

**УЧРЕЖДЕНИЕ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ АКАДЕМИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
НАУЧНО-ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР НАНОТЕХНОЛОГИЙ РАН**

Рост GaAs методом МПЭ.  
Реконструкция поверхности, дифракция быстрых отраженных  
электронов, осцилляции ДБОЭ.

*Методические указания по исследовательской работе*

Санкт-Петербург  
2010

## Оглавление

Цель работы .....	3
Задачи .....	3
Основные закономерности дифракции быстрых электронов.....	4
Основные принципы дифракции.....	4
Дифракция быстрых электронов .....	6
Выводы к введению. ....	11
Мониторинг технологического процесса роста эпитаксиальных слоев методом ДБОЭО.....	12
Реконструкции поверхности в процессе МПЭ .....	12
Реконструкции поверхности, наблюдаемые при МПЭ GaAs(001).....	14
Влияние отжига образца .....	<b>Ошибка! Закладка не определена.</b>
Применение метода ДБОЭО для определения скорости роста МПЭ.....	20
Порядок выполнения работы .....	25
Выводы .....	25
Список литературы.....	26

## Цель работы

В ходе проведения лабораторной работы происходит ознакомление с установкой молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ), а также с системой *in-situ* контроля роста наноструктур — дифракции быстрых отраженных электронов (далее ДБОЭ).

**Целью** данной работы является изучение реконструкций поверхности образца в процессе роста с помощью системы ДБОЭ и их изменения под влиянием условий МПЭ роста, а также исследование кинетики МПЭ роста.

**Исследуемый образец** – GaAs подложка, прошедшая процедуру отжига.

**Исследуемый процесс** – гомоэпитаксиальный МПЭ рост GaAs

## Задачи

- Получить картины дифракции быстрых электронов.
- Наблюдение фазовых переходов: смены реконструкции поверхности в направлении [110] с (2x4) для As-обогащенной поверхности на (4x2) для Ga-обогащенной поверхности через переходное состояние (3x1) при различных режимах роста (температура образца  $T_{обр}$ , соотношение потоков As/Ga).
- На основе анализа картин ДБОЭ определить при обогащении каким элементом находится поверхность GaAs при различных режимах роста и построить фазовую диаграмму реконструкций (As/Ga от  $T_{обр}$ )
- Определить скорости роста тестового образца GaAs для различных условий роста.
- Построить график зависимости осцилляций интенсивности отраженного электронного пучка ДБОЭ (specular spot) от условий роста (поток Ga, соотношение As/Ga,  $T_{обр}$ ).

## Основные закономерности дифракции быстрых электронов

### Основные принципы дифракции

Дифракция волны (лат. diffractus — разломанный, переломанный) — явление отклонения распространения волны от законов геометрической оптики. Первоначально это понятие относилось только к огибанию волной препятствия, но в современном, более широком толковании, с дифракцией связывают весьма широкий круг явлений, возникающих при распространении волн в неоднородных средах.

Дифракция волны наблюдается независимо от природы волны и может проявляться:

- в преобразовании её пространственной структуры. В одних случаях такое преобразование можно рассматривать как «огибание» волной препятствия, в других случаях — как расширение угла распространения волнового пучка или отклонение волнового пучка в определенном направлении;

- в разложении волны по её частотному спектру;

- в преобразовании поляризации волны;

- в изменении фазовой структуры волны.

Дифракционные эффекты зависят от соотношения между длиной волны и характерным размером неоднородностей среды либо неоднородностей структуры самой волны. Наиболее сильно они проявляются при размерах неоднородностей сравнимых с длиной волны. При размерах неоднородностей существенно превышающих длину волны (на 3-4 порядка и более), явлением дифракции, как правило, можно пренебречь. В последнем случае распространение волны с высокой степенью точности описывается законами геометрической оптики. С другой стороны, если размер неоднородностей среды много меньше длины волны, то в таком случае вместо дифракции часто говорят о явлении рассеяния волны.

В кристаллах атомы упорядоченно организованы в регулярно повторяющуюся геометрическую структуру, которую принято называть кристаллической решеткой. Одна из задач физики твердого тела — выявить структуру кристаллов. Для этого

обычно используется метод, основанный на законе, который был открыт У. Л. Брэггом совместно с его отцом.

Когда луч падает на кристалл, каждый атом становится центром испускания вторичной волны Гюйгенса. Сам кристалл можно разбить на набор параллельных плоскостей, определяемых атомной структурой решетки. Вторичные дифракционные волны в общем случае взаимно усиливаются не будут, за исключением тех случаев, когда они попадают в точку наблюдения (на экран или приемник) со сдвигом по фазе, равным целому числу длин волн. Это условие, определяющее пики интенсивности дифракционной картины, можно записать следующим образом:

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

где  $d$  — расстояние между параллельными плоскостями кристаллической решетки,  $\theta$  — угол рассеяния рентгеновских лучей,  $\lambda$  — длина волны рентгеновских лучей, а  $n$  — целое число (порядок дифракции). При  $n = 1$  наблюдается пик взаимного усиления волн дифракции на атомах, удаленных друг от друга на одну длину волны, при  $n = 2$  — второй пик дифракции (разность хода составляет две длины волны) и т. д.

Это условие, известное теперь как закон Брэгга, говорит нам, что при данных длинах волн излучение усиливается под определенными углами рассеяния, и по этим углам отклонения мы можем рассчитать расстояние между плоскостями кристаллической решетки. Каждой из таких плоскостей будет соответствовать пик яркости рентгеновских лучей на дифракционной картине при соблюдении условия Брэгга.

Поэтому при облучении кристалла сфокусированным электронным пучком на выходе мы получаем рассеянный в результате дифракции луч с выраженными пиками яркости. По углам отклонения пиков яркости от направления исходного луча рассчитывают расстояния между атомами кристаллической решетки.

## Дифракция быстрых электронов

Система дифракции быстрых отраженных электронов (ДБОЭ) является основным методом исследования "*in situ*" ростовой поверхности при молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) и используется для решения широкого круга задач:

- определение механизма роста эпитаксиального слоя (двумерный послойный или трехмерный островковый механизмы роста эпитаксиального слоя);
- контроль шероховатости поверхности растущей пленки;
- контроль стехиометрического состояния и реконструкции поверхности;
- измерение скорости роста и химического состава пленки.

Метод дифракции быстрых электронов основан на вышеуказанных принципах дифракции. Картина дифракции быстрых отраженных электронов на (ДБОЭ) является результатом проявления двух различных типов дифракционных процессов. Первый, связанный с одноактовым упругим рассеянием падающих на поверхность электронов, является процессом *кинематического* рассеяния. Вторым, связанный с многоактовым рассеянием, когда электроны теряют часть своей энергии из-за взаимодействия с образцом, является процессом *динамического* рассеяния. Обычно, при анализе особенностей дифракционных картин, используют результаты дифракции кинематически рассеянных электронов. Именно они ответственны за образование на ДБОЭ картине рефлексов (точечных, тяжей, круговых) высокой интенсивности. Анализ данных, связанных с результатами динамического рассеяния, требует применения сложных моделей и громоздких вычислений, однако позволяет получить количественную информацию о структуре приповерхностного слоя, а также о механизмах взаимодействия электронов с кристаллической решеткой образца.

Как и было указано выше, закон Брэгга может быть записан в виде

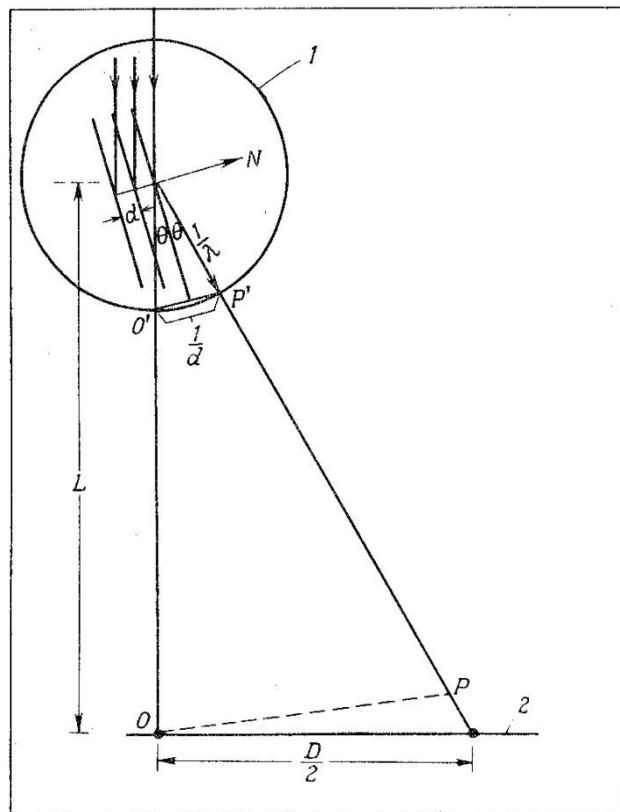
$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda$$

где  $d_n$  - расстояние между плоскостями,  $\theta$  - угол падения,  $\lambda$  - длина волны де Бройля электрона:

$$\lambda[A] = \sqrt{\frac{150}{V[B]}}$$

Ускоряющее электроны напряжение  $V$  лежит в пределах 15-30 кВ, что соответствует длинам волн 0,1-0,07 А (нижняя граница напряжений обусловлена недостаточной яркостью, верхняя- вредностью высокоэнергетического излучения для глаз) [1]

Связь между расположением атомов и наблюдаемой дифракционной картиной на флуоресцирующем экране лучше всего иллюстрирует рис. 1 [1]



**Рис. 1.** Интерпретация картин дифракции быстрых электронов: 1- сфера Эвальда, 2- экран.

Связь может быть записана в виде

$$d_{hkl} = \frac{2\lambda L}{D}$$

где  $L$ - расстояние между подложкой и флуоресцентным экраном (постоянное для данной установки), а  $D$ - удвоенное расстояние между дифракционными точками на экране. Это позволяет определять расстояния между атомными плоскостями путем измерения расстояния между дифракционными точками.

Расположение атомов на поверхности отличается от расположения этих атомов в аналогичной плоскости в объеме, так как на поверхности изменяется период кристаллической решетки - реконструкция поверхности.

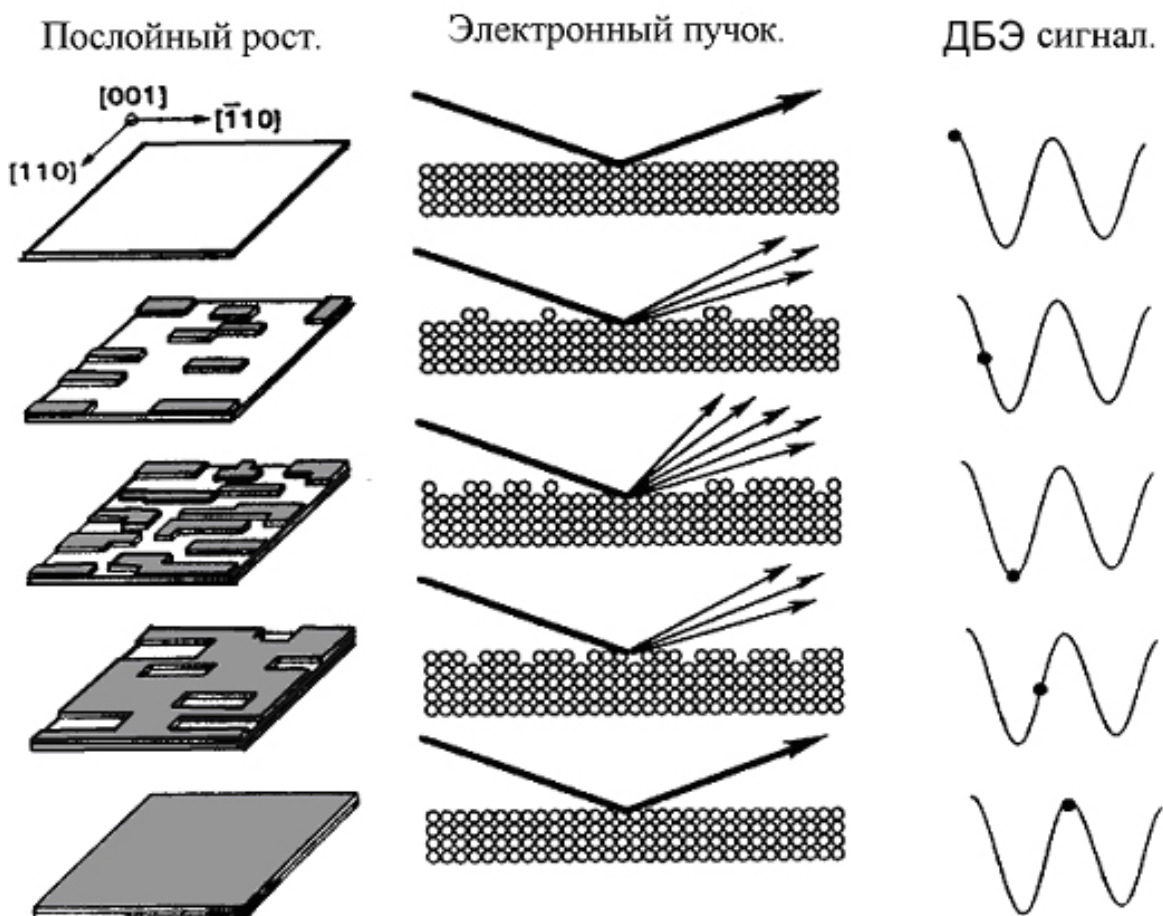
По изменениям дифракционной картины, обусловленным переходом от реконструкции поверхности, стабилизированной атомами металла, к поверхности, стабилизированной металлоидными атомами или наоборот, можно судить о достижении условий, при которых имеет место приблизительное равенство интенсивностей эффективных потоков, попадающих на подложку и принимающих участие в росте. Анализируя дифракционную картину можно также оценить температуру подложки. Так, например, известно, что при использовании подложек GaAs естественный оксид десорбируется при  $T = 560\text{—}600^\circ\text{C}$ , при этом на дифракционной картине рефлексы становятся более четкими или быстро проявляются, если слой оксида был достаточно толстым.

Также метод ДБОЭ позволяет измерять скорость роста, основываясь на осцилляционном характере изменения интенсивности любой дифракционной особенности, в первую очередь, отраженного луча (*specular spot*) при двумерном послойном росте (механизм Франка-ван дер Мерве), который наблюдается в случае малого рассогласования периодов решеток. Процесс формирования осцилляций схематически проиллюстрирован на рис. 2.

Период осцилляций в точности соответствует выращиванию одного монослоя соединения, т.о. обеспечивая возможность *in situ* контроля толщины выращиваемого слоя на атомарном уровне. Точная форма и фаза осцилляций зависят от условий дифракции, максимумы соответствуют завершению образования полного монослоя



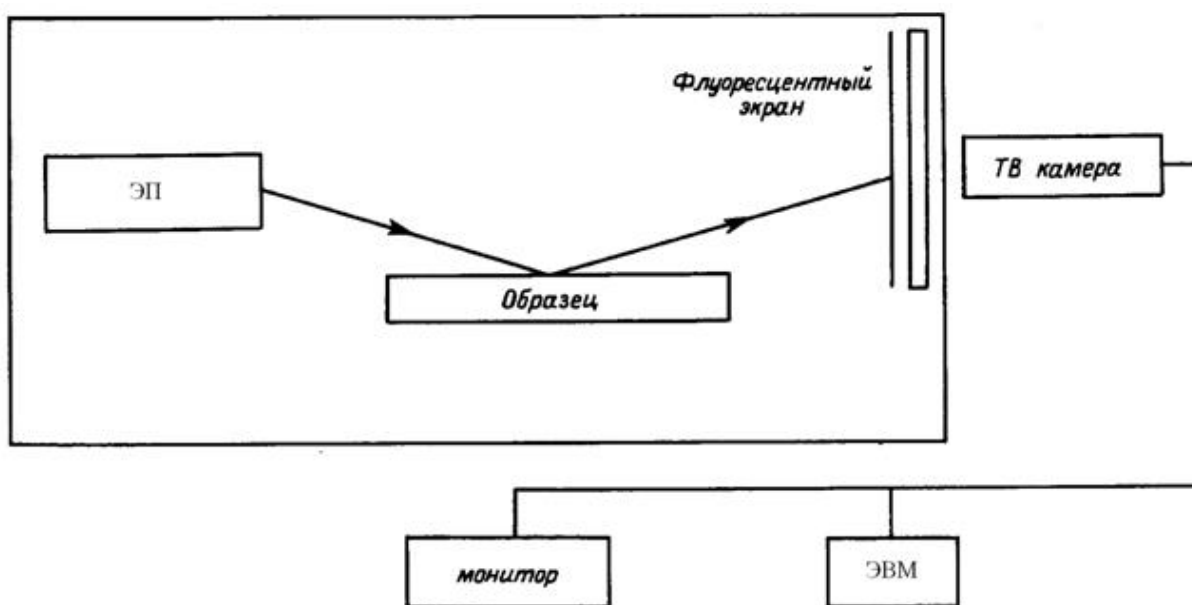
только в ограниченном диапазоне условий, при которых механизм рассеяния первичного луча на ступенях роста является доминирующим. Осцилляции соответствуют периодическому изменению плотности ступеней, образующихся при случайном соединении относительно слабо подвижных адатомов с их последующим разрастанием и коалесценцией с образованием монослоя соединения. Интенсивность отраженного электронного пучка максимальна в случае гладкой поверхности (минимальная плотность ступеней) и минимальна при половинном заполнении поверхности (максимальная плотность ступеней). При высоких температурах роста адатомы более подвижны и рост идет по механизму достраивания ступеней, образующих vicinalные плоскости. При этом заметного изменения плотности ступеней на поверхности в процессе выращивания монослоя не происходит, и осцилляции не наблюдаются.



**Рис. 2.** Формирование осциллирующей интенсивности отраженного пучка при дифракции быстрых электронов.

Важно отметить, что система ДБОЭ не должна быть задействована в течение всего процесса роста, поскольку она может создать избыточные водяные пары и другие загрязнения. Слишком большой поток электронов может даже полимеризовать остаточные углеводородные газы или водяные пары, приводя к углеродному загрязнению подложки или адсорбции оксидов, называемой электронно-стимулированной адсорбцией. Формирование оксидов, в свою очередь, создает места для аккумуляции атомов металла (Ga) и соответственно к формированию макро-дефектов («овальные дефекты»).

Структурная схема регистрации картин ДБОЭ представлена на рис. 3.



**Рис. 3.** Структурная схема системы регистрации дифракционных изображений. ЭП- электронная пушка.

В состав комплекса входят видеокамера, монитор и компьютер. Управление комплексом производится с помощью программного обеспечения.

### **Выводы к введению.**

1. По изменениям дифракционной картины, обусловленным переходом от реконструкции поверхности, стабилизированной атомами металла, к поверхности, стабилизированной металлоидными атомами или наоборот, можно судить о достижении условий, при которых имеет место приблизительное равенство интенсивностей эффективных потоков атомов, попадающих на подложку и принимающих участие в росте.

2. Метод ДБОЭ позволяет измерять скорость роста, основываясь на осцилляционном характере изменения интенсивности зеркального рефлекса при двумерном послойном росте (механизм Франка-ван дер Мерве). Период осцилляций в точности соответствует выращиванию одного монослоя соединения, обеспечивая возможность *in situ* контроля толщины выращиваемого слоя на атомарном уровне.

3. Система ДБОЭ не должна функционировать в течение всего процесса роста, так как слишком большой поток электронов может полимеризовать остаточные углеводородные газы или водяные пары, приводя к углеродному загрязнению подложки или или водяные пары, приводя к углеродному загрязнению подложки или адсорбции оксидов, и, как результат, к усиленному дефектообразованию [11].

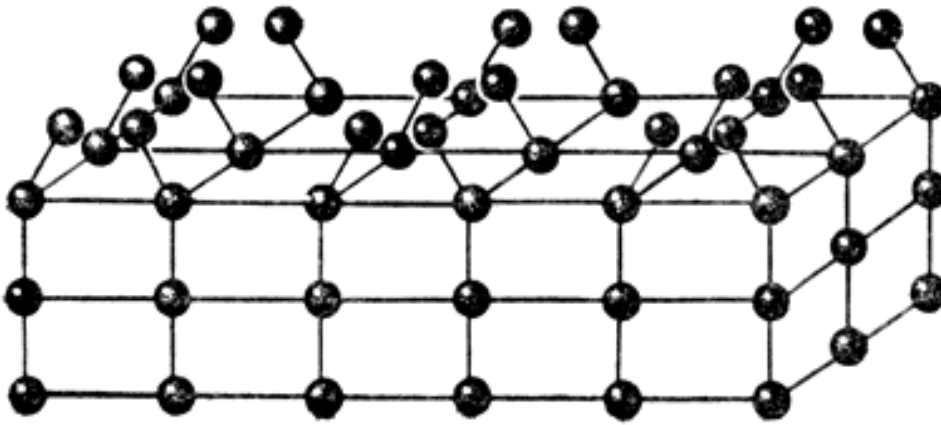
## Мониторинг технологического процесса роста эпитаксиальных слоев методом ДБОЭ

### Реконструкции поверхности в процессе МПЭ

При росте МПЭ с помощью ДБОЭ можно наблюдать последовательность различных поверхностных структур, которые закономерно сменяют друг друга в зависимости от температуры подложки и отношения интенсивностей пучков Ga/As<sub>2</sub>. Это связано с тем, что расположение атомов Ga и As на поверхности отличаются от расположения этих атомов в аналогичной плоскости в объеме.

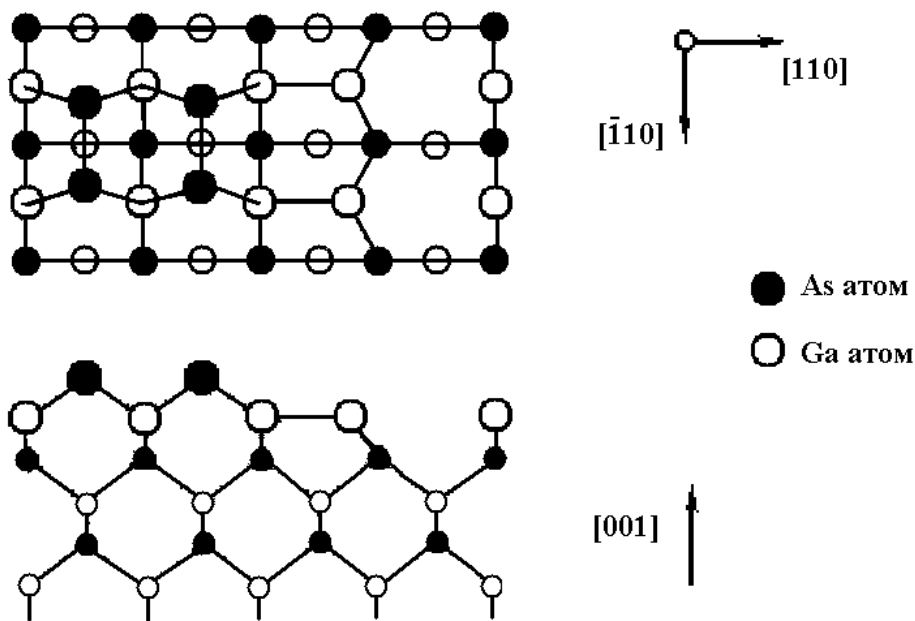
Расположение атомов в поверхностном слое, не такое, как внутри кристалла. В объеме идеального кристалла все валентные связи насыщены, у атомов в поверхностном слое две из четырех химических связей оказываются разорванными. Такая ситуация энергетически невыгодна, поэтому, стремясь к равновесию, поверхностные электроны будут образовывать дополнительные связи между атомами на самой поверхности с тем, чтобы число оборванных связей существенно сократилось. В частности, соседние атомы, образуя дополнительные связи между собой, объединяются в пары — димеры. Атомы каждого димера сближаются друг с другом, одновременно удаляясь от соседних атомов на поверхности, вошедших в другие димеры. При этом на поверхности изменяется дальний период кристаллической решетки. Происходит реконструкция поверхности.

В общем случае период кристаллической решетки — это наименьшее расстояние, при сдвиге на которое решетка точно воспроизводит свой исходный вид, то есть в каждом ее узле оказываются такие же атомы, что и до сдвига. После образования димеров поверхность совместится сама с собой только после сдвига на расстояние между центрами соседних димеров, которое вдвое больше периода решетки во внутренних слоях. Такую реконструкцию обозначают символом  $2 \times 1$ , показывающим, что период вдоль одного из направлений на поверхности удвоился, а вдоль другого — остался прежним (см. рис. 4).



*Рис. 4. Пример реконструкции поверхностного слоя атомов с образованием димеров (перестройка –  $2 \times 1$ ).*

Таким образом, реконструкция ( $m \times n$ ) означает, что два основных вектора на поверхности в  $m$  и  $n$  раз соответственно больше, чем аналогичные векторы в объеме, т.е. элементарная ячейка поверхностного слоя в  $m \times n$  раз больше по сравнению с эквивалентной элементарной ячейкой в объеме. На рис. 5 приведена структурная модель поверхности GaAs(001) –  $\alpha(2 \times 4)$ As, как видно основной особенностью элементарной ячейки являются два As-димера, находящихся в верхнем слое, и два Ga-димера, расположенные слоем ниже.



*Рис. 5. Структурная модель поверхности GaAs(001) -  $\alpha(2 \times 4)$*

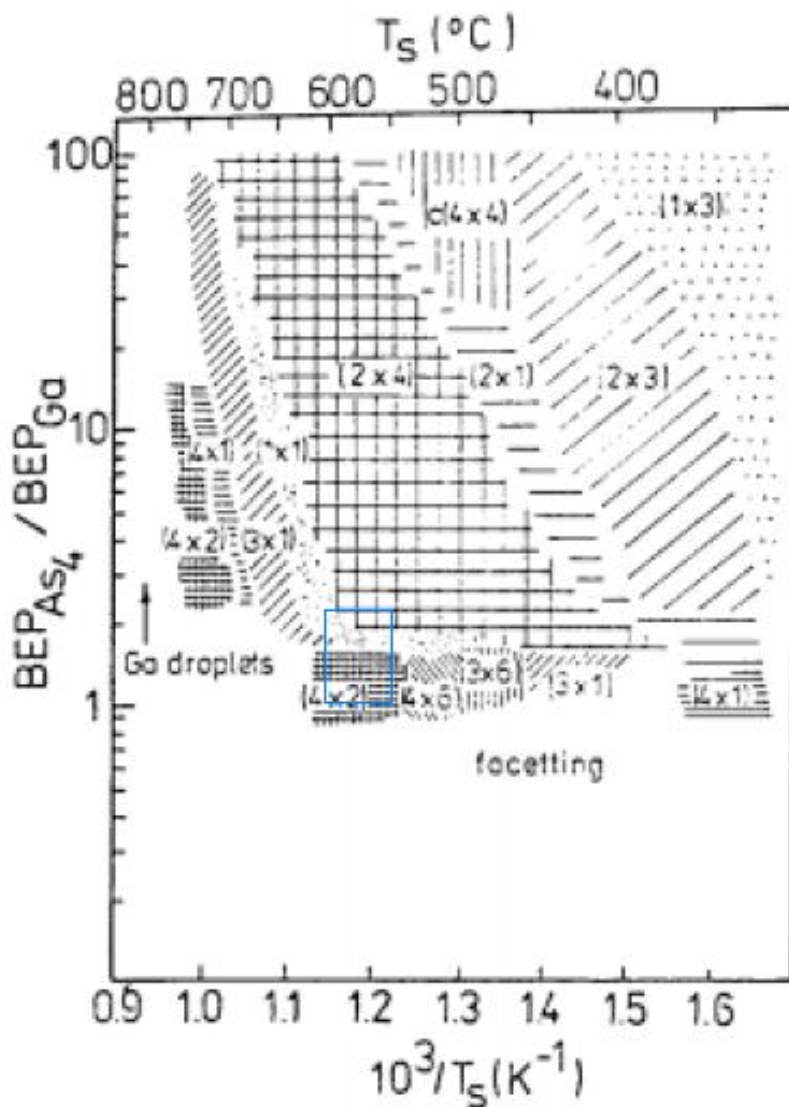
Реконструкционное состояние поверхности представляет собой реакцию грани кристалла на термодинамические условия. Изменяя состав (стехиометрию) и структуру кристаллической решетки приповерхностного слоя, поверхность трансформируется в конфигурацию с минимальной свободной энергией Гиббса. Подобная конфигурация не только позволяет поверхности оставаться термодинамически стабильной, но и попутно накладывает определенные ограничения на ее свойства. Иными словами, реализация каждого сверхструктурного состояния служит причиной формирования индивидуального набора свойств, характеризующих способность поверхности взаимодействовать с окружающей средой. Параметры таких поверхностных процессов, как диффузия адатомов, их адсорбция, десорбция, встраивание в решетку кристалла, определяются именно свойствами поверхности.

### **Реконструкции поверхности, наблюдаемые при МПЭ GaAs(001)**

В ходе экспериментов по росту методом МПЭ для заданного отношения пучков  $As_4/Ga$  при возрастании температуры подложки наблюдается переход от “As-стабилизированной” структуры  $(2 \times 4)$  к “Ga-стабилизированной” структуре  $(4 \times 2)$ . Термины “Ga-обогащенные (стабилизированные)” и “As-обогащенные” поверхностные структуры используются для описания условий роста, при которых верхний слой образован атомами Ga и As, соответственно [1]. Также существует несколько промежуточных реконструкций в зависимости от температуры. [2]

На рис. 6 представлены реконструкции поверхности GaAs(001) при МПЭ, в зависимости от соотношения интенсивности пучков  $As_4/Ga$  и температуры. Реконструкционное состояние влияет на характеристики процессов взаимодействия адатомов с ростовой поверхностью (процессы адсорбции и десорбции [3; 4], диффузии по поверхности террас [5], встраивания в растущий слой [6]), что в свою очередь влияет на структурное совершенство получаемых гетерограниц [7; 8]. Рабочим стехиометрическим диапазоном при выращивании структуры является диапазон, где соотношение  $As_4/Ga$  больше единицы и меньше двух (при переходе от

роста GaAs к росту  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ , необходимо увеличить поток мышьяка, для сохранения необходимого соотношения металлоидного и металлических компонентов), в температурном диапазоне 560-600°C. Соответственно, особый интерес представляют реконструкционные состояния (2x4), (3x1) и (4x2), находящиеся, согласно представленной фазовой диаграмме, в рабочем диапазоне для выращивания эпитаксиальных слоев GaAs. Эпитаксия при этих условиях позволяет получать слои, характеризующиеся высокой степенью структурного совершенства поверхности и малой плотности точечных дефектов.

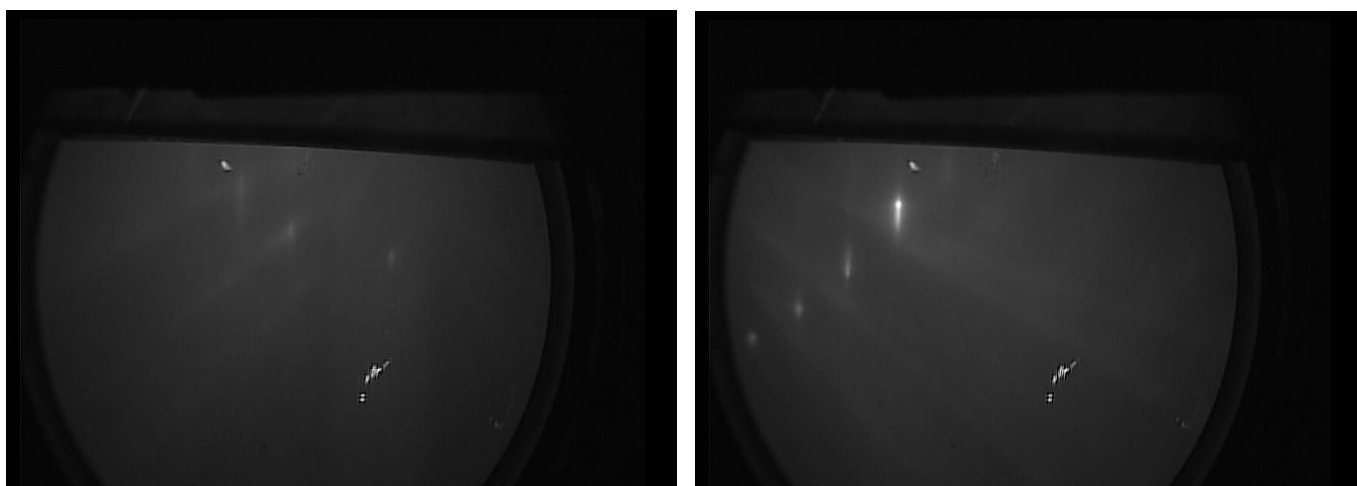


**Рис. 6.** Реконструкции поверхности GaAs(001) при МПЭ [4]. В синюю рамку выделена рабочая область. (facetting -фасетирование поверхности, Ga droplets-образование капель галлия на поверхности)

## Процесс отжига подложки

В технологии МПЭ основным способом получения атомарно-чистой предэпитаксиальной поверхности является сублимация пленки пассивирующего окисла в условиях сверхвысокого вакуума (СВВ). Подобная пленка создается в процессе предварительной подготовки. В ходе такой подготовки подложка подвергается химической обработке в травителях различного состава. Прежде всего, с поверхности удаляется исходный окисел, а также верхний, нарушенный в процессе полировки, слой кристалла. И уже потом, в результате финишной химической обработки, образуется слой пассивирующего окисла. Данный слой препятствует взаимодействию газов из атмосферы воздуха с поверхностью кристалла при транспортировке подложки. Адсорбированные при этом на поверхность пластины газы легко удаляются в процессе сублимации окисла. Известно, что пассивирующий окисел стабилен длительное время в среде инертных газов. Сублимация тонких окисных пленок, осуществляемая в потоке мышьяка, происходит при температурах 540-560°C [9].

Зафиксировать момент слета защитного слоя позволяет появление четких ДБОЭ рефлексов.



*Рис 7. Эволюция картины ДБОЭ на отражение при сублимации пленки пассивирующего окисла, путем отжига поверхности GaAs(001) в потоке молекулярного мышьяка.*

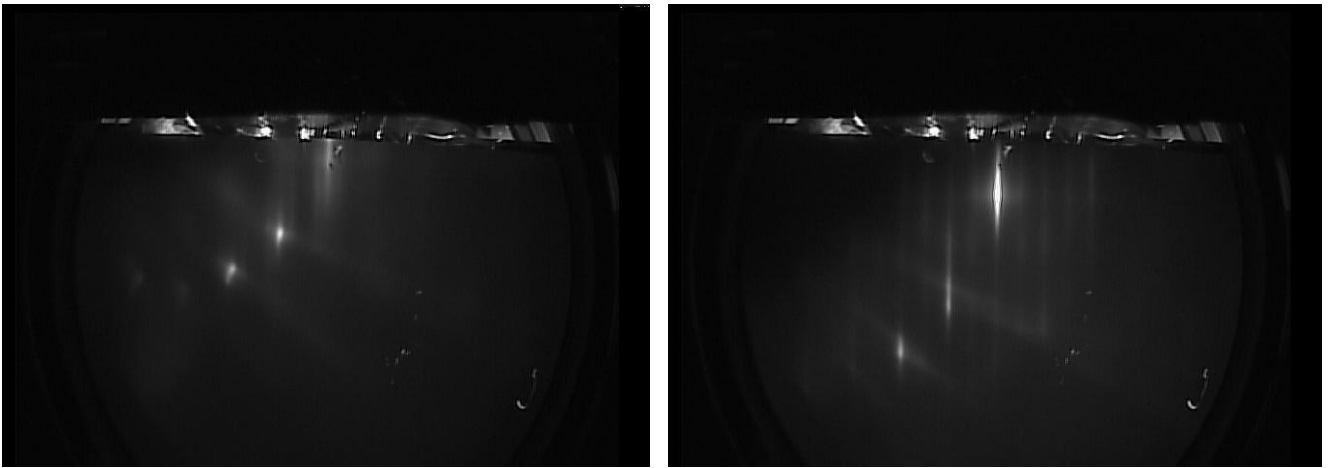


Изменение сверхструктурного состояния ростовой поверхности, приводит к скачкообразному изменению морфологии поверхности. Из этого можно сделать заключение, что реконструкционное состояние поверхности является определяющим фактором в формировании морфологии растущего слоя.

Одной из первых работ, посвященных изучению влияния сверхструктурного состояния ростовой поверхности на ее морфологические свойства, была статья 1986 года P.T. Dung *et al.* [10]. Авторы методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) исследовали рельеф поверхности МПЭ слоя GaAs, выращенного на подложке GaAs(001) в условиях существования реконструкций (2×4), (3×1) и (4×2), соответственно. Согласно СЭМ результатам, эпитаксиальные слои, выращенные в условиях существования реконструкций (2×4) и (3×1), имеют зеркальные поверхности. При эпитаксии на поверхности GaAs(001)-(4×2) наблюдается интенсивное развитие рельефа с высокой степенью анизотропии. Разупорядоченность поверхности связана с накоплением на поверхности избыточного Ga в виде металлических капель.

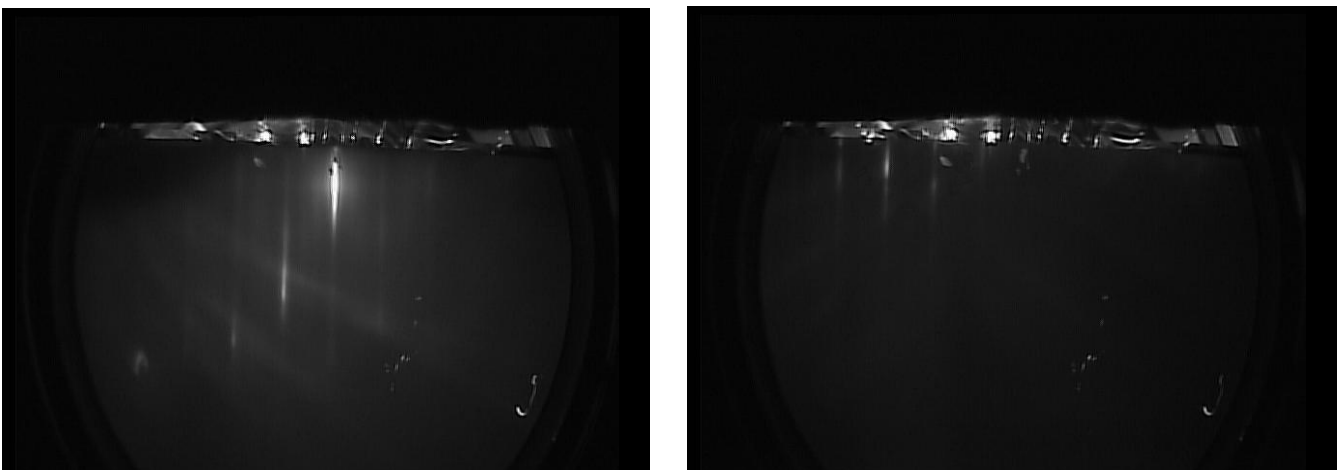
Таким образом, оптимальным для выращивания эпитаксиальных слоев является рост вблизи границы перехода (2×4)As-(3×1)As. Метод ДБОЭ позволяет проводить соответствующий мониторинг и контроль текущего сверхструктурного состояния ростовой поверхности.

Картина ДБОЭ, соответствующая структуре поверхности GaAs(001)-(2x4), обогащенной мышьяком в направлении  $[\bar{1}10]$  представлена на рис. 8. Помимо основного рефлекса видны 3 промежуточных. По наличию центрального рефлекса можно косвенно судить о степени пересыщения потока As, рефлекс явно виден при соотношении потоков  $As_4/Ga$  больше 1.5, при соотношении потоков, близком к единице, как в данном случае, центральный промежуточный рефлекс практически отсутствует. На рис. 9. представлена та же структура в направлении  $[110]$ , где виден один промежуточный рефлекс.



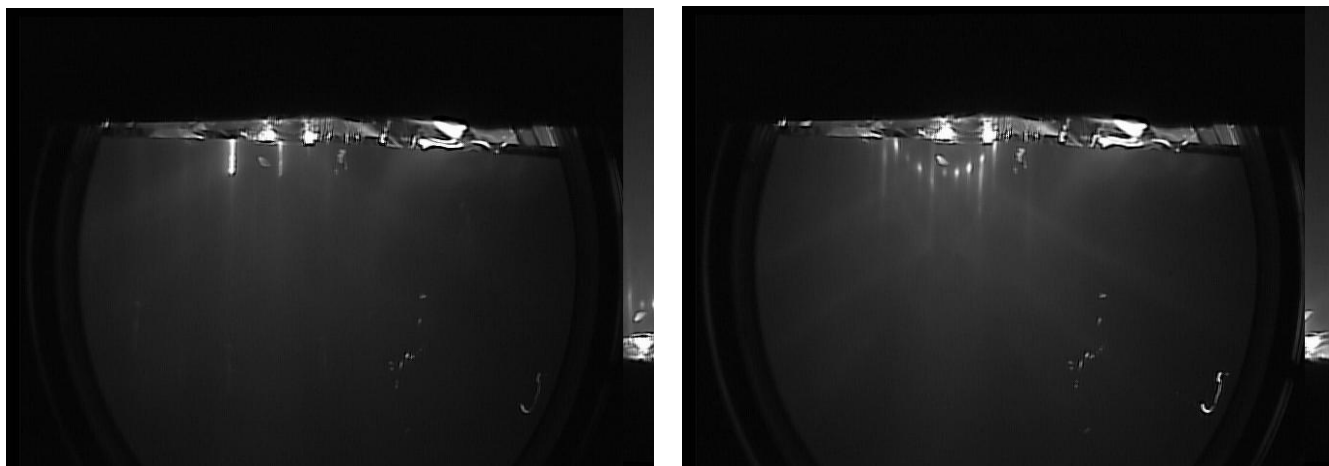
*Рис. 8 и 9. Картины дифракции быстрых электронов, соответствующие структуре поверхности GaAs(001)- (2x4)As, обогащенной мышьяком, в двух взаимно перпендикулярных направлениях  $[1\bar{1}0]$  (4x, центральный промежуточный рефлекс практически не виден) и  $[110]$  (наблюдается 2x )*

Переход к реконструкции GaAs(001)- (3x1) на ДБОЭ картине характеризуется “раздвоением” промежуточных рефлексов в направлении  $[110]$ , как это показано на рис. 10.



*Рис. 10. Картина дифракции быстрых электронов на отражение, соответствующая структуре поверхности GaAs(001)- (3x1) в направлении  $[110]$ , наблюдается раздвоение промежуточных рефлексов.*

С ростом температуры реконструкция GaAs(001)- (3x1) переходит в GaAs(001)-(4x2), что четко фиксирует ДБОЭ,- в направлении [110] видны 3 промежуточных рефлекса (см. рис 12), в направлении  $[\bar{1}\bar{1}0]$  виден один промежуточный рефлекс (рис. 11).



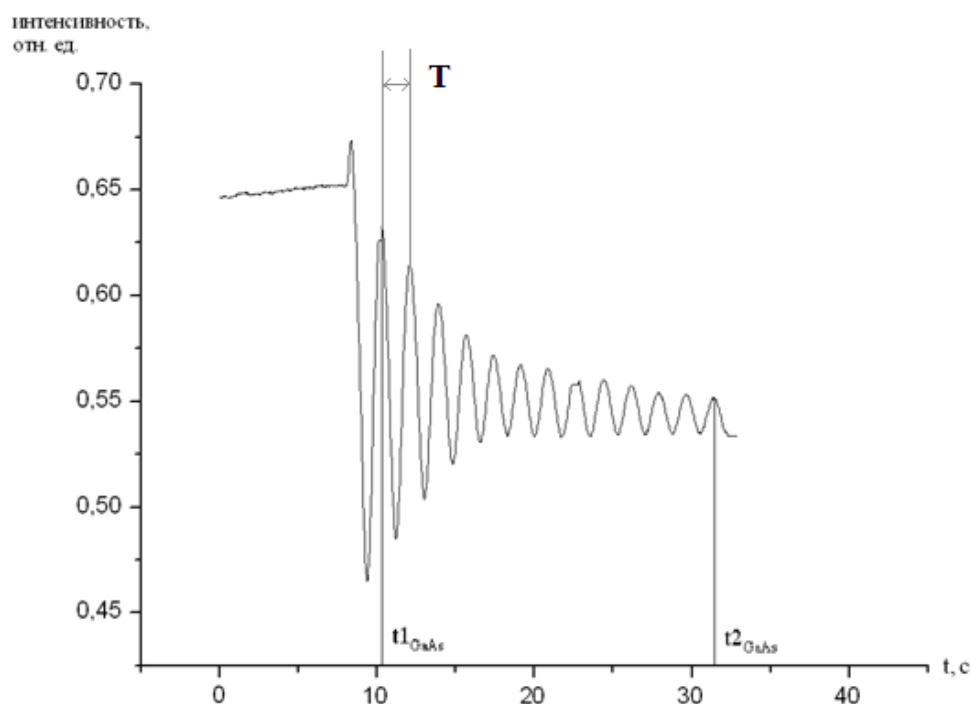
*Рис. 11 и 12. Картины дифракции быстрых электронов, соответствующие структуре поверхности GaAs(001)- (4x2), обогащенной мышьяком, в двух взаимно перпендикулярных направлениях [110] (наблюдается 2х ) и  $[\bar{1}\bar{1}0]$  (4х, четко виден центральный рефлекс)*

## Применение метода ДБОЭ для определения скорости роста МПЭ

Для получения структур с заданными параметрами при МПЭ, необходимо знать скорости роста выращиваемых соединений и состав твердых растворов. Также важнейшей задачей является контроль интенсивностей падающих на ростовую поверхность атомарных потоков в процессе эпитаксии. Так как период ДБОЭ-осцилляций в точности соответствует выращиванию одного монослоя соединения, то исходя из осцилляций, мы можем рассчитать скорость роста.

Для регистрации осцилляций интенсивности зеркального рефлекса необходимо подобрать такой ракурс, при котором вторично-отраженный луч имел бы наибольшую яркость и четкость.

Для определения скоростей роста, выращиваются тестовые структуры GaAs, для которых снимаются осцилляции ДБОЭ, (пример осцилляций ДБОЭО представлен на рис. 13).



**Рис. 13.** Осцилляции интенсивности зеркального рефлекса при росте структуры GaAs ( $T_{Ga} = 1047^\circ\text{C}$ ).

В приведенном примере, за промежуток времени  $t2_{GaAs} - t1_{GaAs}$  было выращено 13 монослоев. Следовательно, поделив количество выращенных монослоев на соответствующий промежуток времени, можно определить скорость роста соединения. Соответственно, в данном примере для GaAs имеем:

$$V = \frac{N_{cc_{GaAs}}}{t2_{GaAs} - t1_{GaAs}} = \frac{13}{31 - 10} = 0,62 \text{ (МС/с)}, \quad (1)$$

где  $N_{cc}$  – количество выращенных монослоев соединения. Таким образом, поделив количество монослоев на время выращивания, вычисляем среднюю скорость роста монослоя GaAs, равную 0.62 МС/с.

Скорость роста обычно принято выражать в [ $\text{\AA}/\text{мин}$ ], так как один монослой соответствует половине периода решетки (в нашем случае это 5,65  $\text{\AA}$ ), в минуте 60 секунд, то имеем:

$$V = 0.62 \times (5.65/2) \times 60 = 105.3 \text{ \AA/мин}$$

В момент открытия источников имеет место их перегрев, вследствие которого наблюдается повышенная скорость роста, по отношению к стационарной, поэтому для более точного измерения скорости роста желательно иметь как можно большее количество осцилляций.

Метод ДБОЭ также позволяет определить состав твердого раствора по изменению периода ДБОЭ-осцилляций при переходе от роста  $GaAs$  к росту  $Al_x Ga_{1-x} As$ .

Так с помощью картин роста, наблюдаемых при ДБОЭ, в процессе МПЭ можно определить скорости роста соответствующих слоев  $GaAs$  и  $Al_x Ga_{1-x} As$  и состав твердого раствора  $Al_x Ga_{1-x} As$ . С помощью анализа ДБОЭ-осцилляций наглядно демонстрируется влияние изменения температуры источника  $Ga$  на скорость роста структуры  $GaAs$  при молекулярно-пучковой эпитаксии.

## Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с программой управления температурой источника Ga и подложки при МПЭ, а также с устройством клапанного источника As с высокотемпературным разложителем и способом регулировки потока As<sub>4</sub> посредством микрометрически-контролируемого изменения диаметра выходной апертуры источника.

Температуры источников Ga и As установлены на рабочие значения ( $T_{\text{Ga}}=1047^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{\text{As,b}}=350^{\circ}\text{C}$ ,  $T_{\text{As,cr}}=480^{\circ}\text{C}$ ).

2. Ознакомиться с программой регистрации дифракционных картин в статическом (реконструкции поверхности) и динамическом (запись осцилляций ДБОЭ) режимах.

3. Ознакомиться с блоком управления электронной пушки системы ДБОЭ.

3а. Включить блок питания. Ручкой «Ускоряющее напряжение» плавно поднять напряжение до 10 кВ. Ручкой «Ток катода» установить плавно ток 1 А (по 0.1А каждые 5 с). Поднять напряжение плавно до 20 кВ. Плавно увеличить ток катода до 1.3А. Снять блокировку электронного пучка и пронаблюдать сфокусированное пятно на дифракционном экране.

3б. Перемещая положение луча на экране подвести пятно к границе подложки и пронаблюдать равномерное гало (дифракция на аморфном окисном слое на поверхности аморфного окислов), возможно со слабыми следом центрального рефлекса от монокристаллической подложки, находящейся на ростовом манипуляторе, в ростовом положении при 20°C.

4. Проведение *процесса отжига подложки GaAs (001)* перед эпитаксией.

4а. Запустить плавный нагрев подложки от 20 до 500°C с управлением по мощности (0-18Вт), подаваемой на нагреватель (прямой нагрев образца излучением резистивного спирального нагревателя), со скоростью 1Вт/мин. Контролировать температуру с помощью ИК пирометра.

4б. При достижении  $T_{\text{обр.}} 500^{\circ}\text{C}$ , регистрируемой с помощью ИК пирометра, открыть клапан источника As на 3.5 оборота микрометрического винта и индивидуальную заслонку источника As.

4в. Продолжить плавный подъем  $T_{обр}$  до значения  $580^{\circ}\text{C}$  (21Вт по мощности нагревателя) в потоке  $\text{As}_4$ . Наблюдать переход картины ДБОЭ из однородного гало в систему эквидистантных полосковых рефлексов (слет окисла). Зафиксировать температуру слета окисла.

4г. Отжиг провести при достигнутых значениях  $T_{обр}$  и потока  $\text{As}_4$  в течение 20 минут. Наблюдать появление реконструкции  $(2 \times 4)$  соответственно в кристаллографических направлениях  $[110]$  и  $[1-10]$  посредством азимутального вращения образца. Записать изображение полученной картины ДБОЭ.

5. Проведение гомоэпитаксиального роста GaAs (001) и осуществление мониторинга реконструкции поверхности в зависимости от условий роста.

5а. Открыть заслонку Ga источника и наблюдать динамику изменения картины ДБОЭ (появление яркостных утолщений на основных рефлексах, вытягивание их в яркие полосы, перпендикулярные поверхности образца, возникновение яркой картины  $(2 \times 4)$  с отчетливым центральным поверхностным рефлексом в картине  $x4$ . При его отсутствии откройте клапан источника As еще на один оборот или до появления центрального поверхностного рефлекса. Проводить рост в течение 10 мин. Записать картину ДБОЭ.

5б. Наблюдение зависимости реконструкции поверхности GaAs от отношения потоков As/Ga при постоянной температуре  $T_{обр} = 580^{\circ}\text{C}$  в процессе роста. Плавно закрывая клапан источника As пронаблюдать последовательный переход картины ДБОЭ  $(2 \times 4)As - (2 \times 4)As$  (без центрального в  $x4$ ) -  $(3 \times 1)As - (4 \times 2)Ga$  и обратно до реконструкции  $(2 \times 4)As$  (без центрального в  $x4$ ) соответствующего As-стабилизированному росту GaAs. Записать все наблюдавшиеся реконструкции поверхности в зависимости от положения клапана источника As.

5в. Наблюдение зависимости реконструкции поверхности GaAs от температуры  $T_{обр}$  при постоянном положении клапана источника As в процессе роста. В условиях реконструкции  $(2 \times 4)As$  (без центрального в  $x4$ ) плавно поднимать температуру  $T_{обр}$  с  $580^{\circ}\text{C}$  до  $620^{\circ}\text{C}$ , фиксируя изменение картины ДБОЭ. Пронаблюдать последовательный переход картины ДБОЭ  $(2 \times 4)As - (2 \times 4)As$  (без центрального в  $x4$ ) -  $(3 \times 1)As - (4 \times 2)Ga$  и зафиксировать температуру границы перехода  $(2 \times 4)As$  (без

центрального в  $x_4$ ) -  $(3 \times 1)As$ , соответствующего единичному соотношению эффективных атомарных потоков As и Ga.

5г. Построить фазовую диаграмму изменения реконструкции поверхности в осях As/Ga и  $T_{обр}$ . (аналогично рис. 6). Отношение As/Ga определить относительно единичного по калибровочным зависимостям интенсивности потока As, измеряемого ионным датчиком, от положения клапана As.

6. Измерение скорости роста с помощью осцилляций интенсивности отраженного электронного пучка в ДБОЭ и мониторинг продолжительности осцилляций в зависимости от условий МПЭ роста.

6а. При постоянных температуре  $T_{обр}=580^\circ C$ ,  $T_{Ga}=1047^\circ C$  и положении клапана источника As, соответствующего картине ДБОЭ  $(2 \times 4)As$  (без центрального в  $x_4$ ) провести запись осцилляций ДБОЭ и выполнить расчет по формуле (1). Для этого необходимо остановить роста GaAs, закрыв заслонку Ga. В потоке As найти отраженный рефлекс в направлении [1-10], навести на него овальный курсор и зафиксировать точку регистрации интенсивности засветки. Запустить программу мониторинга интенсивности и открыть Ga-заслонку.

6б. Прodelать то же самое при большей и меньшей на  $10^\circ C$  температуре источника Ga.

6в. Пронаблюдать также продолжительность осцилляций при различных температурах Ga, соответственно при различных соотношениях As/Ga (поток As – постоянен). Сделать вывод о влиянии отношения интенсивности потоков на продолжительность осцилляций, и как следствие на кинетику двумерного послойного роста.

6г. Построить график зависимости скорости роста GaAs от температуры источника Ga.



## Выводы

1. Сверхструктурные состояния поверхности GaAs(001) оказывают значительное влияние на такие процессы, как поверхностная диффузия адатомов, их адсорбция и десорбция, встраивание в кристалл.
2. Метод ДБОЭО может быть использован для прецизионного *in situ* мониторинга сверхструктурных переходов на поверхности GaAs(001) в процессе роста. Оптимальным для выращивания эпитаксиальных слоев GaAs является рост вблизи границы перехода  $(2 \times 4)As-(3 \times 1)As$ .
3. Для более точной оценки скорости роста GaAs по осцилляциям интенсивности отраженного пучка ДБОЭ необходимы продолжительные осцилляции по причине повышенной скорости роста в начальный промежуток времени из-за перегрева источника Ga.
4. Уменьшение отношения As/Ga до границы перехода  $(2 \times 4)As-(3 \times 1)As$  при постоянной температуре образца в диапазоне 570-590°C приводит к более продолжительным осцилляциям ДБОЭ.

## Список литературы

- [1] Выращивание методом молекулярно-лучевой эпитаксии и свойства полупроводников  $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ , А. И. Чо, 1983, NJ07974.
- [2] L.Daweritz and K.Ploog, *Semicond. Sci. Technol.*9, 123 (1994)
- [3] *Yamaguchi H., Horikoshi Y.* Influence of surface reconstruction on the As desorption process from a (001) GaAs surface evaluated by improved high-energy electron-reflectivity measurements // *Phys. Rev. B.* 1991. Vol. 44. P. 5897–5900.
- [4] *Yamaguchi H., Horikoshi Y.* As desorption from GaAs and AlAs surfaces studied by improved high-energy electron-reflectivity measurements // *J. Appl. Phys.* 1992. Vol. 71. P. 1753–1759.
- [5] *Hata M., Watanabe A., Isu T.* Surface diffusion length observed by in situ scanning microprobe reflection high-energy electron diffraction // *J. Crystal Growth* 1991. Vol. 111. P. 83–87.
- [6] *Путято М. А., Семягин Б. Р., Васев А. В. и др.* Встраивание мышьяка из потоков молекул  $As_2$  и  $As_4$  при МЛЭ GaAs на поверхности (001) с различными сверхструктурными состояниями // Тез. VIII Рос. конф. «Полупроводники-2007» (30 сентября – 5 октября, 2007, Екатеринбург, Россия). Екатеринбург, 2007. С. 115.
- [7] *Braun W., Ploog K. H.* In situ technique for measuring Ga segregation and interface roughness at GaAs/AlGaAs interfaces // *J. Appl. Phys.* 1994. Vol. 5. P. 1993–2001.
- [8] *Moshegov N. T., Sokolov L. V., Toropov A. I. et al.* The influence of surface reconstruction on the GaAs/AlAs interface formation by MBE // *Inst. Phys.*
- [9] Лубышев Д.И. МЛЭ GaAs при сильном легировании кремнием и бериллием и изовалентном легировании индием. - канд.физ.-мат.наук Диссертация. - Новосибирск, 1993, - 180 С
- [10] *Dung P.T., Laznicka M., Pajasova L.* Relationship of properties of MBE grown GaAs layers with growth conditions // *Czech. J. Phys. B* - 1986. - V. 36. - P. 759-770
- [11] *P.S.Kop'ev, S.V.Ivanov, A.Yu.Yegorov, D.Yu.Uglov,* Influence of growth parameters and conditions on the oval defect density in GaAs layers grown by MBE, *J. Cryst. Growth* 96, 533-540 (1989)