УДК 538.9

РАЗВОРОТ СЛОЁВ GaAs В ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ GaAs/Ge/GaAs

И. П. Казаков[1], С. А. Зиновьев[1], А. В. Клековкин[1],
В. А. Сазонов[2], В. Н. Кукин[2], Н. И. Боргардт[2]

Методами дифракции быстрых электронов и просвечивающей электронной микроскопии исследован процесс разворота слоя GaAs на Ge под прямым углом в плоскости подложки при выращивании гетероструктур GaAs/Ge/GaAs на отдельных установках молекулярно-пучковой эпитаксии для GaAs и Ge, с переносом образцов через атмосферу.

Ключевые слова: гетероструктуры GaAs/Ge/GaAs, разворот кристаллической решетки, дифракция быстрых электронов, просвечивающая электронная микроскопия.

Введение. Выращивание регулярных доменных структур для нелинейных элементов производят на темплейтах – гетероструктурах (ГС) GaAs/Ge/GaAs, в которых слои GaAs развёрнуты друг относительно друга на прямой угол в плоскости поверхности [1]. Для этого используют двухкамерные установки молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) с отдельными ростовыми камерами для выращивания слоёв GaAs и Ge, соединёнными высоковакуумным транспортным узлом, т. к. совмещение этих материалов в одной камере приводит к их перекрёстному легированию. Многокамерные установки МПЭ существенно дороже обычных, и поэтому распространены гораздо меньше, что сильно сужает экспериментальную базу в данной области.

Такие ГС были выращены нами на подложках GaAs(001), разориентированных на 3° в направлении (111) Ga (GaAs(001) 3° → (111)Ga) впервые на отдельных установках МПЭ с переносом образцов через атмосферу [2, 3], и были проведены их структурные и оптические исследования.

Разворот решетки слоев GaAs в работе [2] был зафиксирован методом дифракции быстрых электронов (ДБЭ), который даёт информацию только о структуре поверхност-

[1] ФИАН, 119991 Россия, Москва, Ленинский пр-т, 53; e-mail: kazakovip@lebedev.ru.
[2] Национальный исследовательский университет “Московский институт электронной техники”, 124498 Россия, Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, д. 1.

ных слоёв толщиной порядка 1 нм, что не позволяет судить о строении слоя на всей его толщине. Настоящая работа содержит новые данные, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), которые подтверждают наши предыдущие результаты.

N	**Состав слоев**	***d*, нм**	**Установка МПЭ**
7	i-GaAs	20	«Цна-25»
6	i-AlAs	20	
5	i-GaAs	100	
4	Ge	9	«Катунь»
3	i-GaAs	20	«Цна-25»
2	i-AlAs	20	
1	i-GaAs	300	
Подложка GaAs(001) $3^0 \rightarrow$ (111)Ga			

Рис. 1: *Схема ГС GaAs/Ge/GaAs. Кристаллическая решетка слоёв* 5–7 *либо развёрнута под прямым углом в плоскости поверхности подложки (образцы А), либо имеет её ориентацию (образцы Б).*

Методика эксперимента. Исследовались ГС, у которых кристаллическая решетка слоёв GaAs (5–7, рис. 1), выращенных на Ge, либо развёрнута под прямым углом в плоскости поверхности подложки (образцы А), либо сохраняет её ориентацию (образцы Б).

Процедура выращивания образцов и анализ условий для возникновения разворота слоя GaAs (слой 5, рис. 1) представлены в работе [2]. Образцы поперечного сечения для ПЭМ приготавливались методом In-Situ Lift-Out с использованием электронно-ионного микроскопа Helios Nanolab 650 и методик, описанных в [4, 5]. Электронно-микроскопические исследования проводились на приборе FEI Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Дифракционные картины в сходящемся пучке формировались с использованием конденсорной апертуры диаметром 50 мкм и полуугла сходимости 4.1 мрад.

Результаты исследования.

Дифракция быстрых электронов. После выращивания слоя Ge в установке МПЭ “Катунь” и последующей перегрузки ГС в установку “ЦНА-25” на её поверхности были зафиксированы картины дифракции быстрых электронов (ДБЭ), отвечающие реконструкциям поверхности (2×2) или (2×1) (рис. 2(б)). При закрытом вентиле источника As_4 на картинах ДБЭ образцов А и Б воспроизводимо появлялись дополнительные ре-

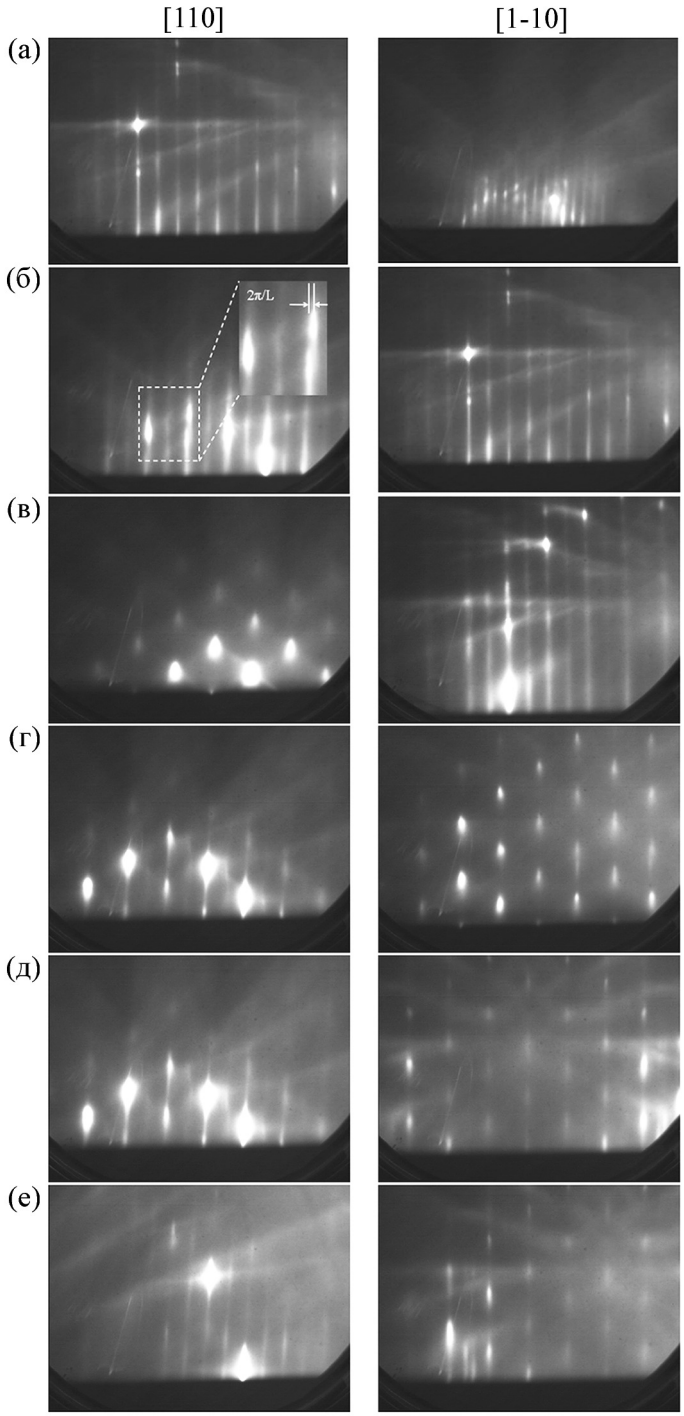

Рис. 2: *Картины ДБЭ на различных этапах выращивания слоя* 5 *в ГС типа А: (а) исходная подложка, (б) поверхность Ge. Слои GaAs различной толщины: (в)* 1 *нм, (г)* 4 *нм, (д)* 6 *нм, (е)* 8 *нм.*

флексы (рис. 2(б), на вставках), возникающие от областей с регулярной структурой двойных ступеней (высотой в два монослоя) [6], а при эквивалентном давлении паров As $p_{\mathrm{As}} = 3 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст. и выше они исчезали. За исключением вышесказанного, дифракционные картины от поверхности структур оставались неизменными в процессе отжига и при понижении температуры подложки до величины $T_{\text{п}} = 350$ °C, при которой проводилось затравливание слоя GaAs.

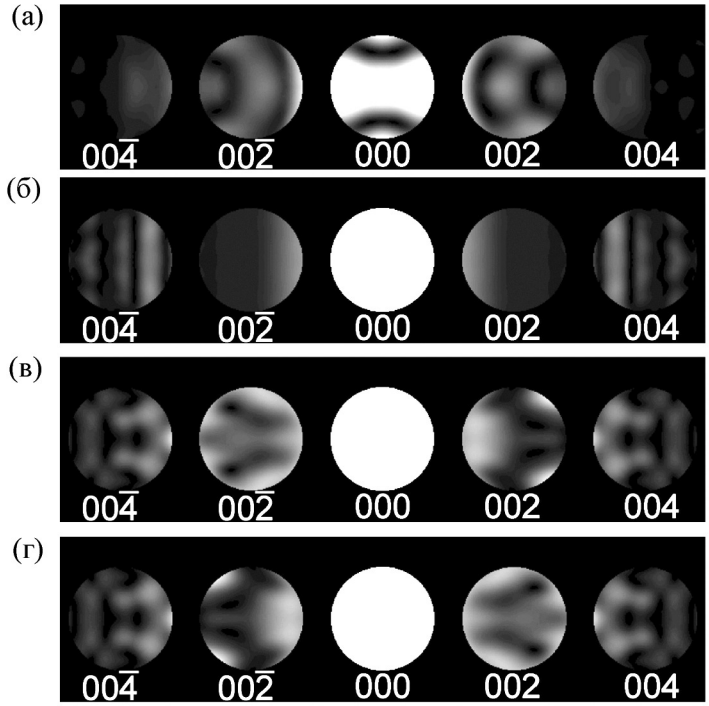

Рис. 3: *Расчетные дифракционные картины в сходящемся пучке при толщине образца* 70 *нм в разных осях зоны: (а)* [110]*; (б)* [210]*; (в)* [310]*; (г)* [$\bar{1}$30].

После осаждения 1 нм GaAs при $T_{\text{п}} = 350$ °C наблюдался переход к точечным дифракционным картинам (рис. 2(в)). Рефлексы начинали вытягиваться только после осаждения ещё 3 нм GaAs и повышения $T_{\text{п}}$ до ∼600 °C (рис. 2(г)). При последующем осаждении 2 нм GaAs появлялись рефлексы промежуточной реконструкции (рис. 2(д)), а затем, после добавления 2 нм GaAs, на поверхности образца А возникала реконструкция (4×2), что представлено на рис. 2(е). Таким образом, дифракционные картины на слое GaAs образца А в азимутах [110] и [1-10] “поменялись местами” относительно картин дифракции от исходной подложки (рис. 2(а)), что указывает на разворот слоя 5 (рис. 1) на прямой угол в плоскости подложки. В образце Б сразу возникала типичная для GaAs реконструкция (2×4), что свидетельствует об отсутствии разворота слоя 5.

Просвечивающая электронная микроскопия. Эффективным способом определения разворота кристаллической решетки в ГС является анализ дифракционных картин, полученных методом сходящегося пучка [7, 8]. В методе сходящегося пучка дифракционные картины представляют собой диски, характер распределения интенсивностей (узоров) в которых зависит как от элементного состава образца, так и от его кристаллографической ориентации (оси зоны) относительно направления электронного пучка.

В настоящей работе для выбора оптимальной оси зоны при определении взаимной ориентации кристаллических решеток в слоях GaAs проведено моделирование дифракционных картин в осях зоны [110], [210], [310] и [$\bar{1}$30]. Моделирование проводилось в программном пакете EMS с использованием формализма блоховских волн [9]. Расчет проводился при толщине образца 70 нм, длине камеры 465 мм и полуугле сходимости падающего пучка 3.46 мрад. Формирование расчетных дифракционных картин происходило с учетом возбуждения 22 дифрагированных пучков в оси зоны [110] и 24 пучков в осях зоны [210], [310] и [$\bar{1}$30].

Полученные расчетные дифракционные картины представлены на рис. 3(а)–(г), на которых видно, что в осях зоны [110] (рис. 3(а)) и [210] (рис. 3(б)) различия в узорах дисков типа 002 практически не проявлялись. Заметные различия наблюдались только в осях зоны [310] (рис. 3(в)) и [$\bar{1}$30] (рис. 3(г)). Например, на рис. 3(в) видно, что в диске 00$\bar{2}$ темные участки изображения в виде “острия” направлены в сторону центрального (проходящего) пучка, а в диске 002 – от центрального пучка. Для дифракционной картины в оси зоны [$\bar{1}$30], соответствующей развороту кристаллической решетки на 90° относительно направления [001], узоры в дисках изменялись так, что в диске 00$\bar{2}$ темные участки изображения, наоборот, становились направленными в сторону от центрального пучка, а в диске 002 – по направлению к центральному пучку (рис. 3(г)).

Экспериментальные дифракционные картины, представленные на рис. 4(а)–(г), получены в соответствии с результатами проведенного моделирования от слоев GaAs, расположенных в образцах типа А и Б над слоем Ge (слой 5, рис. 1) и под ним (слой 3, рис. 1). Из рис. 4(а)–(г) видно, что в дисках 002 и 00$\bar{2}$ выявляются характерные узоры, качественно совпадающие с узорами на расчетных дифракционных картинах.

Обсуждение. Характерные картины ДБЭ от поверхности Ge и, в частности, наблюдение регулярной структуры двойных ступеней (рис. 2(б)), свидетельствует о высокой чистоте поверхности после переноса образцов через атмосферу и последующего отжига в установке “ЦНА-25” для эпитаксии GaAs. Это дало возможность управлять зарожде-

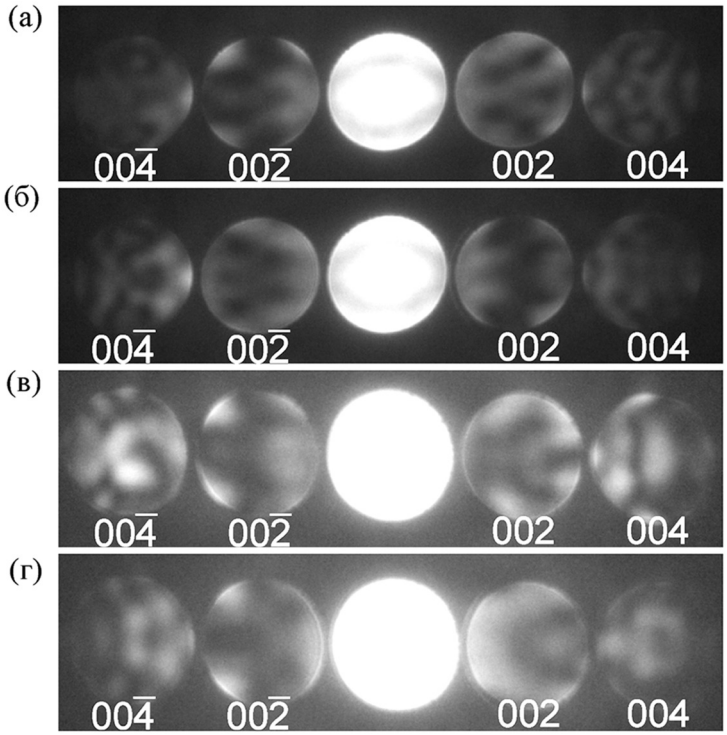

Рис. 4: *Экспериментальные дифракционные картины, (а) образец А, слой 5; (б) образец А, слой 3, (в) образец Б, слой 5, (г) образец Б, слой 3.*

нием слоя GaAs, что было продемонстрировано с помощью ДБЭ. На рис. 2(е) видно, что дифракционные картины от слоя GaAs (5, рис. 1) в азимутах [110] и [$\bar{1}$10] "поменялись местами" относительно картин дифракции от исходной подложки (рис. 2(а)), что указывает на разворот слоя на прямой угол в её плоскости. Т. к. формирование картин ДБЭ происходит в тонком поверхностном слое порядка нескольких параметров решётки, нельзя с полной уверенностью делать заключение относительно кристаллического строения более глубоких областей кристалла.

Проведенное ПЭМ исследование образца А подтвердило наше предположение о развороте в нём кристаллической решетки слоя 5 относительно слоя 3 на 90°. Из рис. 4(а) и рис. 4(б) видно, что по сравнению со слоем 3 в слое 5 вид узоров на дифракционных картинах изменился: их изображение в слое 5 стало зеркальным по отношению к слою 3. Более отчетливо эти изменения проявились на изображениях узоров в дисках 002 и 00$\bar{2}$. При этом в слое 5, также как и на картинах дифракции в методе ДБЭ, диски 002 и 00$\bar{2}$ "поменялись местами": диск 002 занял положение диска 00$\bar{2}$, и наоборот. Из сопоставления узоров на экспериментальных (рис. 4(а) и рис. 4(б)) и расчетных (рис. 3(в)

и рис. 3(г)) дифракционных картинах следует, что слой 3 соответствует оси зоны [310], а слой 5 – оси зоны [$\bar{1}$30].

В образце Б вид узоров в дисках 002 и 00$\bar{2}$, соответствующих слоям GaAs как над германием (слой 5, рис. 4(в)), так и под германием (слой 3, рис. 4(г)), не изменялся, что свидетельствовало об отсутствии разворота кристаллических решеток в этих слоях. Сопоставление экспериментальных изображений (рис. 4(в) и рис. 4(г)) с расчетными (рис. 3(в) и рис. 3(г)) указывало на то, что кристаллические решетки в обоих слоях, т. е. слой 3 и слой 5, соответствуют оси зоны [$\bar{1}$30].

Отметим, что выявленная в работе разная ориентация слоя 3 в образцах А и Б, как на рис. 4(б) и рис. 4(г), связана с тем, что образцы для электронно-микроскопических исследований оказались приготовлены во взаимно-перпендикулярных ориентациях. Однако это не повлияло на результаты работы, т. к. взаимная ориентация кристаллических решеток в слоях 3 и 5 выявлялась независимо для каждого образца.

Заключение. Методами ДБЭ и ПЭМ исследован процесс разворота слоя GaAs на Ge под прямым углом в плоскости подложки в ГС GaAs/Ge/GaAs, в которых слои GaAs и Ge выращены на разных установках, с переносом образцов через атмосферу. Наличие разворота кристаллической решетки в ГС, расположенной на слое германия, подтверждено обоими методами, что свидетельствует о перспективности применяемой технологии для выращивания темплейтов, используемых в технологии создания нелинейных элементов на основе регулярных доменных структур.

ЛИТЕРАТУРА

[1] L. A. Eyres, P. J. Tourreau, T. J. Pinguet, et al., Appl. Phys. Lett. **32**, 904 (2001).

[2] И. П. Казаков, В. И. Цехош, М. А. Базалевский, А. В. Клековкин, Краткие сообщения по физике ФИАН **44**(7), 3 (2017).

[3] И. П. Казаков, А. А. Пручкина, В. И. Цехош и др., Краткие сообщения по физике ФИАН **44**(8), 10 (2017).

[4] Р. Л. Волков, Н. И. Боргардт, В. Н. Кукин и др., Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. **9**, 94 (2011).

[5] Р. Л. Волков, Н. И. Боргардт, Д. Г. Громов, С. В. Дубков, Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон., No. 5, 63 (2018).

[6] Е. А. Емельянов, А. П. Коханенко, О. П. Пчеляков и др., ФТП **56**, 49 (2013).

[7] K. Marthinsen, T. Lindheim, R. Hoier, Acta Cryst. A **53**, 366 (1997).

[8] A. Roshko, M. D. Brubaker, P. T. Blanchard, et al., J. Mat. Res. **32**, 936 (2017).

[9] P. A. Stadelmann, Ultramicroscopy **21**, 131 (1987).

Поступила в редакцию 5 июня 2020 г.

После доработки 13 октября 2020 г.

Принята к публикации 14 октября 2020 г.