

文章编号: 1000-7032(2006)05-0797-04

缓冲层 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 组分 对 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 结晶质量和表面形貌的影响

张铁民^{1,2}, 缪国庆^{1*}, 金亿鑫¹, 谢建春^{1,2}, 蒋 红¹, 李志明¹, 宋 航¹

(1. 中国科学院 激发态物理重点实验室, 吉林 长春 130033; 2. 中国科学院 研究生院, 北京 100049)

摘要: 采用低压金属有机化学气相沉积(LP-MOCVD)技术, 两步生长法在 InP 衬底上制备 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 材料。研究缓冲层 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 的 In 组分对 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 结晶质量和表面形貌的影响。X 射线衍射(XRD)用于表征材料的组分和结晶质量。用扫描电子显微镜(SEM)观察样品的表面形貌。实验结果表明, 低温生长的缓冲层 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 的 In 组分影响高温生长的外延层 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 的结晶质量和表面形貌。测量得到四个样品的外延层 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 的 X 射线衍射谱峰半峰全宽(FWHM)为 0.596° , 0.468° , 0.362° 和 0.391° , 分别对应缓冲层 In 组分 $x=0.28, 0.53, 0.82, 0.88$, 当缓冲层 In 组分是 0.82 时, FWHM 最窄, 表明样品的结晶质量最好。SEM 观察四个样品的表面形貌, 当缓冲层 In 组分是 0.82 时, 样品的表面平整, 没有出现交叉平行线或蚀坑等缺陷, 表面形貌最佳。

关键词: 镓砷; 金属有机化学气相沉积; X 射线衍射; 扫描电子显微镜

中图分类号: O471.4

PACC: 6116D; 6855

文献标识码: A

1 引 言

在 InP 衬底上外延生长的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 是制作 $1 \sim 3 \mu\text{m}$ 红外波段光电探测器的重要材料。通过改变 In 组分可以获得不同的带隙, 从而使它的探测范围可调。近年来, 高 In 组分的 InGaAs 红外探测器在地球观测、遥感和环境监测等方面有着很好的应用前景。MOCVD 生长 InGaAs 材料, 生长温度通常选在 $540 \sim 670^\circ\text{C}$ 之间^[1]。而生长高 In 组分的 InGaAs 时, 生长温度一般选在 550°C 以下, 由于 In—As 的键能低于 Ga—As 的键能, 制备高 In 组分的 InGaAs 要求较低的生长温度^[2]。但低温生长的材料其电学和光学性质较差, 所以选择适当的生长温度, 对生长高质量的 InGaAs 尤为重要。 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 红外探测器可探测红外波长达到 $2.6 \mu\text{m}$, 它与 InP 衬底的晶格失配达到 2%^[3]。由于晶格失配而导致薄膜表面形貌粗糙和存在大量的缺陷, 会影响所制作探测器的性能。为生长高质量的失配半导体材料, 在衬底和外延层之间插入缓冲层是最有效的方法。已报道的缓

冲层结构有: 固定组分、组分线性变化、组分阶跃变化, 或者采用超晶格等方法^[4-7]。Isamu Akasaki 在 Al_2O_3 上生长 GaN 的两个重大技术突破之一就是低温生长缓冲层技术^[8]。我们采用两步生长法, 利用低温生长 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 缓冲层, 因为低温可以有效地抑制三维岛状生长, 增加临界厚度^[9], 减小线位错密度^[10], 提高薄膜的结晶质量。然后高温生长外延层, 因为高温生长可以使外延层获得更好的电学和光学性质, 从而提高所制作探测器的性能。本文用两步生长法制备的 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$, 不仅得到表面平整的材料, 还为在 InP 衬底上生长失配的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 提供了新的途径。

2 实 验

实验设备为 LP-MOCVD, 水平式生长室, 旋转石墨转盘, 高频感应加热, 衬底温度由热电偶测量, 生长过程中反应室压强为 $10\ 000\ \text{Pa}$ 。实验采用掺 Fe 半绝缘(100)InP 衬底; 三甲基铟(TMIn)和三甲基镓(TMGa)作为 III 族源; 浓度为 10% 的砷烷(AsH_3)作为 V 族源。我们通过固定 TMGa

收稿日期: 2006-01-10; 修订日期: 2006-04-15

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(50132020); 国家自然科学基金(50372067)资助项目

作者简介: 张铁民(1968-), 男, 吉林人, 博士研究生, 主要从事半导体光电子材料与器件的研究。

E-mail: zhangtiemin@sohu.com, Tel: (0431)6176326

*: 通讯联系人; E-mail: miaogq@ciomp.ac.cn, Tel: (0431)6176326

和 AsH_3 的流量,调整 TMIIn 的流量,先在低温 450°C 生长厚度为 300 nm ,组分分别为 $x = 0.28, 0.53, 0.82, 0.88$ 的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 缓冲层,然后升高温度至 530°C ,生长厚度为 $1\ \mu\text{m}$ 的 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 外延层。使用 D/max-RA 型 X 射线衍射仪,分析样品的组分及结晶质量。用 KYKY-1000B 扫描电子显微镜观察样品表面形貌。

3 结果与讨论

3.1 X 射线衍射结果

通过 XRD 分析样品的组分和结晶质量。测量样品的外延层衍射峰与衬底衍射峰的差,用 Bragg 公式^[11]可以计算出外延层的晶格常数 a_{epi} 和 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 中的 x 值。图 1 为四个 InGaAs 样品的 XRD 图,衬底 InP 衍射峰和外延层 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 衍射峰都非常明显。缓冲层衍射峰只有样品 A 和样品 D 能看到, P1 为样品 A 缓冲层 $\text{In}_{0.28}\text{Ga}_{0.72}\text{As}$ 的衍射峰, P2 为样品 D 缓冲层 $\text{In}_{0.88}\text{Ga}_{0.12}\text{As}$ 的衍射峰,而样品 B 缓冲层 $\text{In}_{0.53}\text{Ga}_{0.47}\text{As}$ 的衍射峰与衬底 InP 衍射峰重叠,样品 C 缓冲层 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 的衍射峰与外延层 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 衍射峰重叠。

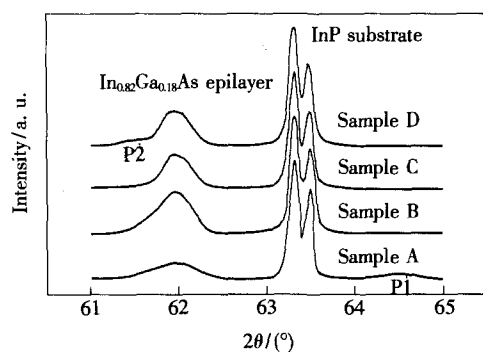


图 1 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ 的 XRD 谱

Fig. 1 X-ray diffraction patterns of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$.

通过测量样品的外延层衍射峰的半峰全宽 (FWHM)^[2,12],可以分析外延层结晶质量。表 1 列出四个样品缓冲层的 In 组分 x 和外延层的 In 组分 x 及对应的外延层衍射峰的 FWHM 值。可以看到,当缓冲层的组分为 $x = 0.28$ 时,FWHM 值为 0.596° 是四个样品中最宽的,表明此时样品结晶质量最差;当缓冲层的组分为 $x = 0.53$ 时,FWHM 值为 0.468° ,此时样品结晶质量得到改善;当缓冲层的组分为 $x = 0.82$ 时,FWHM 值为

0.362° 是四个样品中最窄的,此时样品结晶质量最好;而当缓冲层的组分为 $x = 0.88$ 时,FWHM 值为 0.391° ,表明样品结晶质量又下降了。我们所生长的四个样品除缓冲层组分不同外,其他生长条件都是相同的,这就排除了样品的厚度、温度和生长速率等条件对外延层的 FWHM 影响,那么 FWHM 值的变化就与缓冲层的组分有直接联系。当缓冲层组分 $x = 0.82$,与外延层组分相同时,FWHM 最窄,说明选择此组分生长缓冲层可以改善外延层的结晶质量。

表 1 不同缓冲层组分与 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 外延层 X 射线衍射峰的 FWHM 关系

Table 1 The relation between different composition of buffer layer and FWHM of XRD peaks of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ epilayer.

样品	缓冲层 In 组分 x	外延层 In 组分 x	外延层 FWHM ($^\circ$)
A	0.28	0.82	0.596
B	0.53	0.82	0.468
C	0.82	0.82	0.362
D	0.88	0.82	0.391

3.2 SEM 观察样品的表面形貌

图 2 给出四个样品的 SEM 图像,我们可以观察到当缓冲层组分 $x < 0.82$ 时,样品的表面出现交叉平行线或蚀坑等;当缓冲层组分 $x > 0.82$ 时,样品的外延层表面形貌也比组分 $x = 0.82$ 的样品稍差。当缓冲层组分为 $x = 0.28$ 时,缓冲层的晶格常数小于衬底 InP 的晶格常数,它们之间是负失配,而外延层为 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$,与衬底之间是正失配。这两种不同的失配相互作用,没有使两种不同的失配相互抵消而改善外延层质量,反而使外延层表面出现交叉平行线等缺陷。当缓冲层组分为 $x = 0.53$ 时,缓冲层的晶格常数与衬底相同,它们之间是晶格匹配的,而外延层与衬底之间是正失配,外延层表面的交叉平行线消失了,但出现一些蚀坑。当缓冲层 In 组分为 $x = 0.82$ 时,它与外延层的组分相一致,缓冲层与外延层的晶格是匹配的,缓冲层和外延层与衬底之间都是正失配,然而外延层表面交叉平行线和蚀坑等缺陷都消失了。当缓冲层 In 组分为 $x = 0.88$ 时,缓冲层与外延层对衬底都是正失配,而缓冲层与外延层之间又是负失配,正负失配之间相互作用也没有改善

表面形貌,还略微变差了。由此,我们可以得知,当缓冲层组分为 $x < 0.82$ 或 $x > 0.82$ 时,通过缓冲层、衬底和外延层之间的正负失配相互作用,没

能使外延层的表面形貌得到改善,而当缓冲层组分与外延层组分都是 $x = 0.82$ 时,外延层表面形貌最佳。

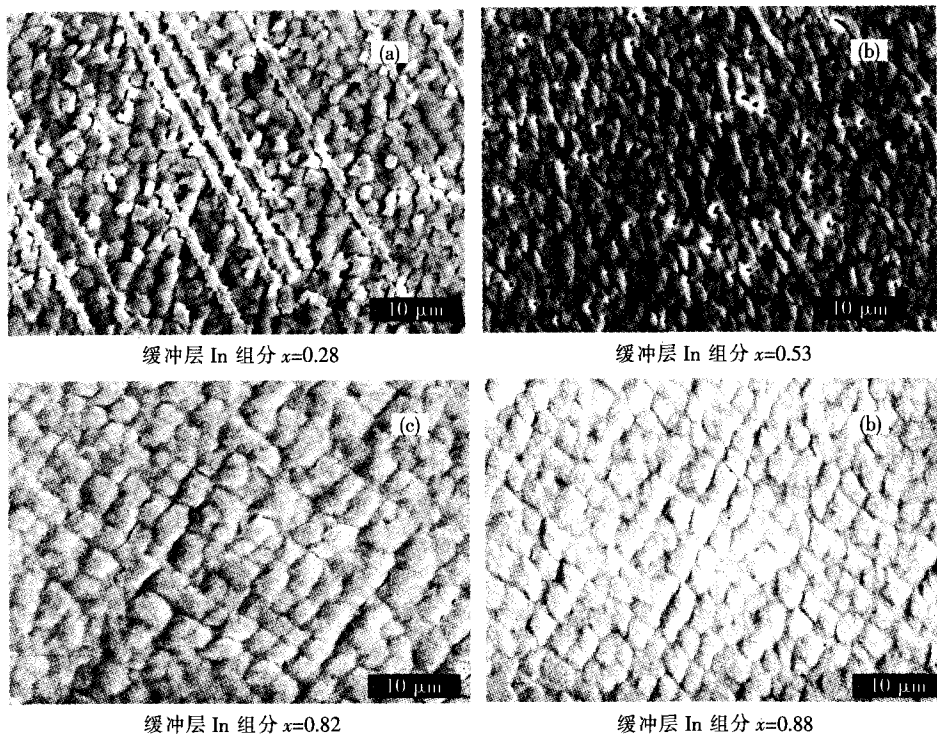


图2 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ 的 SEM 图像

Fig. 2 SEM images of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$.

4 结 论

由于 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 与衬底 InP 晶格失配大,生长表面光亮、无缺陷的薄膜单晶比较困难。我们所采用的两步生长法,与采用组分线性变化或组分阶跃变化生长缓冲层的方法相比,步骤少、结

构简单、更容易实现。从本实验结果来看,外延层的结晶质量和表面形貌与缓冲层组分的选择有很大的关系,当低温生长的缓冲层晶格匹配于高温生长的外延层时,外延层 $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ 结晶质量和表面形貌是最佳。实验表明两步生长法是生长失配材料的一种有效方法。

参 考 文 献:

- [1] Kunishige Oe. Low-temperature metalorganic vapor-phase epitaxial growth of InGaAs layers on InP substrates [J]. *J. Cryst. Growth*, 2000, **219**(1-2):10-16.
- [2] Chang Shou-zen, Chang Tien-chin, Lee Si-chen. The growth of highly mismatched $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($0.28 \leq x \leq 1$) on GaAs by molecular-beam epitaxy [J]. *J. Appl. Phys.*, 1993, **73**(10):4916-4926.
- [3] Martinlli Ramon U, Zamerowski Thomas J, Longeway Paul A. 2.6 μm InGaAs photodiodes [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1988, **53**(2):989-991.
- [4] Chai Young G, Chow Robert. Molecular beam epitaxial growth of lattice mismatched $\text{In}_{0.77}\text{Ga}_{0.23}\text{As}$ on InP [J]. *J. Appl. Phys.*, 1982, **53**(2):1229-1232.
- [5] Scott M D, Moore A H, Moseley A J, et al. $\text{Ga}_{0.28}\text{In}_{0.72}\text{As}/\text{Al}_{0.28}\text{In}_{0.72}\text{As}$ 2 μm photodiode heterostructures prepared by atmospheric pressure MOCVD [J]. *J. Cryst. Growth*, 1986, **77**(1-3):606-612.
- [6] di Forte-Poisson M A, Brylinski C, di Persio J, et al. $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{As}/\text{InAs}_y\text{P}_{1-y}$ photodiodes for the 1.6 to 2.4 μm spectral region grown by low pressure MOCVD [J]. *J. Cryst. Growth*, 1992, **124**(1-4):782-791.

- [7] Morio W, Haruo H. Wide wavelength and low dark current lattice-mismatched InGaAs/InAsP photodiodes grown by metalorganic vapor-phase epitaxy [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1993, **63**(3):361-363.
- [8] Isamu Akasaki. Nitride semiconductors impact on the future world [J]. *J. Cryst. Growth*, 2002, **237-239**(2):905-911.
- [9] Gendry M, Drouot V, Santinelli C, *et al.* Growth modes and relaxation mechanisms of strained InGaAs layers grown on InP(001) [J]. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 1992, **10**(4):1829-1834.
- [10] Chen H, Guo L W, Cui Q, *et al.* Low-temperature buffer layer for growth of a low-dislocation-density SiGe layer on Si by molecular-beam epitaxy [J]. *J. Appl. Phys.*, 1996, **79**(2):1167-1169.
- [11] Gao Wei, Berger Paul R, Ervin Matthew H, *et al.* Liquid phase epitaxial growth of InGaAs on InP using rare-earth-treated melts [J]. *J. Appl. Phys.*, 1996, **80**(12):7094-7103.
- [12] Chang Shou-zen, Lee Si-chen, Chen C R, *et al.* Dislocation generation mechanisms of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($0 \leq x \leq 1$) epilayers grown on (100) InP substrates by molecular beam epitaxy [J]. *J. Appl. Phys.*, 1994, **75**(3):1511-1516.

Effect of the $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ Buffer Layer Compositions on Crystalline Quality and Surface Morphology of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ Grown by Low Pressure MOCVD

ZHANG Tie-min^{1,2}, MIAO Guo-qing¹, JIN Yi-xin¹, XIE Jian-chun^{1,2},
JIANG Hong¹, LI Zhi-ming¹, SONG Hang¹

(1. Key Laboratory of Excited State Processes, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China;

2. Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: The $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ material is very important for uncooled infrared detector and has spectral response from 1 μm to 3 μm . In recent years, there are growing needs for high In composition $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ detectors, the most important applications are spectral imaging including earth observation, remote sensing and environmental monitoring, *etc.* The $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($x > 0.53$) was grown on semi-insulating (100) Fe-doped InP substrates by LP-MOCVD. The growth was performed using TmIn, TMGa, and AsH₃ as growth precursors in a horizontal reactor. Two step method of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ growth that the buffer layer was grown at low temperature of 450 °C and the epilayer was grown at higher temperature of 530 °C was studied. After depositing 300 nm $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ buffer layer, $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ epilayer with thickness of 1 μm was deposited. It was observed that the different In composition of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ buffer layer influence on crystalline quality and surface morphology of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ epilayer. The crystalline quality of the epilayer materials was characterized by X-ray diffraction (XRD). In our experiment, the In composition of the $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ buffer layers was 0.28, 0.53, 0.82 and 0.88, respectively. The full-width-at-half-maximum (FWHM) of diffraction peak for the buffer layer of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ is 0.362° and is the narrowest among the four samples. The surface morphology was observed by scanning electron microscopy (SEM). The SEM image of the sample with buffer layer of $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ is a flat surface and is better than other samples with cross-hatches, pits or some defects. We found that the In composition of the $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ buffer can influence on the surface morphology of the $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ epilayer. The experiments show the crystalline quality and the surface morphology of the $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$ epilayer is optimum when the In composition of buffer layer is the same as that of the epilayer.

Key words: $\text{In}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}\text{As}$; MOCVD; XRD; SEM