

MBE 生长 $\text{Zn}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Se}/\text{ZnSe}$ 超晶格的 SIMS 和 AES 谱*

叶 海 陈云良 王海龙

(中国科学院上海光学精密机械研究所 上海 201800)

摘要 本文简要叙述了运用 MBE 技术成功生长出 $\text{Zn}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Se}/\text{ZnSe}$ 超晶格的一些工艺和参数,并对不同的样品进行了 SIMS 和 AES 的测试,首次测得了这种材料的元素分布,结果显示 $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ 超晶格有着良好的纵向元素分布.

PACC: 6855, 6865, 7360

1 引言

II-VI 族宽禁带超晶格量子阱材料,如 ZnSe-ZnTe 、 ZnS-ZnTe 、 ZnSSe-ZnTe 、 ZnCdSe-ZnSe 是制作短波长可见光波段光电子器件的理想材料,尤其是在1991年初美国3M 公司 Haase 等人^[1]以 $\text{Zn}_{0.8}\text{Cd}_{0.2}\text{Se}/\text{ZnSe}$ 量子阱为激活层,第一次在液氮温度77K 下实现了490nm 脉冲蓝绿光激射,使得 ZnCdSe-ZnSe 量子阱材料目前在国际上倍受人们的关注.用 MBE 生长 $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ 量子阱超晶格,由于构成量子阱的材料是 Zn、Cd、Se 的三元化合物,因此需要正确地选择适当的衬底温度和束压比.本文报道了我们在国产 III 型的 MBE 设备上,采用恰当的工艺和制备参数,成功地生长出 $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ 超晶格,并对所获得的样品进行了 SIMS 和 AES 谱的研究.

2 实验

GaAs(100)单晶衬底的处理按常规方法进行.MBE 系统的真空度控制在 $1.33 \times (10^{-7} \sim 10^{-6})\text{Pa}$. GaAs 衬底的氧化层在 $580 \sim 600^\circ\text{C}$ 之间脱附^[2],然后将 GaAs(100)衬底的温度维持在 350°C ,先生长一层 $0.3 \sim 0.6\mu\text{m}$ 的 ZnSe 缓冲层,随后将衬底的温度调至 250°C ^[3,4],待其稳定后,再生长 $\text{Zn}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Se}/\text{ZnSe}$ 超晶格.在这一温度下,可以防止生长过程中元素之

* 国家自然科学基金资助项目

叶 海 男,1966年生,硕士,当前从事专业为半导体激光

1994年7月22日收到初稿,1994年10月19日收到修改稿

间的互扩散.

目前,国际上普遍将 Cd 的含量定在 $x = 20\%$ 左右^[1,3,5,6,7],因为 Cd 的含量大于 35% 时, ZnCdSe 层的晶格质量将严重受损^[8],实验中为了使 Cd 的组分在 $x \approx 20\%$ 左右,我们把三种元素的束压比控制在 $p_{\text{Zn}}:p_{\text{Cd}}:p_{\text{Se}} \approx 2:1:3$,根据以前的实验经验,再结合表1的数据参数^[9],我们将三种元素的束压控制在: $1 \times 10^{-4} < p_{\text{Zn}} < 3 \times 10^{-3} \text{ Pa}$, $7 \times 10^{-5} < p_{\text{Cd}} < 1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$, $1 \times 10^{-4} < p_{\text{Se}} < 4 \times 10^{-3} \text{ Pa}$,而束压是通过控温实现的,即所谓温控束压.它们的外延炉温度分别为: $177 \sim 209^\circ\text{C}$ (T_{Zn}), $107 \sim 133^\circ\text{C}$ (T_{Cd}), $120 \sim 130^\circ\text{C}$ (T_{Se}).

表1 Zn、Cd、Se 三种元素的蒸气压对照表(0~1000℃)

元素	各温度(℃)下的蒸气压/Pa								
	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}	1	10	100
Zn	123	147	177	209	247	292	344	408	487
Cd	74	95	119	146	177	217	265	320	392
Se	63	83	107	133	164	199	243	297	363

根据以上条件, $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ 超晶格的生长速率可达 $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}/\text{h}$ ^[10],现将已获得的部分样品参数列于表2.

表2 $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ 超晶格结构参数

样品号	周期数	阱宽/nm	垒宽/nm
ZCS-4	2	40	7
ZCS-6	6	4	7
ZCS-7	3	8	12
ZCS-8	3	7	12
ZCS-9	4	7	12
ZCS-10	10	4	7

3 结果与讨论

结构分析是超晶格测试的基本内容之一,是为了检测超晶格样品是否具有良好的、成分突变的界面,周期是否均匀,有无互混等.常用的超晶格成分检测方法有 X 射线衍射(XRD),透射电子显微镜(XTEM),卢瑟福背散射(RBS)等. XRD 和 RBS 虽然是非破坏性的,但它们只能对超晶格结构总的完整性给出鉴定,而不能对每一层结构的厚度变化作出判断. XTEM 是直观地鉴定层状结构及其界面完整性的方法,但样品的减薄是一件耗时费力的工作.二次离子质谱(SIMS)和俄歇电子能谱(AES)是分析样品元素及其分布情况的重要手段,除了分析超晶格的结构之外,还能给出每一层中成分的变化.

二次离子质谱是针对样品中的 Cd 元素和 Se 元素进行测试的,实验通过测射的方法逐层剥离样品,并探测样品中被溅射的粒子数,使我们从纵向了解样品的层次和元素分布的情况.图1、图2、图3分别是样品 ZCS-8、ZCS-9 和 ZCS-10 的 SIMS 实验测试结果.

这些 SIMS 的实测结果均反映样品中 Cd 和 Se 两种元素随溅射时间的变化情况,其中纵轴对应的是二次离子的数量,横轴是溅射时间.因为不同的溅射时间代表不同的测射深度,所以 SIMS 图中不同元素的对应的二次离子数量的变化实际上就代表了该元素在样品中的深度分布情况.

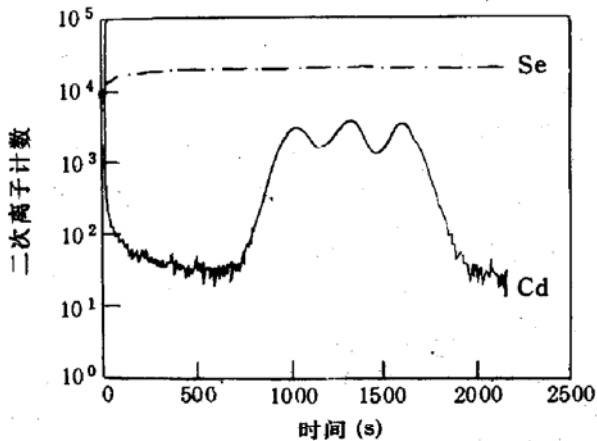


图1 样品 ZCS-8的 SIMS 谱图

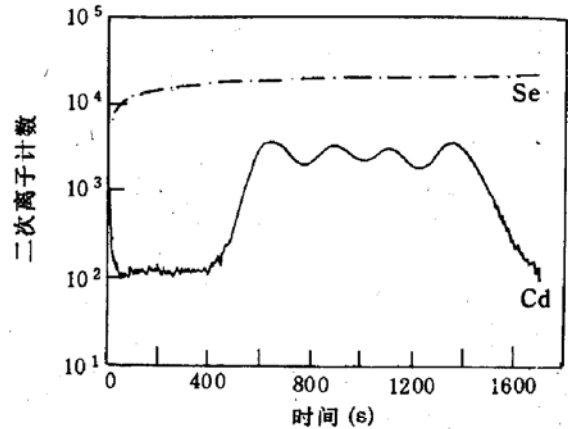


图2 样品 ZCS-9的 SIMS 谱图

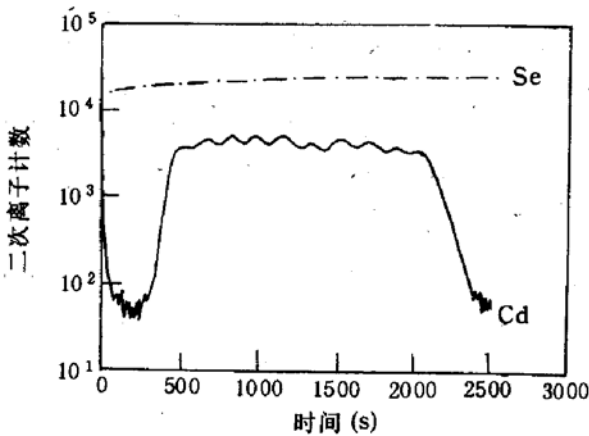


图3 样品 ZCS-10的 SIMS 谱图

图1是 $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ 量子阱材料中 Cd 和 Se 元素的深度分布. 其中 Se 元素对应的二次离子数随溅射时间变化平稳,基本上是一条平直的直线,说明样品中这种元素的深度分布很均匀,反映在生长样品时,Se 元素的束压控制稳定度高. 另外一条曲线对应于 Cd 元素,振荡的线形和三个峰的周期性出现正反映了 Cd 元素是周期性均匀地掺入样品中的,同时表明此样品中有三层 ZnCdSe ,是一个有三个阱的超晶格,这与预先生长三个阱的设计符合得很好. 图2、图3的结果亦是如此.

样品 ZCS-10在测试过程中共溅射了2501秒,溅射深度是210nm,由此可以算出 $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ 量子阱超晶格材料的周期是14.4nm,阱宽 $L_w = 5.4\text{nm}$,垒宽 $L_b = 9\text{nm}$,比生长估计值 $L_w = 4.0\text{nm}$, $L_b = 7.0\text{nm}$ 大30%.

AES 早先曾被用来分析 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ 超晶格的深度剖面分布,得到 Al 和 Ga 的 AES 峰高随氦离子溅射时间周期性振荡的变化^[11]. 图4和图5是我们用 AES 测量 ZCS-8号样品的能谱图,其中图4是样品表面扫描的结果,图5是深度扫描的结果. 根据俄歇峰能量的位置判断,样品表面除本来存在的 Zn 和 Se 两种元素外,还有 C 和 O 的污染物. 利用溅射离子枪逐层剥离样品表面,在距样品表面不同的深度下,逐次再做 AES 测试,我们就获得该样品在不同深度层次上的4条对应的 AES 能谱曲线. 如图5,从上至下,在 AES 能谱曲线中, C 元素和 O 元素的峰值逐步减小到消失,这说明溅射离子枪剥离样品表面是有效的,并且样品本身内部的生长是良好的,没有受到 C、O 等杂质的影响. 其中第2、4条曲线,在能量360~380eV 之间出现了一个小的能量峰,这表明是 Cd 元素,它的间隔出现显示生长过程中对 Cd 元素掺入的不连续性,同时也表明在结构上, ZnSe 和 ZnCdSe 是相间排列,交替出现的.

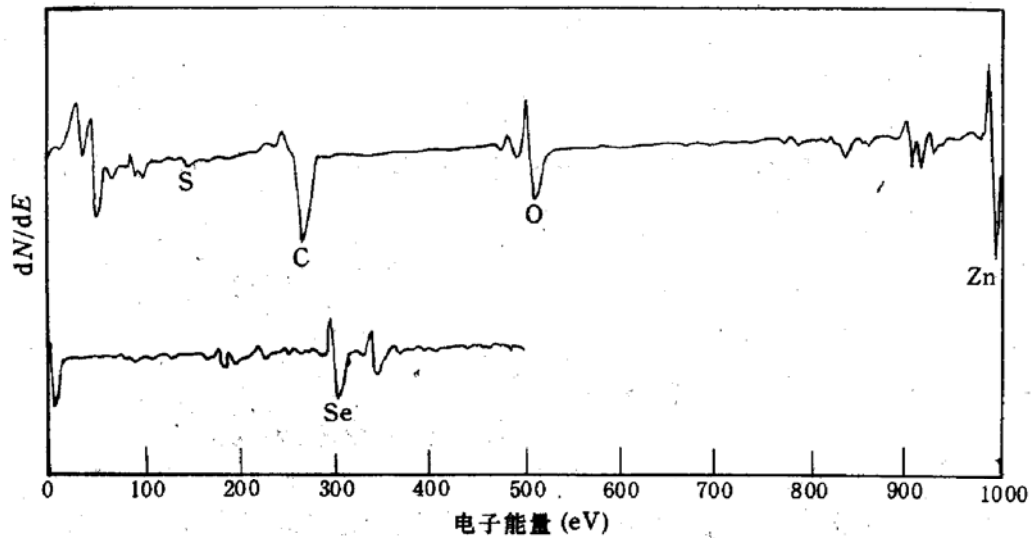


图4 ZCS-8表面俄歇扫描图

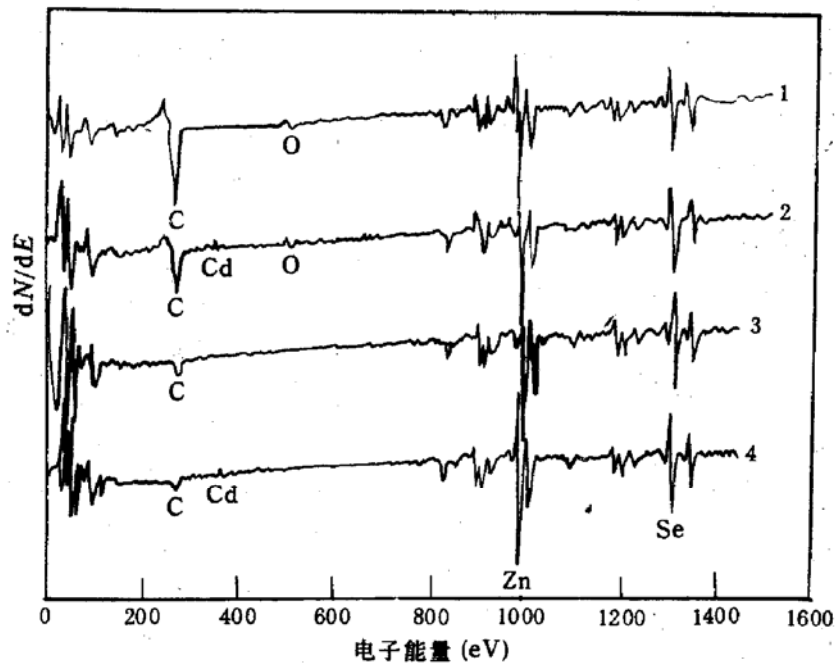


图5 ZCS-8深度俄歇扫描图

参 考 文 献

- [1] M. A. Haase, J. Qiu, J. M. Depuydt and H. Cheng, Appl. Phys. Lett., 1991, **59**:1272.
- [2] 徐梁, 王海龙, 崔捷, 等, 半导体学报, 1993, **14**:505.
- [3] W. Xie, D. C. Grillo, M. Kobayashi *et al.*, J. Crystal Growth, 1993, **127**:287.
- [4] T. Yokogawa, P. D. Floyd, M. M. Hashemi *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1993, **62**:3488.
- [5] H. Jeon, J. Ding, W. Patterson *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1991, **59**:3619.
- [6] R. L. Aggarwal, J. J. Zayhowski and B. Lax, Appl. Phys. Lett., 1993, **62**:2899.
- [7] J. M. Wallace, J. Simpson, S. Y. Wang *et al.*, J. Crystal Growth, 1992, **117**:320.
- [8] N. Samarth, H. Luo and J. K. Furdyna *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1990, **56**:1163.
- [9] R. E. Honig, RCA Rev., 1962, **23**:61.

- [10] 陈云良, 崔捷, 沈爱东, 等, 科学通报, 1993, **38**:27
[11] R. Ludeke, L. Esaki and L. L. Chang, Appl. Phys. Lett., 1974, **24**:417.

$\text{Zn}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Se}/\text{ZnSe}$ Superlattice Grown by MBE

Ye Hai, Chen Yunliang and Wang Hailong

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics,
The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

Received 22 July 1994, revised manuscript received 19 October 1994

Abstract We have successfully grown $\text{Zn}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Se}/\text{ZnSe}$ superlattices by MBE, and have measured different samples with SIMS and AES. We have gained the elements distribution in this kind of material for the first time. The results show a good elements longitudinal distribution in $\text{ZnCdSe}/\text{ZnSe}$ superlattices.

PACC: 6855, 6865, 7360