из рис. 8,  $a_0^\perp/a_0^\parallel$  и деформация имеют максимальные значения при  $x \sim 0,30$ . Надо отметить, что в структурах  $x = 0,275 \pm 0,02$  наблюдается и разориентация ( $\beta$ ) между эпитаксиальным слоем и подложкой в направлении, нормальном к плоскости гетеро-

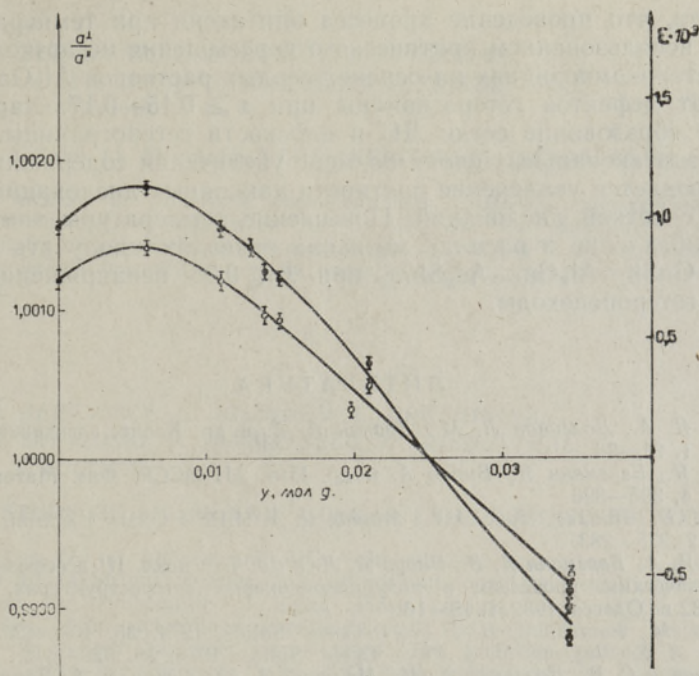


Рис. 11. Зависимость  $a_{\perp}/a_{\parallel}$  (1) и деформации  $\epsilon$  (2) в гетероструктуре  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$  от содержания мышьяка при  $x = \text{const} = 0,29 \pm 0,02$  ( $\theta_{\text{оп}} = 570^\circ\text{C}$ ).

границы. Причем существует некоторая зависимость как  $\beta$ , так и  $\alpha$  от направления  $\langle 011 \rangle$  в плоскости гетерограницы.

Как уже отмечено, в структурах  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$  изучалась зависимость дефектности от содержания мышьяка при заданной концентрации алюминия ( $x = 0,29 \pm 0,02$ ). Можно видеть (рис. 10), что при содержании мышьяка  $0,012 \lesssim y \lesssim 0,03$  в структурах наблюдается только упругая деформация. На картинах НТ этих структур присутствуют только темные точки и плотность наклонных дислокаций в пленках, выявленная химическим травлением, находится на уровне плотности дислокаций в подложке. Дальнейшее увеличение или снижение содержания мышьяка в твердом растворе вызывает релаксацию упругих напряжений. При концентрациях мышьяка  $y \sim 0,0076$  и  $y \sim 0,035$  наблюдается (преимущественно в одном направлении  $\langle 011 \rangle$ ) пластическая деформация, и на картинах НТ появляются прерывистые темные линии. Последние при дальнейшем увеличении или снижении содержания мышьяка (увеличивается и  $\Delta a_{\parallel}$ ) становятся сплошными и образуют сетку. Из рис. 11 следует, что максимальная деформация в структуре наблюдается при  $y \sim 0,006$ . Можно отметить, что в структурах с  $y = 0$  плотность наклонных дислокаций  $N_D$  составляет  $4 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ , в то время как в подложке она только  $1-3 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ .

Как видно из рис. 10, для получения при комнатной температуре изопериодической системы  $\text{GaSb}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{Sb}_{1-y}$  с  $x \sim 0,29$  требуется, по данным, полученным с использованием формулы (7),  $y = 2,4 \pm 0,25\%$ . Этот состав практически попадает на изопериоду, полученную в приближении Вегарда (прерывистая линия на рис. 10).

Результаты рентгеноструктурных исследований хорошо коррелируются с данными электронно-микроскопических исследований и с данными, полученными химическим травлением. Таким образом, можно

установить, что проведение процесса эпитаксии при температуре 470° вместе с использованием критического пересыщения не позволяет получить в гетерокомпозициях на основе твердых растворов  $Al_xGa_{1-x}Sb$  свободной от дефектов гетерограницы при  $x \geq 0,15-0,17$ . Характерным является образование сетки ДН в плоскости гетерограницы. В то же время в эпитаксиальных слоях по мере увеличения содержания алюминия наблюдается увеличение плотности наклонных дислокаций, которые связаны с сеткой дислокаций. Повышение температуры эпитаксии до 570° и добавление в расплав мышьяка позволяют получить на основе системы  $GaSb-Al_xGa_{1-x}As_ySb_{1-y}$  при  $x \leq 0,35$  ненапряженные бездефектные гетеропереходы.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Аарик Я. А., Долгинов Л. М., Дракин А. Е. и др. Квант. электроника, 1980, 7, № 1, 91—96.
2. Аарик Я., Бергманн Я., Вурро А. и др. Изв. АН ЭССР. Физ. Матем., 1981, 30, № 4, 395—396.
3. Law, H. D., Chin, R., Nakano, K., Milano, R. A. IEEE J. Quant. Electron, 1981, QE-17, № 2, 275—283.
4. Аарик Я. А., Бергманн Я. В., Вурро А. Л. и др. Тез. докл. III всесоюзной конф. по физическим процессам в полупроводниковых гетероструктурах, 7—9 июня 1982 г., Одесса. 1982, 1, 15—16.
5. Hegems, M., Panish, M. B. J. Phys. Chem. Solids, 1974, 35, 409—420.
6. Jordan, A. S., Hegems, M. J. Phys. Chem. Solids, 1975, 36, 329—342.
7. Вигдорович С. В., Долгинов Л. М., Малинин А. Ю., Селин А. А. Докл. АН СССР, 1978, 243, 125—128.
8. Panish, M. B., Hegems, M. Solid State Chem. 1972, 7, 39—84.
9. Долгинов Л. М., Елисеев П. Г., Мильвидский М. Г. Квант. электроника, 1976, 3, № 7, 1381—1392.
10. Bolkhovityanov, Yu. B. J. Cryst. Growth, 1981, 55, 591—598.
11. Bolkhovityanov, Yu. B. J. Cryst. Growth, 1982, 57, № 1, 84—90.
12. Вигдорович В. Н., Селин А. А., Шутов С. Г., Батура В. П. Изв. АН СССР. Неорган. материалы, 1981, 17, № 1, 10—13.
13. Quilley, M., Benchimol, J. L. J. Cryst. Growth, 1981, 54, № 1, 76—80.
14. Motosugi, G., Kagava, T. J. Cryst. Growth, 1980, 49, № 1, 102—108.
15. Onabe, K. Jap. J. Appl. Phys., 1982, 21, № 6, L 323—L 325.
16. Stringfellow, G. B. J. Cryst. Growth, 1982, 58, 194—202.
17. Nahory, R. E., Pollack, M. A., Beebe, E. D. Re Winter, J. C. J. Electrochem. Soc., 1978, 125, № 7, 1053—1058.
18. Schwarz, R. J. Thin Solid Films, 1980, 66, L 3—L 5.
19. Shaw, D. W. J. Cryst. Growth, 1971, 8, № 1, 117—128.
20. Nanishi, Y. Jap. J. Appl. Phys., 1978, 17, № 7, 1177—1184.
21. Ishida, K., Matsui, J., Kamejima, T., Sakuma, I. Phys. status solidi (a), 1975, 31, 255—262.
22. Арсентьев И. Н., Берт Н. А., Конников С. Г., Уманский В. Е. ФТП, 1980, 14, № 1, 96—100.
23. Nagai, H. J. Appl. Phys., 1974, 45, № 9, 3789—3794.
24. Kawamura, Y. J. Appl. Phys., 1979, 50, № 6, 4457—4458.
25. Olsen, G. H., Smith, R. T. Phys. status solidi (a), 1975, 31, 739—747.
26. Matthews, J. W., Blakeslee, A. E. J. Cryst. Growth, 1975, 29, 273.

Институт физики Академии наук Эстонской ССР

Государственный научно-исследовательский  
и проектный институт редкометаллической  
промышленности

Тартуский государственный университет

J. AARIK, J. BERGMANN, L. DOLGINOV, L. DRUZHININA,  
P. LOUK, M. MILVIDSKI, V. SAMMELSELG, J. FRIEDENTHAL,  
K. HANSEN, T. JUGOVA

### AlGaSb JA AlGaAsSb VEDELIKEPITAKSIA ISEÄRASUSED

On uuritud AlGaSb ja AlGaAsSb vedelikepitaksia iseärasusi. Eksperimentaalselt on leitud arseeni lahustuvus süsteemis Al—Ga—As—Sb. On näidatud arseeni mõju GaSb—AlGaAsSb heterosiirete defektisusele ja leitud, et 570 °C juures osutub võimalikuks vedelikepitaksia meetodil kasvatada kristallstruktuurilt täiuslikke GaSb—AlGaAsSb heterosiirdeid.

J. AARIK, J. BERGMANN, L. DOLGINOV, L. DRUZHININA,  
P. LOUK, M. MILVIDSKI, V. SAMMELSELG, J. FRIEDENTHAL,  
K. HANSEN, T. JUGOVA

### A STUDY OF AlGaSb AND AlGaAsSb LIQUID PHASE EPITAXY

The supercooling ( $\Delta$ ) of AlGaSb and AlGaAsSb solutions that allows to grow AlGaSb ternaries and AlGaAsSb quaternaries on GaSb without considerable melting back, and its dependence on the composition of liquid phase, cooling rate and the temperature of epitaxy have been determined experimentally. The solubility of arsenic in the Al—Ga—As—Sb system has been investigated. The problems connected with defect formation in GaSb—AlGaSb and GaSb—AlGaAsSb heterojunctions due to the lattice mismatch have been studied. It is shown that the lattice mismatch prevents achieving defect-free GaSb—Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>Sb heterojunctions when  $x \geq 0.15-0.17$ . This difficulty can be overcome by using AlGaAsSb quaternary lattice matched to GaSb instead of AlGaSb ternary. It is demonstrated that for  $x \leq 0.35$  GaSb—AlGaAsSb heterojunctions grown at 570 °C from solutions with optimum compositions have a perfect crystalline quality.