

# MOVPE 生长 GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 超晶格 及其 TEM 表征\*

徐现刚 黄柏标 任红文 刘士文 蒋民华

(山东大学晶体材料研究所, 山东, 济南, 250100)

**摘要:** 报道用金属有机汽相外延技术 (MOVPE) 生长 GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 超晶格结构材料及其光电器件应用, 用横断面透射电子显微术 (XTEM) 表征外延层结构. 在自电光效应光学双稳态器件 (SEED) 中, 超晶格层-层之间界面清晰, 厚度均匀, 周期性完整. 对某些用超晶格作缓冲层的高电子迁移率晶体管 (HEMT) 结构, 观察到超晶格对生长面的平滑作用及间断生长造成的界面等.

**关键词:** 金属有机汽相外延 (MOVPE), GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 超晶格, 横断面透射电子显微术 (XTEM), 界面, 平滑效应.

## 引言

近年来, 金属有机汽相外延 (MOVPE) 已成为半导体外延的重要技术之一. 与其它外延技术相比, MOVPE 具有普适性、精确的组份、掺杂及厚度控制, 高均匀性和重复性, 并且具有大规模生产的能力等特点<sup>[1]</sup>. 在半导体量子阱超晶格中, 通过控制势阱和势垒的组份、掺杂浓度、厚度及其之间的应变, 可调节电子和空穴的子能带. 出现了一批具有独特性能的光电器件, 如高电子迁移率晶体管 (HEMT)、自电光效应光学双稳态器件 (SEED)、GaAs/AlGaAs 超晶格红外探测器, 超晶格光波导及光探测器等. 在 HEMT 的研制中, 用调制掺杂 GaAs/AlAs 超晶格代替 AlGaAs 层, 可减少 AlGaAs 层中的 DX 中心, 提高器件性能. 在某些光电器件中, 利用 GaAs/AlGaAs 超晶格代替相同组份的 AlGaAs 窗口材料, 可增大透光波段, 提高灵敏度等. 此外, 人们还发现超晶格对外延层具有优化作用, 例如, 利用超晶格作为缓冲层, 可阻挡衬底缺陷的延伸及杂质的扩散, 消除衬底及外延造成的界面起伏, 提高外延层的结晶质量、电学特性及发光特性等<sup>[2,3]</sup>. 利用这些特点, 可在 HEMT 等光电器件中, 用超晶格做为缓冲层来提高器件的性能, 超晶格的广泛应用推动了其制备技术的发展, 目前 MOVPE 已能生长原子层量级的异质结.

本文 1991 年 10 月 14 日收到, 修改稿 1992 年 2 月 23 日收到.

\* 国家自然科学基金资助项目.

本文报道用 MOVPE 生长 GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 超晶格及其光电器件, 在 HEMT 中, 用超晶格作为缓冲层, 平滑生长造成的界面起伏, 并用 XTEM 表征了材料的结构. 在 TEM (002) 暗场像中, GaAs 层为暗色, Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 层为亮色, 且随组份增大, 亮度也增大.

## 1 实验

超晶格是用瑞典的 VP50-RP MOCVD 设备生长的. 采用 TM Ga 和 TM Al, 用 H<sub>2</sub> 稀释成 10% 的 AsH<sub>3</sub> 为生长源, 经钨管纯化后的 H<sub>2</sub> 为载气, H<sub>2</sub> 流量为 10 L/min, 生长率为 5~10 Å/s, V/Ⅲ比保持在 15~30, 生长温度为 620~700°C. 用 (100) 偏 <011> 2° GaAs 作为衬底, 外延层的组份由生长参数根据定标曲线确定<sup>[4]</sup>.

制备用于 XTEM 分析的样品是获得外延层异质界面信息的关键, 一般 TEM 分析要求样品的厚度为几百 Å, 并且要求外延层区域有薄区, 否则, 电子束穿不透, 得不到 XTEM 结果. XTEM 分析样品的制备过程如下: 先将样品解理, 对面粘接, 固化后经机械研磨和抛光, 最后用 Ar<sup>+</sup> 离子减薄.

## 2 结果与讨论

### 2.1 超晶格的生长

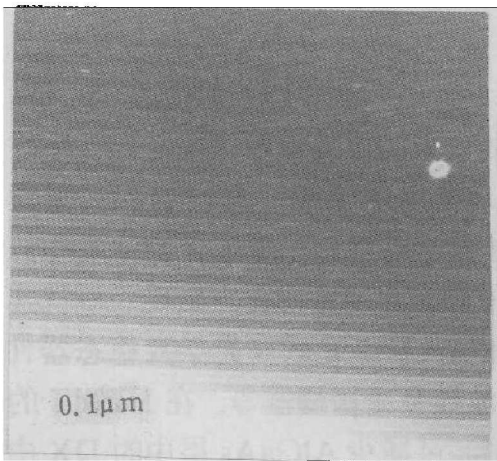


图 1 样品 No. 91 超晶格的 (002) XTEM 暗场像

Fig. 1 XTEM (002) dark field image of sample No. 91

为研究超晶格的瞬态发光特性及输运特性, 我们生长 62 周期 GaAs (120 Å) / Al<sub>0.3</sub>Ga<sub>0.7</sub>As (120 Å) 超晶格. 图 1 为样品 No. 91 超晶格的 XTEM 显微像, 电子束沿 [110] 方向入射, 选择衍射矢量为 [002] 拍摄暗场像. 从图 1 中只观测到超晶格的一部份, 其中暗条纹为 GaAs, 亮条纹为 Al<sub>0.3</sub>Ga<sub>0.7</sub>As, 图中显示超晶格异质界面平直而尖锐, 势阱和势垒周期性完整, 异质界面无起伏.

### 2.2 超晶格的平滑效应

为了提高外延层的电学特性及光学性能, 在 HEMT 等器件中, 我们采用 GaAs / Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 超晶格作为缓冲层. 样品 No. 22 为采用超晶格作缓冲层的 HEMT 器件结构材料, 衬底为半绝缘 GaAs. 超晶格由 10 周期 GaAs (100 Å) / Al<sub>0.5</sub>Ga<sub>0.5</sub>As (200 Å) 组成. 首先在 GaAs 衬底上生长 300 Å 的 GaAs 过渡层, 其次是超晶格缓冲层, 最后变温生长 HEMT 结构材料. 超晶格每个界面间断 30s. 图 2(a) 为样品的结构示意图, 图 2(b) 为超晶格缓冲层的 (002) XTEM 暗场像.

由 TEM 测得 GaAs 层厚为 100 Å, Al<sub>0.5</sub>Ga<sub>0.5</sub>As 层厚为 200 Å, 超晶格的势阱和势垒

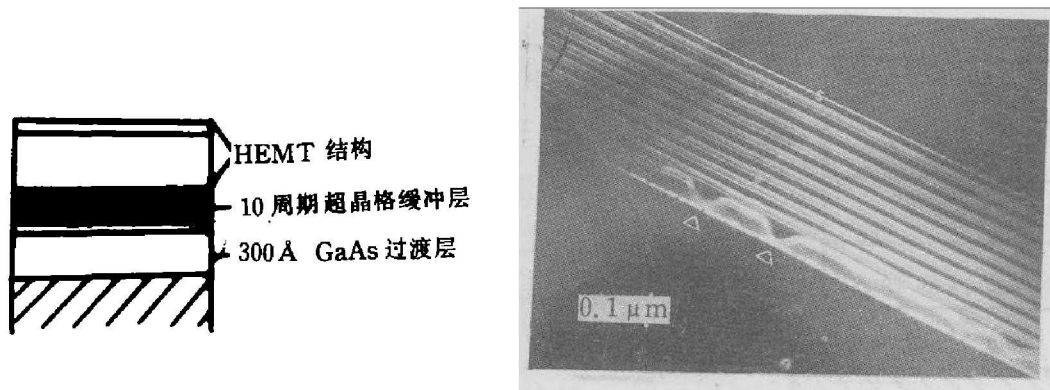


图 2 (a) 样品 No. 22 结构示意图; (b) 样品 No. 22 中超晶格的 (002) XTEM 暗场像  
Fig.2 (a) Schematic diagram of sample No. 22; (b) XTEM (002) dark field image of the superlattice in sample No. 22

与设计值一致, 最上面标有“S”的亮线是由于变温时停止生长造成的, 这可能与杂质在界面的富集有关. 由图 2(b) 可见超晶格的平滑作用. 在 GaAs 衬底上生长 300 Å 的 GaAs 过渡层后, 生长表面变得不平整, 形成一些“V”型槽, 紧接着生长的 Al<sub>0.5</sub>Ga<sub>0.5</sub>As 层几乎保持了生长面的形状; 但是随后的 GaAs 阱层却只在波纹区生长, 生长面趋于平整, 经过 2~3 个周期的超晶格后, 生长面变得完全平整, 厚度趋向均匀. 我们曾取不同位置的样品做 TEM 分析, 都观察到上述现象.

GaAs 生长面变得粗糙不平可能与载气流速不稳或杂质及缺陷在生长面上的富集有关, 这种现象已在 MOCVD<sup>[5]</sup>和 MBE<sup>[6]</sup>生长的样品中观察到, 至今起因不明. 超晶格的平滑作用与 GaAs 在不同晶面上的生长率各向异性及 Ga 和 Al 在生长面的迁移率不同有关<sup>[7]</sup>.

图 2(b) 中的两个“V”型槽, 如果在 <110> 方向保持形状, 则成为两个典型的量子线, 否则为量子点. 由此可以看出: 在合适的生长条件下, 可通过 Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 层显示生长面的形状, 还可用 MOVPE 在“V”型槽衬底上生长量子线或量子点.

超晶格的起伏对其光电性能有很大影响<sup>[8]</sup>, 使其发光强度降低, 发光峰变宽, 器件材料应尽可能避免这种起伏. 如上所述, 这种现象的发生至今起因不明, 并且是随机的. 在某些光电器件中, 我们也采用了超晶格作为缓冲层, 但是没有发现这种起伏. 图 3 为样品 No. 68 超晶格的 XTEM (001) 暗场像, 作为缓冲层的超晶格由 20 周期 GaAs (50 Å) / Al<sub>0.6</sub>Ga<sub>0.4</sub>As (50 Å) 组成, 生长在 1500 Å GaAs 过渡层上, 图 3 中的超晶格周期性完整, 界面突变, 无起伏.

## 2.3 超晶格器件材料的生长及 TEM 结构表征

### 2.3.1 自电光效应光学双稳态器件 (SEED)

由于超晶格中势阱和势垒的限制作用, 在室

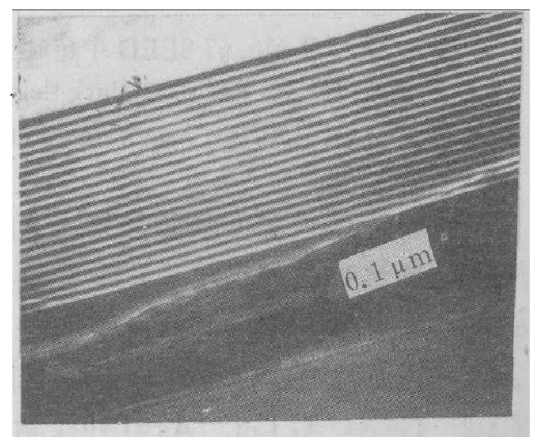


图 3 样品 No. 68 的 XTEM (001) 暗场像  
Fig. 3 (001) dark field XTEM image of sample No. 68

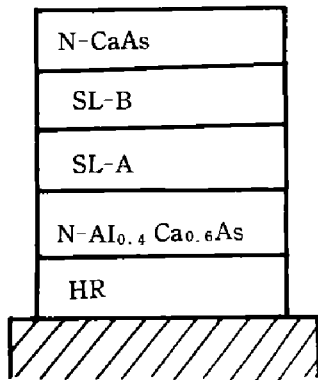


图4 样品 No. 67 SEED 结构示意图  
Fig. 4 Schematic diagram of the structure of SEED sample No. 67

温下就能观察到激子吸收。激子吸收的非线性效应开辟了非线性科学的新领域，引起人们的高度重视，一方面使半导体材料的光学非线性成为可能，另一方面可利用目前已十分成熟的半导体工艺，实现光电集成。SEED 是利用量子阱中激子吸收随外电场的变化来实现光学双稳的器件，它的研究和制备为集成光学提供了基本元件，有可能用于光计算机的的研制，其结构如图 4 所示。

在 GaAs-SI 衬底上生长  $10\frac{1}{2}$  周期的  $\text{Al}_{0.1}\text{Ga}_{0.9}\text{As}$  /  $\text{Al}_{0.8}\text{Ga}_{0.2}\text{As}$  多层高反射层，使器件以反射模式工作；再生长  $\text{Al}_{0.4}\text{Ga}_{0.6}\text{As}$  (N 型) 层；接着生长 5 个周期的  $\text{Al}_{0.1}\text{Ga}_{0.9}\text{As}$  (50 Å) /  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$  (50 Å) 超晶格 A 作为缓冲层，生长超晶格 A 时每个界面间断 5s，紧接着生长 50 周期 GaAs (100 Å) /  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$  (100 Å) 超晶格 B 作为光学作用区，最后生长 2000 Å 的 P 型 GaAs 接触层。图 5(a) 为超晶格的 (002) XTEM 暗场像，图 5(b) 为高反射层的 XTEM (002) 暗场像。

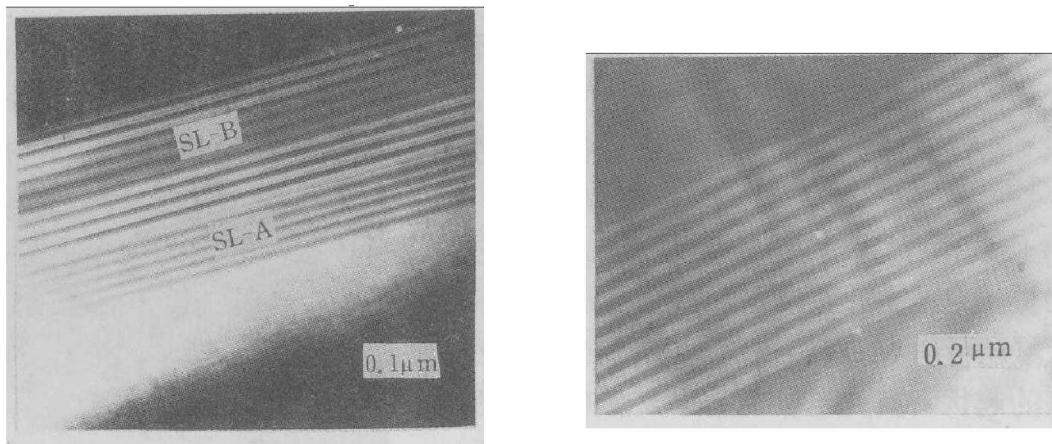


图 5 (a) 样品 No. 67 SEED 中超晶格的暗场像；(b) 样品 No. 67 SEED 中的高反层的明场像  
Fig.5 (a) XTEM (002) dark field image of SL-A and SL-B in SEED sample No. 67;  
(b) XTEM bright field image of the HR layer in SEED sample No. 67

由图 5 中只观察到超晶格 B 的一部分，整个超晶格界面平整，层次分明，由 TEM 测得超晶格势垒和势阱的层厚分别为 58 Å 和 69 Å，超晶格的势垒和势阱分别为 93 Å 和 62 Å。超晶格的厚度与设计值偏差较大，这可能与计算机控制程序的设计及样品在托盘上的位置有关。器件特性将另文报道。

### 2.3.2 GaAs/ $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 红外探测器材料

利用超晶格中电子子能级间的跃迁吸收，可制作 8~14 μm 红外探测器<sup>[9]</sup>，我们用 50 周期 GaAs (40 Å) /  $\text{Al}_{0.22}\text{Ga}_{0.78}\text{As}$  (300 Å) 超晶格结构作探测器材料，图 6 给出了样品 No. 64 的 XTEM (002) 暗场像。红外傅立叶光谱仪测试结果表明在 10 μm 附近有强吸收。

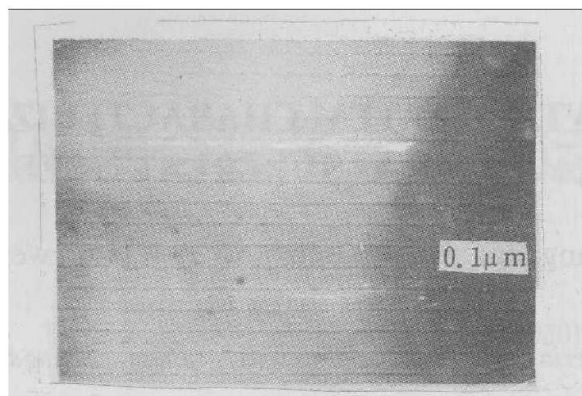


图 6 样品 No. 64 中超晶格的 XTEM (002) 暗场像

Fig. 6 XTEM (002) dark field micrograph of sample No. 64

### 3 结论

我们用 MOVPE 生长了 GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As 超晶格结构及部分光电器件材料. 用横断面透射电子显微技术表征了外延层的结构. 我们生长的超晶格材料中, 层与层之间界面清晰, 厚度均匀, 周期性完整. 在某些用超晶格作为缓冲层的 HEMT 结构材料中, 观察到超晶格对生长面的平滑作用. 外延层生长面的起伏原因至今不明, 有待于进一步研究.

**致谢:** 作者非常感谢南京大学固体微结构实验室王路春先生及山东大学分析中心艾子萍先生在电镜操作方面的帮助.

### 参 考 文 献

- 1 Striugflellav G B. *Organometallic Vapor-Phase Epitaxy*, Boston: Academic Press, 1989, Ch. 1
- 2 Lakener H et al. *J. Crystal Growth*, 1991, **107**: 452
- 3 Heuken M et al. *IEEE Trans. Electron Devices*, 1986, **ED-33**: 693
- 4 黄柏标等. *固体电子学研究进展*, 1991, **11**: 52
- 5 Leys M R et al. *J. Crystal Growth*, 1986, **68**: 431
- 6 范缙文. *半导体学报*, 1988, **9**: 211
- 7 Xu Xiangang et al. *Chinese Physics Lett.*, 1992, **9**: 109
- 8 范缙文等. *半导体学报*, 1990, **11**: 706
- 9 Levine B F et al. *Appl. Phys. Lett.*, 1988, **53**: 296

## MOVPE GROWTH AND TEM CHARACTERIZATIONS OF GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As SUPERLATTICES\*

Xu Xiangang, Huang Baibiao, Ren Hongwen,  
Liu Shiwen, Jiang Minhua

*(Institute of Crystal Materials, Shandong University, Jinan, Shandong 250100, China)*

**Abstract:** MOVPE growth of GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As superlattices and their applications in relative photoelectric devices are reported. Epilayer quantum heterostructures are characterized by using cross-sectional transmission electron microscopy (XTEM). In Self Electrooptic Effect Devices (SEED), the superlattice interfaces are abrupt and the barrier and well layers keep good uniformity. In some High Electron Mobility Transistors (HEMT), superlattices used as buffer layers smooth out the growing surface roughness.

**Key words:** MOVPE, GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As superlattices, XTEM, interfaces, smoothing effect.

---

\*The project supported by the National Natural Science Foundation of China.