ПОВЕРХНОСТЬ, ТОНКИЕ ПЛЕНКИ

УДК 538.911, 538.975

К 70-летию Института кристаллографии РАН

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТАМОРФНЫХ НЕМТ-НАНОГЕТЕРОСТРУКТУР

 $In_{0.38}Al_{0.62}As/In_{0.37}Ga_{0.63}As/In_{0.38}Al_{0.62}As$

© 2013 г. Г. Б. Галиев¹, Е. А. Климов¹, А. Н. Клочков¹, П. П. Мальцев¹, С. С. Пушкарев¹, О. М. Жигалина², Р. М. Имамов^{1, 2}, А. Н. Кускова², Д. Н. Хмеленин²

¹ Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники РАН, Москва E-mail: s_s_e_r_p@mail.ru ² Институт кристаллографии РАН, Москва E-mail: imamov@ns.crys.ras.ru Поступила в редакцию 13.06.2013 г.

Исследовано влияние конструкции метаморфного буфера и технологических режимов эпитаксиального роста на электрофизические и структурные характеристики метаморфных НЕМТ (MHEMT) наногетероструктур $In_{0.38}Al_{0.62}As/In_{0.37}Ga_{0.63}As/In_{0.38}Al_{0.62}As$. Образцы выращены на подложках GaAs с ориентацией (100) методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Активные области наногетероструктур были одинаковыми, а метаморфный буфер $In_xAl_{1-x}As$ формировался с линейным или ступенчатым (на $\Delta x = 0.05$) возрастанием содержания индия по толщине. Выявлено, что МНЕМТ-наногетероструктуры со ступенчатым метаморфным буфером менее дефектны и демонстрируют более высокие значения подвижности двумерного электронного газа при T = 77 К. Методами просвечивающей электронной микроскопии проведено подробное исследование кристаллической структуры активной области и метаморфного буфера и показано, что релаксация метаморфного буфера исследованных гетероструктур сопровождается образованием следующих типов структурных дефектов: дислокаций, микродвойников, дефектов упаковки, а также областей включений вюрцитной фазы размером несколько нанометров.

DOI: 10.7868/S0023476113060118

ВВЕДЕНИЕ

Полупроводниковые метаморфные наногетероструктуры с квантовой ямой InAlAs/InGaAs/ InAlAs, легированной через спейсер б-слоем кремния, являются базовыми материалами для современной сверхвысокочастотной электроники. Такие наногетероструктуры для сверхбыстродействующих полевых транзисторов (high electron mobility transistor, HEMT) и монолитных интегральных схем на их основе обычно выращиваются методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Метаморфный буфер (МБ) способствует согласовапараметров кристаллической решетки нию подложки и квантовой ямы (активной области НЕМТ-наногетероструктуры). Благодаря этому становится возможным эпитаксиальное вырашивание НЕМТ-наногетеростурктур с высоким содержанием In в активной области (от 30 до 100%). Увеличение содержания In в канале транзистора приводит к увеличению его рабочих частот [1, 2], но одновременно уменьшается значение пробивного напряжения [3], следовательно, уменьшается мощность транзистора. В каждом конкретном случае компромиссное решение выбирается исходя из области практического применения изготавливаемых приборов.

Детальное исследование влияния конструкции МБ на свойства выращенной на нем квантовой ямы является одной из актуальных задач для создания более совершенных транзисторных наногетероструктур. В процессе релаксации МБ в нем формируются прорастающие дислокации и дефекты двойникования (упаковки), которые проникают в активную область транзисторной наногетероструктуры и вызывают дополнительное рассеяние электронов в ней, что впоследствии влияет на характеристики приборов. Варьируя профиль содержания индия в МБ InAlAs, можно минимизировать упомянутые негативные эффекты.

Цель настоящей работы — исследование влияния используемой конструкции МБ и технологических режимов роста на электрофизические и структурные характеристики МНЕМТ-наногетероструктур InAlAs/InGaAs/InAlAs с содержанием In в активной области около 40%.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследуемые МНЕМТ-наногетероструктуры $In_{0.38}Al_{0.62}As/In_{0.37}Ga_{0.63}As/In_{0.38}Al_{0.62}As$ (в дальнейшем образцы) выращены методом молекулярнолучевой эпитаксии в одинаковых технологических условиях на полуизолирующих подложках GaAs. Образцы отличались друг от друга конструкцией МБ и используемыми подложками. Образец 841 выращен на подложке GaAs с ориентацией $(100) \pm 0.5^{\circ}$ (фирма Wafer Technology Ltd.) и имеет линейный МБ $In_xAl_{1-x}As$. Образец 921 выращен на подложке GaAs (1 0 0), разориентированной на 2° в направлении $[0\overline{1}\overline{1}]$ (фирма AXT) и имеет ступенчатый MБ $In_xAl_{1-x}As$ с $\Delta x = 0.05$, т.е. в этом случае мольная доля In в каждой последующей ступени МБ увеличивается скачкообразно на 0.05 по сравнению с предыдущей ступенью. Образец 897 аналогичен по конструкции образцу 921. Метаморфный буфер всех образцов завершается инверсной ступенью и заглаживающим слоем толщиной 95 нм. Уменьшение содержания In в инверсной ступени составляет $\Delta x = 0.04$. Схематическая конструкция образцов представлена на рис. 1.

Параметры активной области гетероструктур (кроме верхнего слоя n^+ -InGaAs), а именно: толщина и состав квантовой ямы, барьерных слоев и спейсерного слоя, уровень легирования δ-Si слоя – одинаковы для всех образцов. Толщины слоя *n*⁺-InGaAs составляют 12 и 16 нм для образцов 841 и 921 соответственно, в образце 897 слой n^+ -InGaAs отсутствует. Активная область образцов 841, 897 и 921 выращивалась при температурах подложки $T_g = 500, 500$ и 470°C соответственно, МБ с инверсной ступенью и заглаживающим слоем — при $T_g = 400^{\circ}$ C, а буферный слой GaAs толщиной 34 нм и десятипериодная сверхрешетка {AlAs/GaAs} с толщинами {10/14 Å} (для образца 841) и пятипериодная сверхрешетка {AlGaAs/GaAs} с толщинами {24/14 Å} выращены при $T_g = 590^{\circ}$ C. Такие сверхрешетки традиционно выращиваются над подложкой и препятствуют сегрегации фоновых примесей с подложки в вышележащие слои.

Электрофизические параметры выращенных образцов (подвижность электронов μ_e и их поверхностная концентрация n_s) измерены на образцах квадратной формы размером 5 × 5 мм с помощью эффекта Холла четырехконтактным методом Ван дер Пау при 300 и 77 К.

Для визуализации структуры исследуемых образцов использованы просвечивающая электронная микроскопия (**TEM**), просвечивающая растровая электронная микроскопия (**STEM**) и электронная микроскопия высокого разрешения (**HRTEM**). Электронно-микроскопические исследования проводены с помощью микроскопов FEI Теспаі G^2 30 ST и FEI Titan 80–300 при ускоряющем напряжении 300 кВ. Изображения с *Z*-контрастом в режиме STEM получены с помощью высокоуглового кольцевого детектора темного поля (**HAADF**).

11 КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 58 № 6 2013

n^+ -In _{0.37} Ga _{0.63} As (" <i>cap</i> "-слой) $N_{\rm Si} = 7 \cdot 10^{18} { m cm}^{-3}$	12 или 16 нм
In _{0.38} Al _{0.62} As (барьер)	20 нм
δ -Si $N_{\rm Si} = 8 \cdot 10^{12} {\rm cm}^{-2}$	
In _{0.38} Al _{0.62} As (спейсер)	6.7 нм
In _{0.37} Al _{0.63} As (канал)	22 нм
In _{0.38} Al _{0.62} As (барьер)	185 нм
In _{0.38} Al _{0.62} As (заглаживающий слой)	95 нм
In _x Al _{1-x} As (инверсная ступень) ($x = 0.42 \rightarrow 0.38$)	50 нм
$In_x Al_{1-x} As$ (метаморфный буфер) ($x = 0.05 \rightarrow 0.42$)	1200 нм
{AlGaAs/GaAs}×5 (сверхрешетка)*	19 нм
GaAs (буфер)	34 нм
GaAs (подложка)	

Рис. 1. Схематическая конструкция МНЕМТ-наногетероструктур (* для образца 841 сверхрешетка {AlAs/GaAs} × 10).

Поперечные срезы образцов наногетероструктур для исследования в просвечивающем электронном микроскопе изготавливались двумя способами: механической полировкой с последующим ионным утонением на установке Gatan PIPS и сфокусированным ионным пучком в растровом электронном микроскопе с ионной пушкой Quanta 3D FEG.

Первый способ. Предварительно склеенные заготовки механически утонялись до толщин 40-60 мкм при помощи специальных алмазных паст, после чего подвергались травлению ионами аргона с энергией 4–5 кэВ, падающими под углом 4° к поверхности образца в установке ионного травления Gatan 691 PIPs. На завершающей стадии утонения угол падения ионов Ar⁺ уменьшали до 2°. Однако такой метод пробоподготовки в данном случае имеет существенные недостатки. Вопервых, переосаждение распыленного материала образца значительно затрудняет получение изображений с высоким разрешением, во-вторых, как правило, размер области, пригодной для исследования на просвет, не охватывал все слои наногетероструктуры снизу доверху.

Второй способ. Этих недостатков лишен метод сфокусированных ионных пучков, когда из массивной заготовки вырезают тонкий поперечный



Рис. 2. Приготовление ламеллы с помощью фокусированного ионного пучка в колонне растрового микроскопа FEI Quanta 3D FEG: а – заготовка, вырезанная из массивного образца гетероструктуры с защитным слоем платины (1); б – готовая ламелла (2), приваренная к зубцу медного полукольца (3), для исследования методом TEM.

срез на нужную глубину. Все манипуляции проводились в колонне микроскопа. Особенность данного прибора заключается в возможности одновременного использования сфокусированного ионного пучка для изготовления образца и растровой электронной микроскопии для контроля процесса изготовления на каждом этапе. На поверхность образца для защиты верхних слоев от повреждения ионным пучком напылялся слой платины толщиной ~3 мкм. После чего из объема вырезалась тонкая ламелла толшиной 1. шириной 10 и глубиной 5 мкм, чтобы охватить все интересующие слои. При помощи встроенного манипулятора Kleindiek ламелла переносилась на медное полукольцо, используемое специально для последующего просмотра в электронном микроскопе, и приваривалась к нему. Дальнейшее утонение происходило при постепенном уменьшении тока при ускоряющем напряжении 30 кВ и наклоне образца на $\pm 1.5^{\circ}$ относительно направления ионного пучка. Финальная чистка для удаления аморфизованного слоя на поверхности ламеллы проводилась под углом 45° относительно ионного пучка и при ускоряющем напряжении 5 кВ (рис. 2).

ОБСУЖДЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты измерений холловской подвижности электронов μ_e и двумерной концентрации электронов n_S в квантовой яме In_{0.38}Al_{0.62}As/In_{0.37}Ga_{0.63}As/In_{0.38}Al_{0.62}As при

Электрофизические параметры выращенных образцов

Обра- зец	$\mu_e, c M^2/(B \cdot c)$		$n_S, 10^{12} \mathrm{cm}^{-2}$		<i>ρS</i> , Ом/□	
	300 K	77 K	300 K	77 K	300 K	77 K
841	6200	15900	3.3	2.8	300	140
921	6100	22500	5.6	3.9	180	70
897					21×10^6	

300 и 77 К представлены в таблице. Из-за высокого удельного сопротивления образца 897 его электрофизические параметры μ_e и n_S определить не удалось.

Подвижности электронов в образцах 841 и 921 при T = 300 К практически совпадают в пределах погрешности измерений, а при T = 77 К значение μ_e для образца 921 существенно больше, чем для образца 841. Из полученных данных следует, что рассеяние электронов в квантовой яме на примесях и структурных дефектах, доминирующее при снижении температуры, сильнее для образца 841. Так как конструкция активной области и концентрация донорных примесей в δ -Si слое для исследованных образцов одинаковы, то наблюдающееся увеличенное рассеяние электронов в образце 841, скорее всего, обусловлено его большей дефектностью.

Согласно данным таблицы, значение холловской концентрации электронов n_S для образца 921 больше, чем для образца 841, хотя уровень легирования δ-Si слоя одинаков. Это может быть связано с двумя факторами. Во-первых, в образце 921 увеличенная толщина слоя n^+ -InGaAs (16 нм вместо 12 нм в образце 841). Увеличенная толщина n^+ -слоя обеспечивает лучшее экранирование поверхностного потенциала и препятствует обеднению двумерного электронного газа квантовой ямы In_{0 37}Ga_{0 63}As/In_{0 37}Al_{0 63}As/In_{0 37}Ga_{0 63}As поверхностными состояниями. При достаточной толщине слоя InGaAs и концентрации электрически активных примесей может наблюдаться параллельная проводимость по "сар"-слою. Сильная температурная зависимость концентрации носителей заряда в образце 921, не характерная для вырожденного двумерного электронного газа в квантовых ямах, скорее всего, связана с вымораживанием носителей в "сар"-слое. Возникновение параллельной проводимости в слое *n*⁺-In-GaAs должно сопровождаться существенным уменьшением холловской подвижности электронов из-за сильного рассеяния на ионизирован-



Рис. 3. Изображения структуры поперечных срезов, полученные в режиме STEM-HAADF: образцы 841 (а) и 921 (б).

ных донорах. Но в данном случае этого не наблюдается. Поэтому доля свободных электронов, локализованных в слое n^+ -InGaAs и дающих вклад в общую холловскую концентрацию n_S , в исследованных образцах должна быть существенно ниже концентрации двумерного электронного газа в квантовой яме, т.е. концентрации носителей заряда в исследованных образцах должны быть близки. Наблюдаемое существенное различие n_S образцов при комнатной и азотной температурах можно объяснить большим коэффициентом активации кремния в образце 921, выращенном на разориентированной на 2° подложке GaAs (100). В [4] для метаморфных гетероструктур $In_{0.7}Ga_{0.3}As/In_{0.7}Al_{0.3}As/In_{0.7}Ga_{0.3}As$ показано, что использование разориентированных подложек GaAs может приводить к повышению значения n_s по сравнению с подложками с точной ориентацией. На основании полученных результатов нельзя сделать однозначный вывод о доминирующем механизме, приводящем к увеличению двумерной концентрации электронов в образце 921.

На рис. 3 представлены STEM-HAADF-изображения поперечных срезов образцов 841 и 921, полученные при малом увеличении. Учитывая особенности формирования контраста на изображениях в данном режиме [5], получаем, что более светлые слои – это слои, обогащенные более тяжелым элементом – галлием: "*сар*"-слой, канал, слои сверхрешетки в области над подложкой и сама подложка GaAs. В случае образца 921 видны границы отдельных слоев, соответствующие ступеням MБ. Плавное изменение контраста в обла-

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 58 № 6 2013

сти МБ на изображении среза образца 841 свидетельствует о постепенном замещении алюминия более тяжелым элементом – индием.

Таким образом, все слои, показанные на рис. 1, в исходной схеме образцов гетероструктур присутствуют в образцах, при этом колебания толщины отдельных слоев, например сверхрешетки, могут составлять 2–4 кристаллических слоя, т.е. 1.0– 1.5 нм.

На рис. 4а представлено темнопольное изображение поперечного сечения образца 921, полученное для рефлекса 002, обозначенного на соответствующей дифракционной картине (рис. 4б), откуда видно, что в образце 921 нижняя часть МБ насыщена дефектами, в то время как верхняя часть МБ и вышележащие слои менее дефектны. В МБ образца 841 плотность дефектов ниже по сравнению с образцом 921.

При более подробном исследовании образцов в режиме высокого разрешения было выяснено, что дефекты на темнопольных изображениях представляют собой дислокации, микродвойники, дефекты упаковки, а также микрообласти размером несколько нанометров, где кристаллическая решетка может отличаться от решетки слоя. На рис. 5 приведены HRTEM-изображения отдельных дислокаций, обнаруженных в МБ образца 921, а на рис. 6 – характерная область с другой кристаллической решеткой в заглаживающем слое InAlAs образца 841. Ситуация, аналогичная рис. 6, наблюдалась в [6] при исследовании гетероструктур на основе $In_yAl_{1-y}As/In_xGa_{1-x}As$ на подложках InP с наноразмерными вставками



Рис. 4. Изображение поперечного среза образца 921: а – STEM–HAADF-изображение; б – дифракционная картина от области МБ, ось зоны [110].



Рис. 5. HRTEM-изображения дефектов упаковки (а) и дислокаций (б) в МБ образца 921.

InAs, где анализ изображений показал наличие включений вюрцитной фазы. По-видимому, выделение второй фазы связано, как и другие дефекты в слоях гетероструктур, с локальными деформациями, вызванными колебанием содержания In.

При релаксации растущего МБ возникают различные типы дефектов. В частности, могут образовываться дефекты двойникования. В [7] было показано такое явление для МНЕМТ-наногетероструктур с высоким содержанием Іп в активной области (около 70%). При большой концентрации дефектов двойникования образец демонстрировал очень низкую подвижность электронов, а его двумерное удельное сопротивление составляло около 9 кОм/□. В случае рассматриваемых в данной работе МНЕМТ-наногетероструктур с меньшим содержанием In в активной области (около 40%) двумерное удельное сопротивление образца 897, релаксировавшего подобным образом, составило около 21 МОм/ \Box , т.е. оказалось существенно больше. На рис. 7 представлено STEMизображение с Z-контрастом поперечного сечения образца 897, который аналогичен по конструкции образцу 921. На рисунке видны дефекты двойникования, проросшие через всю эпитаксиальную гетероструктуру и расположенные под характерным углом относительно нормали к подложке (~36°). Можно заметить, что они зарождаются в области первой ступени МБ. Снижение температуры роста активной области гетероструктуры образца 897 (470°C вместо 500°C для образца 921),

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 58 № 6 2013



Рис. 6. HRTEM-изображение области включения другой фазы в заглаживающем слое InAlAs образца 841.

по-видимому, тоже отрицательно повлияло на его электрофизические характеристики.

Причины возникновения двойникования могут быть различными. В данном случае, вероятно, главной причиной является случайное отклонение от оптимального технологического режима на начальной стадии эпитаксиального роста MБ, которое привело к зародышеобразованию двой-



Рис. 7. STEM-изображение с *Z*-контрастом поперечного среза образца 897.

КРИСТАЛЛОГРАФИЯ том 58 № 6 2013

ников. Такие дефекты в отличие от дислокаций трудно удержать внутри буферного слоя, и они прорастают на всю толщину структуры, существенно ухудшая электрофизические параметры образцов [8].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено исследование электрофизических параметров и структуры метаморфных НЕМТ-наногетероструктур In_{0 38}Al_{0 62}As/In_{0 37}Ga_{0 63}As/In_{0 38}Al_{0 62}As с одинаковой активной областью, но с различной конструкцией МБ: буфер In_xAl_{1-x}As формировался с линейным или ступенчатым (на $\Delta x = 0.05$) возрастанием содержания In по толщине. Показано, что ступенчатый МБ для МНЕМТквантовой наногетероструктур ямой С In_{0.38}Al_{0.62}As/In_{0.37}Ga_{0.63}As/In_{0.38}Al_{0.62}As обеспечивает меньшую дефектность активной области, чем линейный МБ. Методами высокоразрешающей электронной микроскопии показано, что релаксация МБ исследованных гетероструктур сопровождается образованием следующих типов структурных дефектов: дислокаций, микродвойников, дефектов упаковки, а также областей включений вюрцитной фазы размером несколько нанометров. Прорастание дефектов двойникования в активную область эпитаксиальной гетероструктуры сопровождается существенным ухудшением ее электрофизических параметров.

Авторы выражают благодарность А.В. Васильеву за предоставление возможности работы на приборе FEI Titan 80-300.

Работа частично выполнена на приборах ЦКП ИК РАН.

Работа выполнена при финансовой поддержке Президиума РАН (Программа № 24 (Раздел 3.1)) и Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 11-07-00050 и 12-07-31100 мол_а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Bollaert S., Cordier Y., Zaknoune M. et al. // Solid-State Electronics. 2000. V. 44. P. 1021.
- 2. *Malmkvist M., Wang S., Grahn J.* // IEEE Transactions on Electron Devices. 2009. V. 56. № 1. P. 126.
- Cordier Y., Bollaert S., Zaknoune M. et al. // Jpn. J. Appl. Phys. 1999. V. 38. P. 1164.
- Галиев Г.Б., Пушкарев С.С., Васильевский И.С. и др. // Физика и техника полупроводников. 2013. Т. 47. Вып. 7. С. 990.
- Midgley P.A., Weyland M. // Ultramicroscopy. 2003. V. 96. P. 413.
- Васильев А.Л., Васильевский И.С., Галиев Г.Б. и др. // Кристаллография. 2011. Т. 56. № 2. С. 329.
- Галиев Г.Б., Пушкарев С.С., Васильевский И.С. и др. // ФТП. 2013. Т. 47. № 4. С. 510.
- 8. Семенова Е.С., Жуков Е.А., Васильев А.П. и др. // ФТП. 2003. Т. 37. Вып. 9. С. 1127.