

СОЗДАНИЕ ГЕТЕРОСТРУКТУРЫ GaAlAs/GaAs МЕТОДОМ МОЛЕКУЛЯРНО-ЛУЧЕВОЙ ЭПИТАКСИИ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОСВЕННОГО КОНТРОЛЯ СКОРОСТИ РОСТА ПОКРЫТИЯ

А.В. Титушкин

atituhkin@bk.ru

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

Аннотация

Показано, что гетероструктура GaAlAs/GaAs, созданная с использованием метода контроля скорости роста покрытия с помощью поверочных зависимостей потока осаждаемого материала от температуры в эффузионных ячейках, обладает выраженными полупроводниковыми свойствами и имеет на границе гетероперехода двумерный электронный газ, что свидетельствует о высоком качестве изготовленного образца. Изучены возможности применения данного метода.

Ключевые слова

Молекулярно-лучевая эпитаксия, эффузионная ячейка, контроль скорости роста покрытия, полупроводниковые гетероструктуры, гетеропереход, двумерный электронный газ, метод Ван дер Пау, квантовый эффект Холла

Поступила в редакцию 02.08.2017

© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2017

При создании полупроводниковых гетероструктур методом молекулярно-лучевой эпитаксии крайне важно иметь возможность с высокой точностью контролировать скорость роста создаваемого покрытия. Для контроля процессов осаждения существует широкий выбор методов и устройств, однако наиболее удобным является метод контроля скорости роста покрытия с помощью поверочных зависимостей потока осаждаемого материала от температуры в эффузионных ячейках.

Гетероструктуры состоящие из чередующихся слоев полупроводников (III–V групп) являются перспективными объектами для исследований. Данный тип полупроводников лежат в основе большинства современных транзисторов, приборов квантовой электроники, лазеров, СВЧ-техники, электронной техники для систем связи, телекоммуникаций, вычислительных систем и светотехники. Гетеропереходом является контакт двух различных полупроводниковых покрытий, кристаллические решетки которых имеют общую периодичность и переходят одна в другую без явных дефектов [1].

Существует ряд методов осаждения тонких покрытий в вакууме. В современном производстве широкое применение нашли магнетронные распылительные системы [2], вакуумные-дуговые испарители [3–5], электронно-лучевые и терморезистивные испарительные источники. Однако в промышленности для полупроводников первые два метода не применяют, так как они не обеспечивают создание монокристаллических покрытий.

Создание монокристаллических гетероструктур осуществляется методом физического осаждения на установках молекулярно-лучевой эпитаксии

(МЛЭ). При работе на установке необходимо учитывать множество параметров, уменьшающих вероятность образования дефектов и позволяющих получать качественные монокристаллические структуры. Такими параметрами являются глубина вакуума, температура подложки, скорость осаждения, соответствие размеров кристаллической решетки осаждаемых материалов [6]. Скорость роста и качество покрытия традиционно контролируется с помощью технологии RHEED (дифракция быстрых электронов на отражении). Данное устройство дорогостоящее и требует сложной системы автоматизации. Но существует альтернативный метод, основанный на использовании зависимостей потока осаждаемых частиц от температуры в ячейках. Данный метод прост и легко реализуем, однако требует экспериментального подтверждения.

Целью данной работы было создание полупроводниковой гетероструктуры на установке молекулярно-лучевой эпитаксии с применением косвенного контроля скорости роста покрытия, без применения устройства RHEED. Контроль скорости роста осуществлялся с помощью зависимостей потоков рабочих материалов от температуры ячеек.

Этапы создания покрытия. Для подтверждения корректности косвенного метода контроля скорости роста покрытия была создана гетероструктура, состоящая из чередующихся слоев GaAs/GaAlAs. Осаждение производилось на подложку GaAs диаметром 50,8 см, толщиной 400 мкм и ориентацией кристаллической решетки (110). Рост покрытия производился на установке МЛЭ, разработанной компанией Varian (Германия, Гархинг, Институт Вальтера Шоттки) (рис. 1).

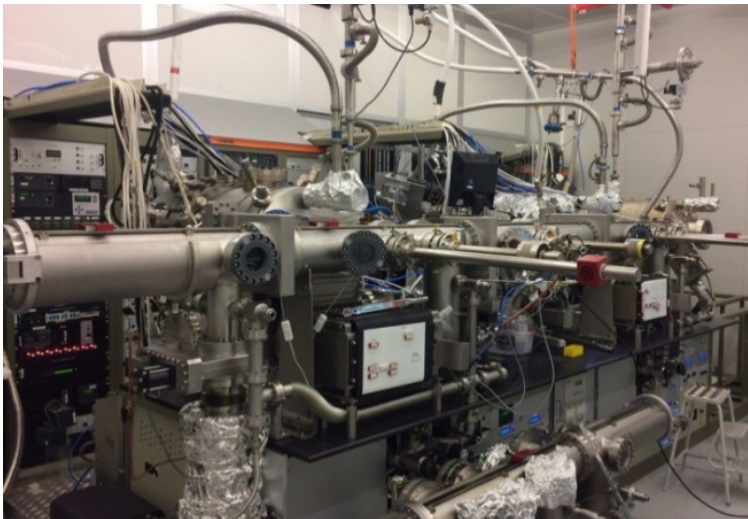


Рис. 1. Установка МЛЭ производства Varian, Германия

Для нанесения покрытия подготовленную и очищенную подложку GaAs установили на вращающийся подложкодержатель. Образец нагревали до 700 °С для избавления от поверхностных окислов. Рост покрытия осуществлялся при

той же температуре подложки. Остаточное давление в вакуумной камере составляло 10^{-9} Па. Процессы испарения рабочих материалов запустили при следующих значениях температур в ячейках Кнудсена: Ga — галлий 900 °С, Al — алюминий 1000 °С, Si — кремний 1300 °С, As — мышьяк 370 °С. Поток атомов, осаждаемых на подложку определяется температурой рабочего вещества в ячейках.

Для расчета времени необходимого для роста покрытия определенной толщины, использовали поверочные зависимости потока вещества от температуры ячеек (рис. 2) [7]. После составления зависимостей были созданы эталонные образцы для определения соотношения скорости роста покрытия от потока осаждаемого вещества. Скорость роста покрытия также может определяться системой, основанной на эффекте дифракции быстрых электронов, отслеживающей формирование монослоев покрытия.

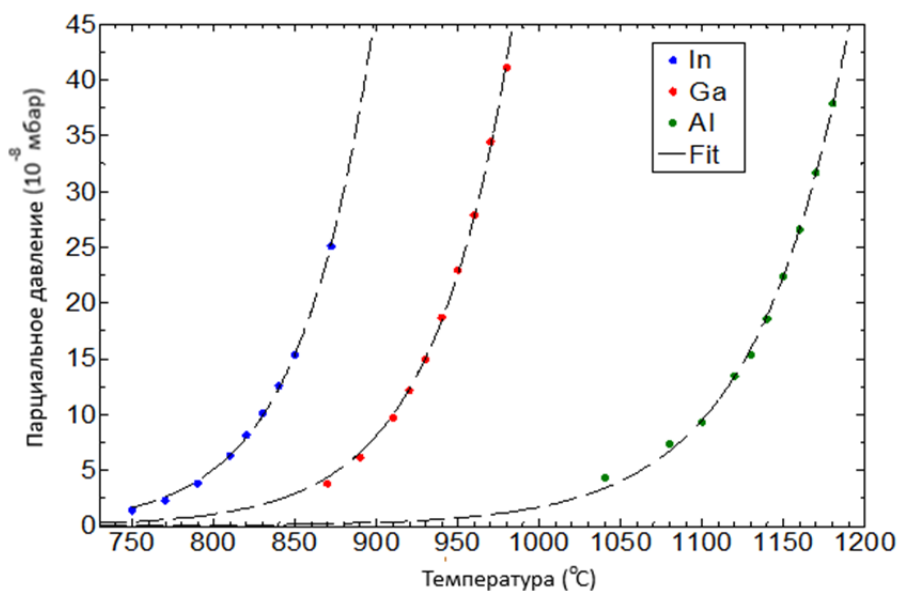


Рис. 2. Зависимости потока испаряемого материала от его температуры до создания гетероструктуры

За эквивалент потока частиц приняли значение парциального давления, которое определяется ионизационным вакуумметром, установленным с обратной стороны от подложки на подложкодержателе. При повороте головки подложкодержателя на 180° вакуумметр оказался на месте подложки. Он измеряет непосредственный поток частиц. По мере выработки материала в эффузионных ячейках, проводили повторное составление поверочных зависимостей.

По известным зависимостям рассчитали время нанесения покрытия и температуры ячеек, необходимые для создания многослойной гетероструктуры GaAlAs/GaAl (табл.). Отметим, что программа автоматически управляет движениями, прикрывающими апертуру ячеек.

Таблица 1

Протокол рабочих характеристик установки МЛЭ при создании гетероструктуры GaAlAs/GaAs

Слой	Материал	Толщина слоя, нм	Время роста, с	Температура подложки (термопара) $T, ^\circ\text{C}$	Температура подложки (пирометр) $P, ^\circ\text{C}$	Частота САР, мин-1	Ga – скорость осаждения, $\text{\AA}/\text{с}$	Ga – температура $T, ^\circ\text{C}$	Al – скорость осаждения, $\text{\AA}/\text{с}$	Al – температура $T, ^\circ\text{C}$	Si – ток I, A	Si – напряжение U_B	p Ext, мбар	Примечания
1	GaAs	50	294	—	—	5	1,70	952,8	0,8	1102,1	—	—	3,3E-8	GaAs основание, 500 \AA
2	GaAlAs	7,92	32	540	515	5	1,70	952,8	0,8	1102,1	—	—	3,3E-8	20 слоев GaAlAs, Ga _{0,68} Al _{0,32} As, 79,24 \AA
3	GaAs	2,26	13	539	515	5	1,70	952,8	0,8	1102,1	—	—	3,3E-8	20 слоев GaAs, 22,64 \AA
4	GaAs	300	1765	532	505	5	1,70	952,8	0,3	1051,4	—	—	3,4E-8	GaAs буфер, 3000 \AA
5	GaAlAs	20	100	540	514	5	1,70	952,8	0,3	1051,4	—	—	3,4E-8	Ga _{0,85} Al _{0,15} As, 200 \AA , скорость роста 2,00 $\text{\AA}/\text{s}$
6	Si	—	120	538	509	5	1,70	952,8	0,3	1051,4	13,0	7,00	3,4E-8	Si – дельта легирование
7	GaAlAs	60	300	541	511	5	1,70	952,8	0,3	1051,4	—	—	3,6E-8	Ga _{0,85} Al _{0,15} As, 600 \AA , скорость роста 2,00 $\text{\AA}/\text{s}$

Исследование свойств полученной гетероструктуры. На рис. 3 представлено изображение гетероструктуры, полученное с помощью сканирующего гелий-ионного микроскопа (СГИМ). Для визуализации гетероструктуры, исследуемый образец раскололи вдоль направления (110) кристаллической решетки. Таким образом, получили однородный слом всех слоев. Образец закрепили в вертикальном положении так, чтобы ионный пучок оказался перпендикулярен исследуемой поверхности. Из рисунка видно, что полученная гетероструктура не имеет выраженных дефектов. Разная контрастность слоев GaAs и GaAlAs обусловлена разной скоростью окисления на поверхности материала. Процесс окисления приводит к формированию слоев окислов разной толщины [8].

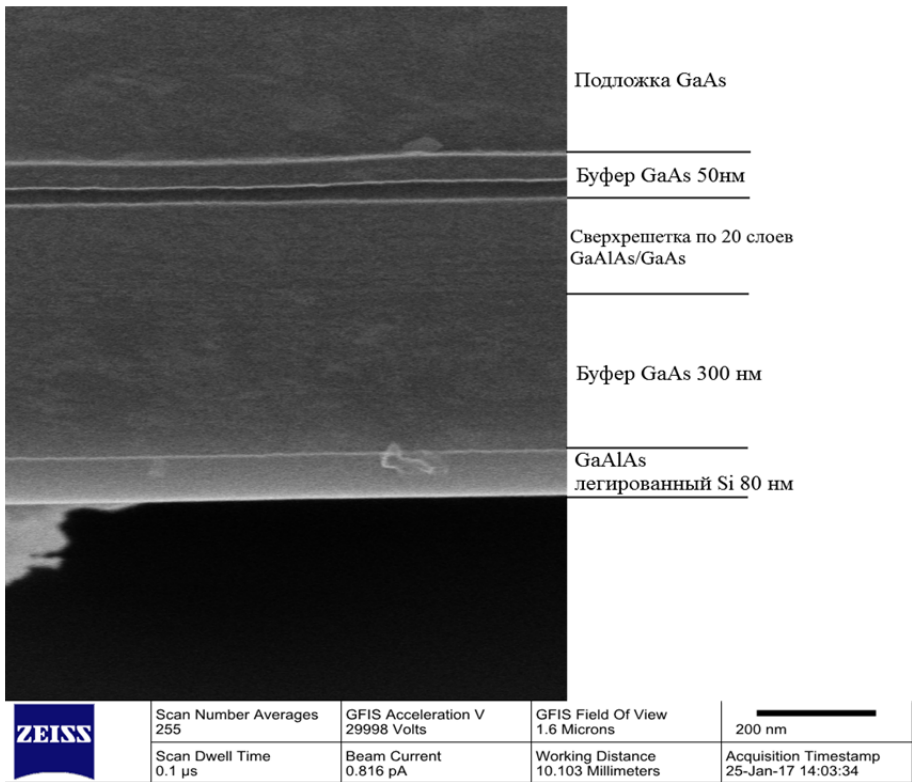


Рис. 3. Изображение гетероструктуры GaAlAs/GaAs, полученное с помощью СГИМ

Определение основных физических свойств гетероструктуры (Холловской подвижности, концентрации двумерного электронного газа, коэффициента Холла) производили методом Ван дер Пау [9]. Метод основан на четырехзондовом измерении величины удельного сопротивления и коэффициента Холла двумерного проводящего материала.

Для определения сопротивления пластины (рис. 4) между контактами 1 и 2 пропускали ток заданной величины I_{12} , а между контактами 3 и 4 измеряли падение напряжения U_{24} . Затем схема подключения меняли: ток пропускали между контактами 1 и 4, а напряжение измеряли между контактами 2 и 3.

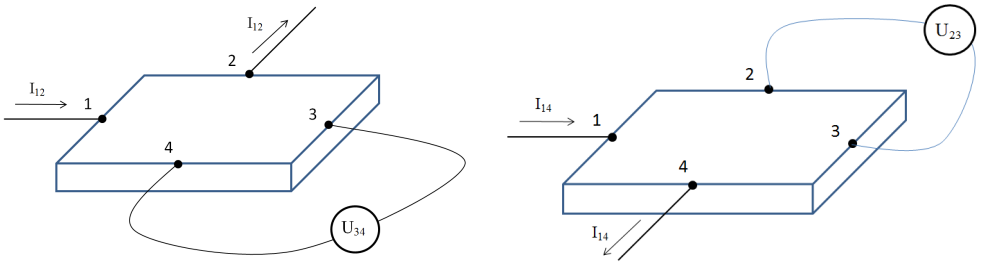


Рис. 4. Определение удельного сопротивления пластины методом Ван дер Пау:
 слева — ток пропущен между контактами 1 и 2, справа — между контактами 1 и 4

По полученным значениям тока и напряжения определяли сопротивление пластины R_{12-34} и R_{14-23} .

$$R_{12-34} = U_{34} / I_{12}; \tag{1}$$

$$R_{14-23} = U_{23} / I_{14}. \tag{2}$$

Величины R_{12-34} и R_{14-23} связаны между собой уравнением (3):

$$\exp\left(\frac{-\pi R_{12-34}}{\rho}\right) + \exp\left(\frac{-\pi R_{14-23}}{\rho}\right) = 1, \tag{3}$$

где ρ — удельное поверхностное сопротивление.

Решение уравнения (3) относительно удельного поверхностного сопротивления ρ имеет вид:

$$\rho = \frac{f\pi d}{2\ln 2} (R_{12-34} + R_{14-23}), \tag{4}$$

где f — поправочный коэффициент, зависящий от отношения R_{12-34}/R_{14-23} (табл. 2) [10].

Значение поправочного коэффициента для трансцендентной формулы Ван дер Пау

f	$R_{12-34} \setminus R_{14-23}$
1,0.....	1
0,95.....	2
0,81.....	5
0,69.....	10
0,59.....	20
0,46.....	50
0,4.....	100
0,34.....	200
0,29.....	500
0,25.....	1000

Для определения удельного сопротивления гетероструктуры методом Ван дер Пау от исследуемого образца была отломлена пластинка квадратной формы с размером ребра 8–10 мм. Для создания контактов, по периметру пластины с помощью алмазного резака сделали микроскопические пазы, в которые впаивали индиевые контакты. Подключив к этим контактам источник тока и вольтметр, согласно методике описанной выше, были получены значения, представленные ниже.

Таблица 2

Экспериментальные данные

Параметры	Ток I , мА	Напряжение U , мВ	Сопротивление R , Ом	Коэффициент f
$I_{1-2}; U_{3-4}$	100	690	6,9	200
$I_{1-4}; U_{2-3}$	100	1900	19	

Определение коэффициента Холла. Для определения коэффициента Холла использовали скрещенная схема подключения контактов. Ток пропускали между контактами 1 и 3, измеряли напряжение между контактами 2 и 4 (рис. 5). При наложении перпендикулярного магнитного поля \vec{B} сопротивление пластины изменится на величину ΔR_{13-24} (Холловское сопротивление). Коэффициент Холла определяли по формуле:

$$R_H = \frac{U_{24}}{I_{13}} \frac{d}{B} = \Delta R_{13-24} \frac{d}{B}, \tag{5}$$

где d — толщина пластины.

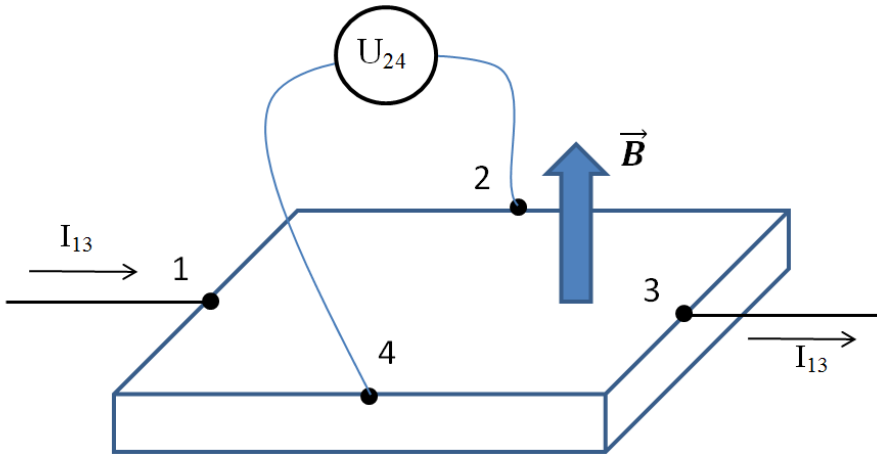


Рис. 5. Измерение параметра Холла методом Ван дер Пау

Образец с закрепленными контактами, поместили в сосуд Дьюара с жидким Гелием при температуре 4 К. На границе гетеперехода при данной температуре образовался двумерный электронный газ (2DEG). Внутри камеры с помощью катушки создано магнитное поле перпендикулярное плоскости образца. Изменяя значение индукции магнитного поля, получены значения напряжения меж-

ду контактами 2 и 4. Холловскую подвижность зарядов определяли из соотношения:

$$\mu_H = \frac{R_H}{\rho} = \frac{\Delta R_{13-24} \frac{d}{B}}{\frac{f\pi d}{2\ln 2} (R_{12-34} + R_{14-23})} = 10^4 \frac{2\Delta R_{13-24}}{B(R_{12-34} + R_{14-23})f} = 227,4. \quad (6)$$

Концентрацию двумерного газа нашли из выражения:

$$n = \frac{2,49 \cdot 10^{19}}{\mu_H (R_{12-34} + R_{14-23})f} = 2,11 \cdot 10^{13}. \quad (7)$$

Указанные значения соответствуют значениям характерным для гетероструктур, полученным традиционными методами контроля роста покрытия [10]. Используя формулу (5), построили зависимость коэффициента Холла от индукции магнитного поля (рис. 6).

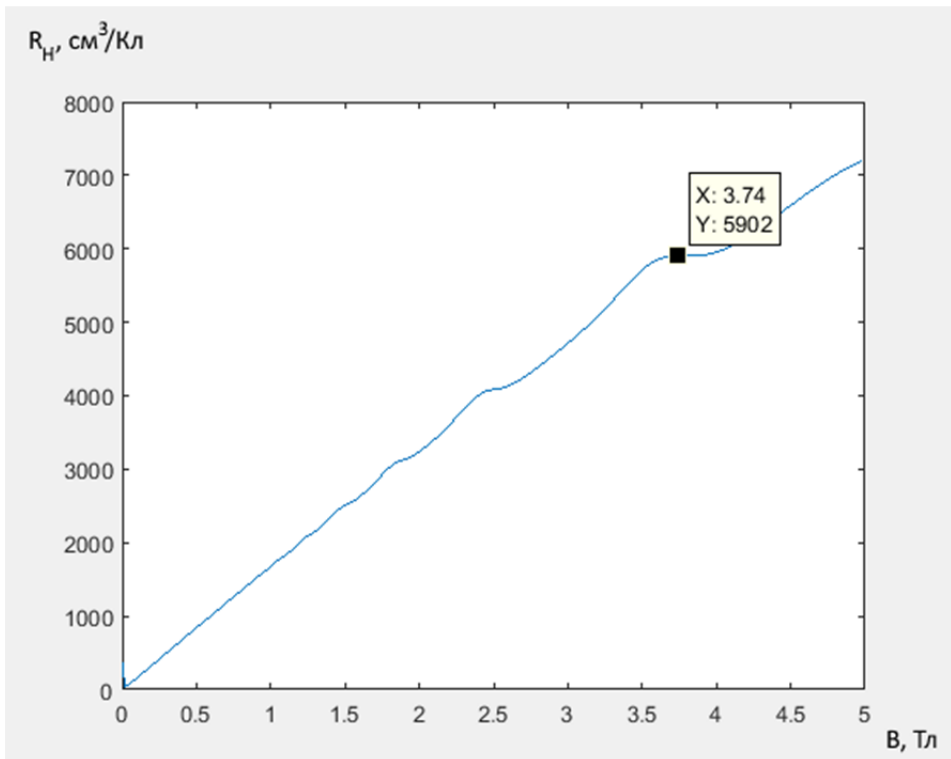


Рис. 6. Зависимость коэффициента Холла от индукции магнитного поля

Пологие участки на графике свидетельствуют о наличии квантового эффекта Холла, а значит о присутствии 2DEG, также о высоком качестве изготовленной полупроводниковой гетероструктуры [11, 12].

Выводы. Созданная гетероструктура обладает ярко выраженными полупроводниковыми свойствами. Наличие 2DEGгаза свидетельствует о высоком качестве изготовленной гетероструктуры. Таким образом, можно сделать вывод, что использование нормированных зависимостей потока частиц от температуры является эффективным методом определения скорости роста монокристаллических полупроводниковых покрытий на установке МЛЭ.

Литература

- [1] Шиялев П.А., Павлов Д.А. *Полупроводниковые гетероструктуры: гетеропереход*. Нижний Новгород, Нижегородский госуниверситет, 2009, 18 с.
- [2] Духопельников Д.В. *Магнетронные распылительные системы. Ч. 1. Устройство, принципы работы, применение*. Москва, Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014, 55 с.
- [3] Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Рязанов В.А., Вин Н.С. Оптимизация траектории движения катодного пятна для повышения равномерности выработки катода вакуумного дугового испарителя. *Инженерный журнал: наука и инновации*, 2013, № 10(22). URL: <http://engjournal.ru/catalog/machin/plasma/1042.html>.
- [4] Духопельников Д.В., Жуков А.В., Костин А.А., Юрченко А.А. Управление движением катодного пятна в линейных вакуумно-дуговых испарителях. *Упрочняющие технологии и покрытия*, 2005, № 11, с. 45–49.
- [5] Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Марахтанов М.К., Воробьев Е.В., Булычев В.С. Вакуумная дуга на поликристаллическом кремниевом катоде. *Наука и Образование: научное издание*, 2014, № 11. URL: <http://technomag.bmstu.ru/doc/748209.html>.
- [6] Rajan A. *MBE growth, processing and stability of Zinc blende MgS based heterostructures*. Heriot-Watt University, 2013, 262 p.
- [7] Frigeri P., Seravalli L., Trevisi G., Franch S. Molecular beam epitaxy: an overview. *Comprehensive Semiconductor Science and Technology*, 2011, vol. 3, pp. 480–522.
- [8] Анкудинов А.В., Евтихийев В.П., Токранов В.Е., Улин В.П., Титков А.Н. Нанорельеф окисления поверхности скола решетки чередующихся гетерослоев Ga_{0,7}Al_{0,3}As и GaAs. *Физика и техника полупроводников*, 1999, т. 33, № 5, с. 594–597.
- [9] Бурлаков Р.Б. Ограничение геометрии образцов для измерения удельного сопротивления методом Ван дер Пау. *Вестник Омского университета*, 2016, № 2, с. 28–31.
- [10] Груздов В.В., Колковский Ю.В., Концевой Ю.А. *Контроль новых технологий в СВЧ электронике твердотельной*. Москва, Техносфера, 2016, 328 с.
- [11] Павлов Д.А., Планкина С.М., Кудрин А.В. *Эффект холла: практикум*. Нижний Новгород, Нижегородский госуниверситет, 2013, 24 с.
- [12] Брандт Н.Б., Кульбачинский В.А., Лукьянов Е.А., Медведев Б.К., Мокеров В.Г., Чудинов С.М. Квантовый эффект Холла в гетероструктурах GaAs-Alx Ga1-xAs с высокой подвижностью. *Поверхность: Физика, химия, механика*, 1988, № 5, с. 79–84.

Титушкин Алексей Васильевич — студент кафедры «Высокотехнологические плазменные и энергетические установки», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация.

Научный руководитель — Е.В. Воробьев, ассистент кафедры «Высокотехнологические плазменные и энергетические установки», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация.

DEVELOPING THE GAALAS/GAAS HETEROSTRUCTURE BY MEANS OF THE MOLECULAR-BEAM EPITAXY METHOD USING THE INDIRECT CONTROL OF THE COATING GROWTH RATE

A.V. Titushkin

atituhkin@bk.ru

Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation

Abstract

It is shown, that the heterostructure GaAlAs/GaAs developed with the use of coating growth rate controlling method by means of the verifying dependencies of the deposited material flow on the temperature in the effusion cells possesses clear-cut semiconducting properties and has two-dimension electron gas at the boundary of heterojunction, which is indicative of the manufactured sample high quality. The feasibility of this method application has been analyzed.

Keywords

Molecular-beam epitaxy, effusion cell, coating growth rate control, semiconducting heterostructures, heterojunction, two-dimension electron gas, Van der Pauw method, quantum Hall effect

© Bauman Moscow State Technical University, 2017

References

- [1] Shilyaev P.A., Pavlov D.A. Poluprovodnikovye geterostruktury: geteroperekhod [Semiconductor heterostructures: heterojunction]. Nizhniy Novgorod, UNN publ., 2009, 18 p.
- [2] Dukhopel'nikov D.V. Magnetronnye raspylitel'nye sistemy. Ch. 1. Ustroystvo, printsipy raboty, primeneniye [Magnetron sputtering systems. P. 1. Arrangement, working principles, application]. Moscow, Bauman Press, 2014, 55 p.
- [3] Dukhopel'nikov D.V., Kirillov D.V., Ryazanov V.A., Vin N.Ch. Cathode spot path optimization to increase cathode uniform excavation of vacuum arc vaporizer. *Inzhenernyy zhurnal: nauka i innovatsii* [Engineering Journal: Science and Innovation], 2013, no. 10(22). Available at: <http://engjournal.ru/catalog/machin/plasma/1042.html>.
- [4] Dukhopel'nikov D.V., Zhukov A.V., Kostin A.A., Yurchenko A.A. Control on cathode spot motion in linear vacuum-arc evaporators. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya* [Strengthening Technologies and Coatings], 2005, no. 11, pp. 45–49.
- [5] Dukhopel'nikov D.V., Kirillov D.V., Marakhtanov M.K., Vorob'yev E.V., Bulychev V.S. Vacuum arc on the polycrystalline silica cathode. *Nauka i obrazovanie: nauchnoe izdanie* [Science and Education: Scientific Publication], 2014, no. 11. Available at: <http://technomag.bmstu.ru/doc/748209.html>.
- [6] Rajan A. MBE growth, processing and stability of Zinc blende MgS based heterostructures. Heriot-Watt University, 2013, 262 p.
- [7] Frigeri P., Seravalli L., Trevisi G., Franch S. Molecular beam epitaxy: an overview. *Comprehensive Semiconductor Science and Technology*, 2011, vol. 3, pp. 480–522.
- [8] Ankudinov A.V., Evtikhiev V.P., Tokranov V.E., Ulin V.P., Titkov A.N. Nanorelief of an oxidized cleaved surface of a grid of alternating Ga_{0.7}Al_{0.3}As and GaAs heterolayers. *Fizika i tekhnika poluprovodnikov*, 1999, vol. 33, no. 5, pp. 594–597. (Eng. version: *Semiconductors*, 1999, vol. 33, no. 5, pp. 555–558.)
- [9] Burlakov R.B. Limitations of sample geometry for the resistivity measurements by Van der Pauw method. *Vestnik Omskogo universiteta* [Herald of Omsk University], 2016, no. 2, pp. 28–31.

- [10] Gruzdov V.V., Kolkovskiy Yu.V., Kontsevoy Yu.A. Kontrol' novykh tekhnologiy v tverdotel'noy SVCh elektronike [New technologies control in solid SHF electronics]. Moscow, Tekhnosfera publ., 2016, 328 p.
- [11] Pavlov D.A., Plankina S.M., Kudrin A.V. Effekt kholla: praktikum [Hall effect: practicum]. Nizhniy Novgorod, UNN publ., 2013, 24 p.
- [12] Brandt N.B., Kul'bachinskiy V.A., Luk'yanov E.A., Medvedev B.K., Mokerov V.G., Chudinov S.M. Quantum Hall effect in GaAs-Alx Ga1-xAs high mobility heterostructures. *Poverkhnost': Fizika, khimiya, mekhanika*, 1988, no. 5, pp. 79–84.

Titushkin A.V. — student, Plasma and Power Plants of Department, Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation.

Scientific advisor — Vorob'ev E.V., Assistant Lecturer of Plasma and Power Plants Department, Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation.