



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105632965 B

(45)授权公告日 2018.05.08

(21)申请号 201610171321.7

(56)对比文件

(22)申请日 2016.03.24

US 4876218, 1989.10.24,

(65)同一申请的已公布的文献号

Fernando Briones et al..《Application of Reflectance Difference Spectroscopy (RDS) to Migration-Enhanced Epitaxy (MEE) Growth of GaAs》.《Japanese Journal of Applied Physics》.1990, 第29卷(第6期), 1014–1021.

申请公布号 CN 105632965 A

(43)申请公布日 2016.06.01

J.H.Neave et al..《Dynamic RHEED Observations of the MBE Growth of GaAs》.

(73)专利权人 中国科学院上海微系统与信息技术研究所

《Applied Physics A》.1984, 第34卷(第3期), 179–184.

地址 200050 上海市长宁区长宁路865号

陈益栋等.《GaAs和AlGaAs MBE 外延生长动力学研究》.《红外与毫米波学报》.2000, 第19卷(第1期), 67–70.

(72)发明人 龚谦 王朋 曹春芳 丁彤彤

审查员 武树杰

(74)专利代理机构 上海智信专利代理有限公司

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

31002

代理人 潘振甦

(51)Int.Cl.

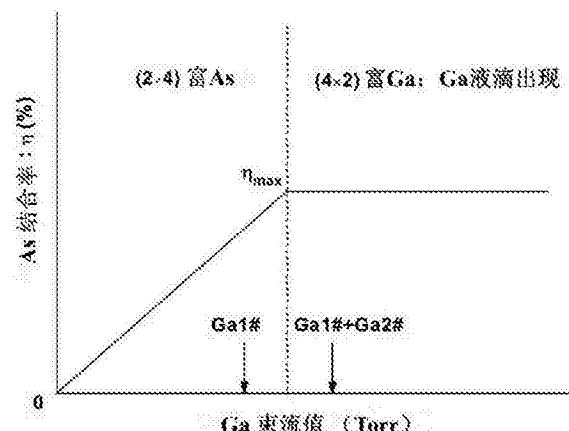
H01L 21/66(2006.01)

(54)发明名称

GaAs分子束外延生长过程中As原子最高结合率的测量方法

(57)摘要

本发明提供一种GaAs分子束外延生长过程中As原子最高结合率的测量方法,其特征在于利用Ga原子束流的变化使GaAs生长过程中交替出现富Ga和富As的表面,并记录表面再构变化的时间,最终通过求解表面富余原子总量的表达式,得到As原子在生长过程中的最高结合率。所述测量方法特征在于通过开关但不限于第二个Ga源快门富Ga或富As表面交替出现,且用RHEED方法进行测量,且最终结果不涉及到实际的原子总量,所以与束流规最终直接测到的Ga和As的束流值相关。本发明对于利用MBE制备材料,特别是迁移率增强外延生长(MEE)模式有重要的意义。



1. 一种GaAs分子束外延生长过程中As原子的最高结合率的测量方法,其特征在于利用Ga原子束流的变化使GaAs生长过程中交替出现富Ga和富As的表面,并记录表面再构变化的时间,最终通过求解表面富余原子总量的表达式,得到As原子在生长过程中的最高结合率,具体步骤是:

(a) 在GaAs生长过程中打开第2个Ga源,并预先调节使此时的As原子结合率达到最高点,然后记录表面高能电子束衍射RHEED由富As(2×4)转变为富Ga(4×2)的时间间隔;

(b) 当表面出现富Ga状态的(4×2)表面再构,立即关闭第2个Ga源,并纪录表面由(4×2)转变为(2×4)表面再构的时间间隔;

(c) 利用预先测得的两个Ga源和As源束流,根据测量得到的时间,列出上述两个过程中表面富余原子总量的等式,最后求解得到As原子的最高结合率。

2. 按权利要求1所述的方法,其特征在于通过开关第二个Ga源的快门实现了GaAs生长过程中交替出现富Ga或/和富As表面。

3. 按权利要求1所述的方法,其特征在于当只有第一个Ga源打开时,As的结合率低于最大值而未达到最大值;当两个Ga源同时打开时,As的结合率达到最大同时生长表面转变为富Ga状态。

4. 按权利要求1所述的方法,其特征在于As原子的最高结合率 η_{max} 与衬底温度Ts有关,在测量过程中Ts保持不变。

5. 按权利要求2或4所述的方法,其特征在于As原子的最高结合率

$$\eta_{max} = \frac{(F_{Ga1\#} + F_{Ga2\#} \cdot \frac{t_1}{t_1+t_2})}{F_{As}}$$

式中, $F_{Ga1\#}$ 为第一个Ga源束流值, $F_{Ga2\#}$ 为第二个Ga源束流值; F_{As} 为As源束流值, t_1 为第二个Ga源开启后表面出现富Ga状态(4×2)表面再构经过的时间, t_2 为第二个Ga源关闭后表面出现(2×4)表面再构,富As的时间。

6. 按权利要求5所述的方法,其特征在于在 t_1 过程中两个Ga源同时开启,而 t_2 阶段只有第一个Ga源开启,当观测到RHEED出现富Ga状态的(4×2)表面再构时,立即关闭第二个Ga源。

7. 按权利要求5所述的方法,其特征在于第二个Ga源用Al束流源代替,起到结合表面As原子作用。

8. 按权利要求6所述的方法,其特征在于所述的束流的单位直接用束流计BFM测得的束流等效气压BEP代入求解。

9. 按权利要求5所述的方法,其特征在于计算所得的As原子最高结合率已经包含测量束流值的束流规对于不同原子相应的差异在内。

GaAs分子束外延生长过程中As原子最高结合率的测量方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种GaAs分子束外延生长过程中As原子最高结合率的测量方法,更确切地说本发明涉及一种分子束外延(MBE)技术中测量计算GaAs生长过程中As原子最高结合率的方法,属于半导体材料和器件工艺技术领域。

背景技术

[0002] 从20世纪70年代问世至今,分子束外延(MBE)技术已经发展成一种重要的晶体材料生长技术手段^[1-3]。最先利用MBE外延生长的材料即为最重要的Ⅲ-V族半导体材料GaAs。而砷化物材料可以成功制备取决于一个关键原因,即过剩的V族元素As会从样品的表面脱附掉最终得到符合化学计量比的生长。因此,在多数情况下As原子只有部分可以结合到晶格当中去并且生长过程中样品表面保持富As状态。As原子的结合率可以定义为结合到晶格中的As原子量与总入射As束流中As原子量的比值。首先,因为As的解吸附是一种热激活的过程,因此As的结合率会与温度相关。另外,特定温度下Ga原子的量也决定了As结合率的大小,因为它可以决定有多少As原子可以结合到外延晶格中,其余富余的As原子会从表面脱附。

[0003] 所以,在分子束外延生长中As的结合率受材料外延生长温度和Ga原子束流决定。当材料生长温度确定后,As的结合率会就只受Ga原子束流决定,会存在极限最大值。由于在通常的材料生长过程中As原子往往处于过量富余的状态,此时也没有特别必要精确测量As的结合率。然而在特定的情况下对于As的最高结合率的精确测量显得尤为重要,比如分子束外延方法中的一种特殊生长模式:迁移率增强外延生长(MEE)。在异质结材料外延过程中通常会有界面原子互扩散的问题存在从而导致外延层的掺杂最终影响器件的性能。为了抑制界面原子互扩散的问题,通常在生长初期采用较低的生长温度,然而这又导致原子在生长表面的迁移率降低影响晶格质量。最终采用Ⅲ/V族原子周期间隔生长的MEE外延生长模式解决了以上问题^[4]。而GaAs材料MEE外延生长技术的关键之一即调整As束流的量使得As的结合率处在最大值的临界点。另外,如果能够测得As的最大结合率,就可以在设置生长参数时避免使用过高的As束流,不但可以避免源材料的浪费,也可以获得最优的外延材料质量。

[0004] GaAs是一种晶体材料,在具体材料内部原子处于晶格格点上,在晶体表面原子位置会偏离晶格格点位置,同时产生一些新的化合键,从而使整个体系的能量降到最低。上述过程被称为表面再构过程。对于GaAs材料,其表面原子会在特定晶向发生移动和成键的表面再构现象,这种表面再构会在高能电子衍射(RHEED)条纹中得到体现。RHEED技术是分子束外延中非常关键的表面特性表征技术,有着不可替代的作用。对于富As或富Ga的GaAs表面其再构会有所不同,在RHEED衍射条纹分别表现为(2×4)表面再构和(4×2)表面再构。通过对GaAs材料的外延生长过程分析,我们得到可以通过周期性调节生长过程中Ga束流的值使得As的结合率在最大值附近周期性波动。本发明拟利用此周期性的生长参数变化外加高能电子束衍射(RHEED)对生长表面再构变化的记录测量计算As原子的最大结合率。该发明

对于增加MEE外延生长过程的控制等有重要作用。

[0005] 以上涉及的参考文献是：

[0006] 1.A.Y.Cho,Growth of Periodic Structures by the Molecular-Beam Method, Appl.Phys.Lett.,19(11),467-468(1971).

[0007] 2.M.B.Panish,Molecular Beam Epitaxy,Science,208,916-922(1980).

[0008] 3.E.H.C.Parker,The Technology and Physics of Molecular Beam Epitaxy, Plenum Press (New York),1985.

[0009] 4.Y.Horikoshi,M.Kawashima and H.Yamaguchi,Migration-Enhanced Epitaxy of GaAs and AlGaAs,Japanse Journal of Applied Physics,27(2),169-179(1988).

发明内容

[0010] 本发明的目的在于提供一种GaAs分子束外延生长过程中As原子最高结合率的测量方法。

[0011] 所述的方法利用Ga原子束流的变化使GaAs生长过程中交替出现富Ga和富As的表面，并记录表面再构变化的时间，最终通过求解表面富余原子总量的表达式，得到As原子在生长过程中的最高结合率。

[0012] 具体包括三个步骤：1) 在GaAs生长过程中打开第二个Ga源，并预先调节使此时的As原子结合率处于最高值状态，通过高能电子束衍射(RHEED)观测并记录生长表面由富As状态的(2×4)表面再构转变为富Ga状态的(4×2)表面再构的时间间隔；2) 当表面出现富Ga状态的(4×2)表面再构，立即关闭第二个Ga源，并观测纪录生长表面由(4×2)转变为(2×4)表面再构的时间间隔；3) 利用预先用束流计(BFM)测得两个Ga源和As源的束流等效气压，根据上述两个过程中表面富余As原子耗尽和表面富余Ga原子累积的等式，最终求解得到As的最高结合率。

[0013] 测量过程中通过第二个Ga源的开关实现了GaAs生长过程中交替出现富Ga或/和富As表面。其关键在于，第一个Ga源的束流值要使得As的结合率低于最大值，而两个Ga源的束流值之和要使得As的结合率达到并超过最高结合率的临界点。在结果计算过程中，无法测量的值例如表面富余的Ga或As原子总量会被消除。并且，最终得到As的最高结合率值已经包含束流规对于不同原子响应差异在内。

[0014] 本发明所述的测量方法，其特征在于：

[0015] (1) 通过开关但不限于第二个Ga源的快门实现了测量时GaAs生长过程交替出现富Ga和富As表面。

[0016] (2) 富Ga和富As表面的状态是通过高能电子衍射(RHEED)方法进行测量。

[0017] (3) 富Ga和富As表面的交替出现是通过但不限于开关第二个Ga源的快门实现。

[0018] (4) 第一个Ga源的束流值要控制在使As原子结合率小于最高结合率。而当两个Ga源同时打开时，总的Ga束流值要使得As原子的结合率达到最大，同时生长表面转为富Ga状态。

[0019] (5) 在求解等式过程中代表GaAs表面富余Ga原子和As原子总量的参数会被消除，剩余所需参数均为可测量值。

[0020] (6) 计算所得的As原子最高结合率已经包含测量束流值的束流规对于不同原子响

应差异在内。

[0021] 本发明提供的一种As原子最高结合率的测量方法,其优点在于:1)原位测量,准确可靠;2)操作简单,无需添加额外的测量手段:利用MBE设备本身具备的测量设备RHEED和束流计就可以完成对所需数据的测量;3)可以通过增加测量周期数提高计算精确度;4)计算结果已经包括束流规对不同元素的响应差异。最终结果不涉及到实际的原子总量,所以与束流规最终直接测到的Ga和As的束流值相关。

附图说明

[0022] 图1是在GaAs的MBE生长过程中一特定生长温度和As束流值下变化Ga束流时As的结合率的变化趋势。

[0023] 图2表示测量计算As最高结合率所需参数的过程。

具体实施方式

[0024] 本发明的目的在于提供一种GaAs分子束外延生长过程中As原子最高结合率的测量方法。

[0025] 首先对GaAs分子束外延生长过程中的相关现象做针对性描述。图1展示了在一定温度和As束流值下,As的结合率随Ga束流的变化。在曲线的第一部分,Ga束流的增加使得从表面脱附的As原子量减少,导致As的结合率上升。随后As的结合率达到最大值并保持不变。As的最高结合率取决于生长时的衬底温度。在As的结合率达到最大值前,GaAs的生长速率取决于Ga束流的大小,As的结合率随Ga束流线性增加。生长表面的As处于过量状态,此时表面通过RHEED可以观测到表面处于富As状态的(2×4)表面再构。当Ga束流增加使As结合率超过最大值临界点,As束流将不足以匹配Ga束流致使生长表面出现Ga原子聚集,此时通过RHEED可以观测到表面处于富Ga状态,呈现(4×2)表面再构。测量过程的关键在于控制第一个Ga源束流使As结合率未到最大值,而第一个和第二个Ga源的束流总和使得As的结合率达到并超过最高点。

[0026] 当只有第一个Ga源打开时,As的结合率未达到最大值。当两个Ga源同时打开时,As的结合率达到最大同时生长表面转变为富Ga状态。

[0027] 测量过程需要满足以下生长条件。因为As原子的最高结合率 η_{max} 与衬底温度 T_s 有关,在测量过程中 T_s 保持不变。当然, η_{max} 随衬底温度的变化规律可以通过改变 T_s 重复测量得到。测量过程中As的实际束流 F_{As} 也被设定在固定的值,所以此时可以结合到晶格中的As原子量最大值为 $\eta_{max} \cdot F_A$ 。测量要用到两个Ga束流源,其源炉的温度需要调整满足图1中所提到的条件,即 $F_{Ga1\#} < \eta_{max} \cdot F_A$ 和 $F_{Ga1\#} + F_{Ga2\#} > \eta_{max} \cdot F_A$ (F为束流计测到的束流值,下标As、Ga1#、Ga2#分别表示As源和两个Ga源(1#和2#))。注意本发明中讨论的 η_{max} 已经包含了束流规对于不同原子的响应灵敏度差异在内。

[0028] 在 t_1 过程中两个Ga源同时开启,而 t_2 阶段只有第一个Ga源开启。当观测到RHEED出现富Ga状态的(4×2)表面再构时,立刻关闭第二个Ga束流源。

[0029] 为进一步对本方法进行说明,下面对测量计算的步骤进行详细描述。在测试开始时只有Ga1#束流源打开,此时生长表面处于富As状态并在RHEED显示(2×4)表面再构。我们设定此时表面富余的As原子总量为A。第一步,打开第二个Ga源,即Ga2#束流源,此时As的结

合率达到最大值临界点。表面富余的As原子将被逐渐消耗直至耗尽,随后生长表面出现Ga原子的累积。如图2所示,在Ga2#束流源开启后经过时间t₁后,RHEED显示表面出现富Ga状态(4×2)表面再构。设定此时表面富余的Ga原子总量为G。第二步,当(4×2)表面再构刚出现时,关闭Ga2#束流源。表面富余的Ga原子将被耗尽并有As原子的逐渐聚集,Ga2#束流源关闭经过时间t₂后表面出现(2×4)表面再构(富As)。也即在t₁过程中两个Ga源同时开启,而t₂阶段只有第一个Ga源开启,当观测到RHEED出现富Ga状态的(4×2)表面再构时,立即关闭第二个Ga束流源。此时表面总的富余As原子量恢复到最初的值A。第三步,我们可以推断在t₁+t₂整个时间段中的样品表面经历了富余As原子被耗尽而再度重新累积的过程中,As的结合率始终是处于最大值η_{max}。在第一段时间t₁过程中,表面的富余的As原子总量A被耗尽,并且出现总量为G的富余Ga原子。在第二段时间t₂过程中,表面富余的Ga原子总量G被耗尽,并随即出现总量为A的富余As原子。以上时间可以利用计时器获得。所以对应上述两个时间段,我们可以分别列出以下等式:

$$[0030] \quad (F_{Ga1\#} + F_{Ga2\#} - \eta_{max} \cdot F_{As}) \cdot t_1 = A + G \quad (1)$$

$$[0031] \quad (\eta_{max} \cdot F_{As} - F_{Ga1\#}) \cdot t_2 = A + G \quad (2)$$

[0032] 求解以上方程组,消除变量A和G,得到η_{max}的表达式如下:

$$[0033] \quad \eta_{max} = \frac{(F_{Ga1\#} + F_{Ga2\#} \cdot \frac{t_1}{t_1 + t_2})}{F_{As}} \quad (3)$$

[0034] 另外,在以上表达式中束流的单位可以直接采用束流计(BFM)测得的束流等效气压(BEP)代入求解。同时第二个Ga束流源也可以用Al束流源代替,因为Al和Ga同样属于三族元素,也可以起到结合表面As原子,使As结合率达到并超过最高值临界点的作用,这同时也增加了本测量方法的灵活性。

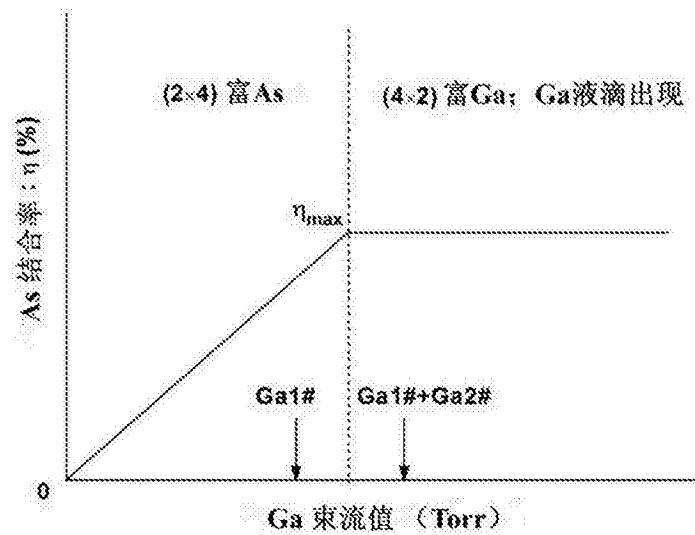


图1

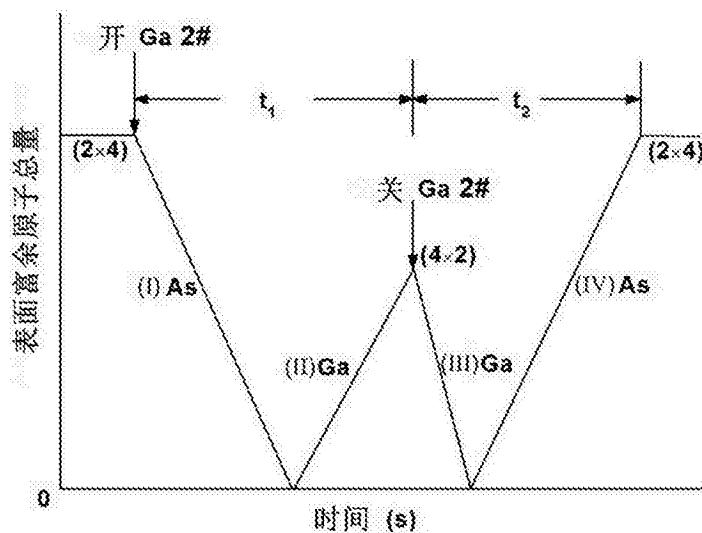


图2