



**HAL**  
open science

# Observation du début de la croissance du GaAs/InP par OMCVD

J. Meddeb, M. Pitaval, R. Azoulay, N. Draidia

► **To cite this version:**

J. Meddeb, M. Pitaval, R. Azoulay, N. Draidia. Observation du début de la croissance du GaAs/InP par OMCVD. Journal de Physique III, 1992, 2 (3), pp.287-294. 10.1051/jp3:1992127 . jpa-00248743

**HAL Id: jpa-00248743**

**<https://hal.science/jpa-00248743>**

Submitted on 4 Feb 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification  
Physics Abstracts  
61.16D — 68.55

## Observation du début de la croissance du GaAs/InP par OMCVD

J. Meddeb <sup>(1)</sup>, M. Pitaval <sup>(1)</sup>, R. Azoulay <sup>(2)</sup> et N. Draidia <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> D.P.M. Univ. Claude Bernard, 43 bd du 11 Novembre 1981, 69622 Villeurbanne, France

<sup>(2)</sup> C.N.E.T. Laboratoire de Bagneux, 196 rue Henry Ravera, 92220 Bagneux, France

*(Reçu le 21 juin 1991, révisé le 22 novembre 1991, accepté le 25 novembre 1991)*

**Résumé.** — A partir d'observations directes par microscopie électronique en transmission de la première étape de la croissance de GaAs sur des substrats (001) d'InP par OMCVD, nous montrons qu'une couverture totale du substrat a lieu pour des couches de 65 Å d'épaisseur, déposées à 450 °C. Lorsque l'épaisseur de la précouche augmente (de 65 à 550 Å) et après un recuit de 5 mn à 700 °C, la couche se relaxe de plus en plus et la densité des défauts plans diminue ; en revanche, la rugosité de la surface augmente parallèlement. Une précouche d'épaisseur de l'ordre de 150 Å semble être la mieux adaptée pour réaliser le compromis entre la couverture du substrat, une faible densité de défauts et une bonne morphologie de la surface.

**Abstract.** — The first step growth of MOCVD GaAs/InP is studied using Transmission Electron Microscopy. We show that a complete coverage occurs for layers as thin as 65 Å, grown at 450 °C. When the thickness increases and after a 700 °C annealing during 5 mn, the layers are more relaxed and the planar defects density decreases clearly, but unfortunately thick epilayers (550 Å) are less smooth than thinner ones. So, the optimum epilayer thickness realising the compromise between complete surface substrate coverage, defect density and surface roughness was found to be in the order of 150 Å.

### 1. Introduction.

Pour la réalisation de circuits intégrés optoélectroniques bien adaptés aux systèmes de communication par fibres optiques, il est intéressant d'associer des composants optoélectroniques comme les lasers ou les détecteurs basés sur l'InP, à des composants électroniques très rapides comme les MESFET dont la technologie sur GaAs est bien établie et qui sont actuellement plus performants que sur InP. La croissance de GaAs sur InP a été réalisée aussi bien par OMCVD [1-5] que par MBE [6, 7] en dépit de l'écart des paramètres de maille entre les deux matériaux (3,8 %) et de la différence de leurs coefficients de dilatation thermique qui sont sources de défauts linéaires et plans, néfastes aux performances électroniques du composant. Avec les deux méthodes il est nécessaire de procéder en deux étapes. La première est l'hétéroépitaxie d'une couche mince GaAs/InP à basse température, la deuxième est l'homoépitaxie GaAs/GaAs à une température relativement plus élevée conduisant à une

couche de quelques microns d'épaisseur. Comme les conditions de croissance de couches de GaAs de bonne qualité en homoépitaxie sont bien maîtrisées, il est clair qu'une couche de bonne qualité cristalline ne sera obtenue que si la première étape est bien comprise et bien contrôlée. Les différents travaux sur ce type d'hétérostructure ne traitent que très brièvement cette étape [3, 4].

Le but de cette étude sera donc de déterminer les meilleures conditions pour obtenir une précouche optimale.

## 2. Conditions expérimentales.

Les couches de GaAs ont été épitaxiées dans un réacteur vertical opérant à la pression atmosphérique. Le transport de l'arsine pure et du trimethylgallium est assuré par de l'hydrogène purifié à travers du palladium. Des substrats (001) d'InP dits « prêt à l'emploi » et n'ayant subi aucune préparation préalable ont été utilisés [9]. Ne disposant pas de phosphine, l'oxyde natif a été enlevé par chauffage à 450 °C sous arsine.

Nous avons étudié deux séries d'échantillons avec des couches de GaAs de 65, 150 et 550 Å d'épaisseur ; déposées à 450 °C. Cette température permet d'éviter la désorption du phosphore qui dégraderait la surface du substrat. Pour la première série les couches n'ont subi aucun traitement thermique, alors que pour la seconde elles ont été recuites pendant 5 mn sous arsine à 700 °C, qui est la température optimale [9] pour la deuxième étape de la croissance. Une couche épaisse d'environ 4 µm ayant subi les deux étapes de la croissance a été également observée. Les substrats de tous ces échantillons sont désorientés de 2° par rapport à la direction  $\langle 110 \rangle$  [1].

Pour cette étude nous avons utilisé un microscope électronique JEOL 200 CX ayant une résolution point à point de 2,2 Å. Les échantillons observés en surface ont été amincis mécaniquement par la face arrière et achevés par une attaque chimique avec une solution à 5 % de brome-méthanol alors que ceux observés en coupe transverse ont été préparés par clivage et amincissement mécanique puis ionique suivant les procédures usuelles.

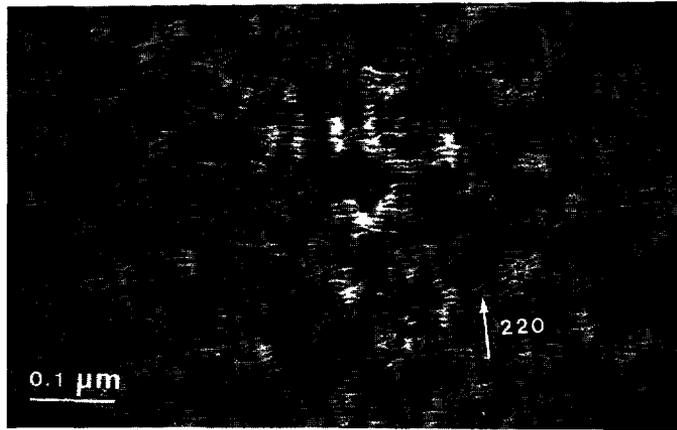
## 3. Résultats et discussion.

On commencera par présenter les résultats des observations des couches minces suivant la direction de la croissance, ce qui permet de voir le taux de couverture du substrat, la constitution et l'évolution du réseau de dislocations en fonction de l'épaisseur et après un recuit à la température de croissance.

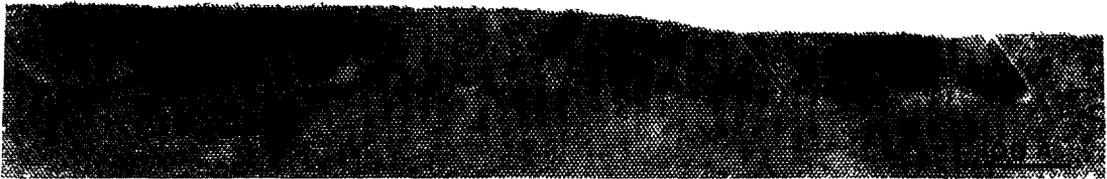
Les observations en haute résolution suivant les deux directions  $\langle 110 \rangle$  nous apporterons des renseignements complémentaires sur la nature et la répartition des défauts ainsi que sur la morphologie de la surface et de l'interface.

La figure 1a est une vue plane de la couche de 65 Å de GaAs déposée à 450 °C, prise en condition de deux faisceaux (220). Les franges de Moiré observées sur tout l'échantillon montrent que le GaAs recouvre entièrement le substrat d'InP. Ces franges sont fortement tourmentées par la présence de défauts et de contraintes résiduelles. Ces défauts, visibles sur les figures 1b et 1c sont constitués de fautes d'empilement, de dislocations de Lomer, reconnaissables par l'association des deux demi-plans supplémentaires reposant dans des plans (111), et de quelques dislocations parfaites à 60° caractérisées par un seul demi-plan (111) supplémentaire.

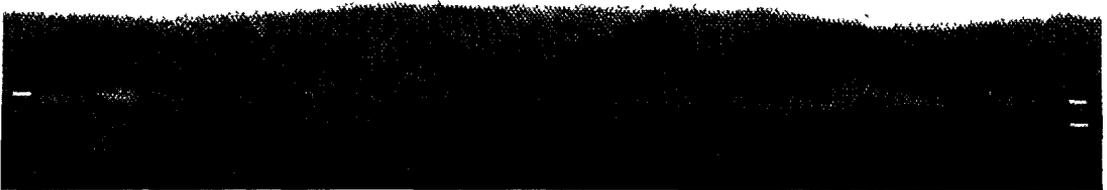
Les observations en faisceaux faibles ( $g, 4g$ ) avec les réflexions (220) et ( $2\bar{2}0$ ), nous permettent d'imager et de caractériser ces dislocations par leurs extinctions relatives. Elles forment un réseau organisé en deux familles orthogonales avec des vecteurs de Burgers



a)



b)



c)

Fig. 1. — a) Image en champ clair en deux ondes ( $g = 220$ ) au voisinage de l'axe  $\langle 001 \rangle$  de la couche de GaAs de  $65 \text{ \AA}$  d'épaisseur, déposée à  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  sans recuit. Contraste de moiré couvrant toute la surface du substrat d'InP. b) et c) Images en haute résolution de la même couche ( $65 \text{ \AA}$  sans recuit) suivant les axes  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ .

[a] Bright field image ( $g = 220$ ) near  $\langle 001 \rangle$  zone of the non annealed  $65 \text{ \AA}$  GaAs layer. Moiré contrast on the whole InP substrate surface. b) and c) High-resolution TEM images of the same sample of figure 1a, viewed near  $\langle 110 \rangle$  and  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  zones.]

$a/2 \langle 110 \rangle$  et  $a/2 \langle 1\bar{1}0 \rangle$  (Figs. 2a et 2b). L'espacement moyen entre les lignes de dislocations décroît de  $150 \text{ \AA}$  pour la couche de  $65 \text{ \AA}$  la plus mince sans recuit à  $130 \text{ \AA}$  pour la couche de  $550 \text{ \AA}$ . Le recuit de ces couches sous tension, réduit encore plus cet espacement qui approche, sans l'atteindre, la valeur de  $115 \text{ \AA}$  correspondant à une couche entièrement relaxée. Les mesures de DDX effectuées par Azoulay *et al.* sur des couches de  $2$  à  $3 \text{ }\mu\text{m}$  d'épaisseur montrent la persistance d'une contrainte résiduelle due à la différence de coefficients de dilatation thermique des deux matériaux [1, 8], celle-ci se traduit par une déformation de maille  $\varepsilon = 0,57 \times 10^{-3}$ .

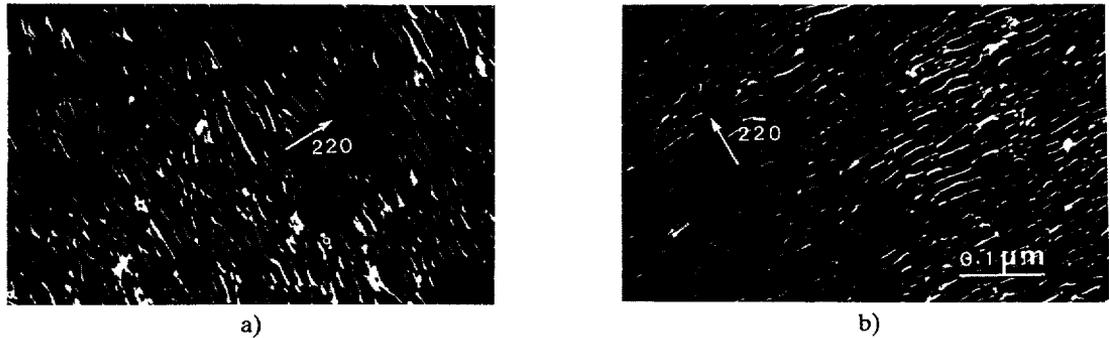


Fig. 2. — a) et b) Images en champ faible ( $g, 4g$ ) avec les réflexions  $(220)$  et  $(2\bar{2}0)$  de la couche de  $150 \text{ \AA}$  de GaAs recuite, montrant un réseau de dislocations de Lomer organisé en deux familles orthogonales.

[a) and b) Weak beam images ( $g, 4g$ ) with  $(220)$  and  $(2\bar{2}0)$  reflexions of the annealed  $150 \text{ \AA}$  GaAs layer showing a Lomer dislocation network organised in two orthogonal families lying in  $\langle 110 \rangle$  and  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  directions.]

Un décalage entre les lignes de dislocations de 50 % du pas du réseau est parfois observé (Figs. 2a et 2b). Il est associé à la présence de dislocations à  $60^\circ$  [10] dont la composante coin du vecteur de Burgers, efficace pour l'accommodation du désaccord de paramètre est égale à la moitié de celle des dislocations de Lomer. Ces dislocations à  $60^\circ$  sont parfois dissociées et une des partielles initie à partir de l'interface les fautes d'empilement.

L'examen en coupe transverse de la couche de  $150 \text{ \AA}$  montre que la désorientation du substrat n'influe pas sur la répartition des fautes d'empilement. Leur densité est pratiquement équivalente suivant les deux directions  $\langle 110 \rangle$  (Figs. 3a et 3b); elle diminue lorsque

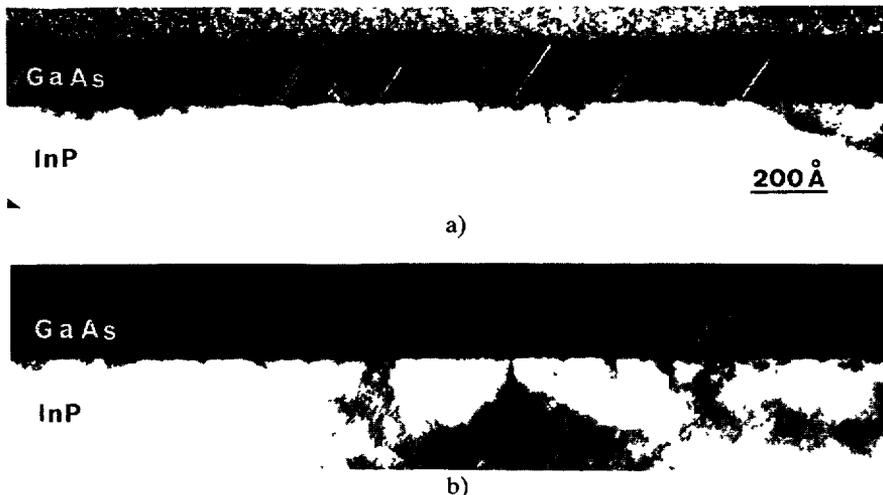


Fig. 3. — a) et b) Images en champ sombre ( $g = 200$ ) suivant les directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  en zones épaisses de la couche de  $150 \text{ \AA}$  de GaAs non recuite. Equivalence de la répartition des fautes d'empilement.

[a) and b)  $(200)$  Dark field images of the non annealed  $150 \text{ \AA}$  GaAs film. The same planar defects density in  $\langle 110 \rangle$  and  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  directions.]

l'épaisseur augmente et après recuit mais l'état de surface parallèlement se dégrade. En effet, les couches minces de 65 Å (Figs. 1b et 1c) et 150 Å (Figs. 4a et 4b) ont des surfaces assez lisses alors que celle de 550 Å (Fig. 5) est plus rugueuse et ne peut donc servir à la croissance d'une couche ultérieure. Les différentes observations en haute résolution nous ont permis de relever une bonne définition de l'interface indiquant une entière désorption de l'oxyde natif.



a)



b)

Fig. 4. — a) et b) Images en haute résolution suivant les directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  de régions sans défauts plans de la couche de 150 Å de GaAs recuite. Les flèches indiquent les demi-plans supplémentaires.

[a) and b) HRTEM image of 150 Å GaAs annealed film viewed in  $\langle 110 \rangle$  and  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$  directions showing thin regions without planar defects. The extra half planes due to dislocations are indicated by arrows.]

Ces résultats contrastent fortement avec ceux que nous avons observé sur des précouches de GaAs/Si [11]. Pour une même désorientation et bien que la croissance ait eu lieu à une température inférieure (400 °C), le substrat n'est couvert que partiellement par des îlots étirés suivant la direction  $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ . Ces îlots présentaient une plus forte densité de fautes d'empilement suivant la direction  $\langle 110 \rangle$ . Vannufel *et al.* [12] ont pu élaborer des précouches de GaAs de 45 Å d'épaisseur, bidimensionnelles continues ; mais observaient la même



Fig. 5. — Image en haute résolution suivant la direction  $\langle 110 \rangle$  de la couche de 550 Å de GaAs non recuite.

[HRTEM cross section of the non annealed 550 Å GaAs thick layer.]

anisotropie de répartition des fautes d'empilement. Cette différence est associée aux bords de marches qui formeraient des obstacles à une croissance latérale créant ainsi des sites de nucléation régulièrement espacés.

Pour notre système GaAs/InP, l'influence de la désorientation des substrats sur la qualité des couches a été étudié par Azoulay *et al.* [1]. Une légère diminution de la largeur à mi-hauteur du pic (004) de DDX a été relevée pour les substrats désorientés de  $2^\circ$  par rapport à  $\langle 110 \rangle$ , sur les substrats d'orientation directe (001) et désorientés de  $2^\circ$  par rapport à  $\langle 111 \rangle$  les valeurs sont du même ordre. L'isotropie de répartition des fautes d'empilement suivant les directions  $\langle 110 \rangle$ , leur espacement de 13 nm pour la couche la plus mince alors que la distance entre les bords de marches biatomiques est de 8 nm et l'évolution de leur densité ; nous portent à croire que la nucléation de ces fautes d'empilement se fait au tout début de la

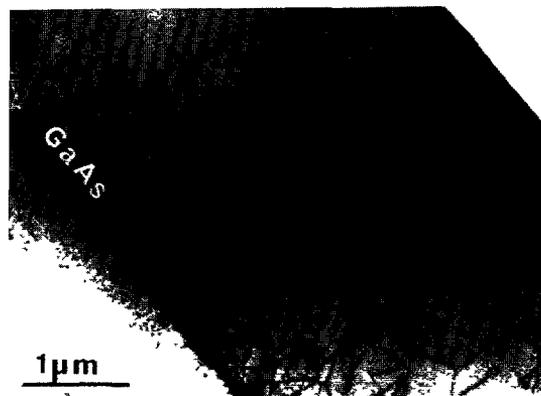


Fig. 6. — Coupe transverse d'une couche complète de 4 μm de GaAs.

[TEM cross section of 4 μm GaAs thick layer.]

croissance probablement par la coalescence d'une très forte densité d'îlots telle que le recouvrement du substrat ait lieu très tôt. Ces îlots de très faibles tailles seraient répartis sur les terrasses indifféremment suivant les deux directions  $\langle 110 \rangle$ . On pense qu'il est possible d'obtenir une couverture totale du substrat pour des couches encore plus minces ce qui nous permettrait alors de déterminer le mode de croissance exact ainsi que le mécanisme de nucléation des défauts.

#### 4. Conclusion.

Une couverture totale du substrat d'InP peut être obtenue pour une couche de 6,5 nm d'épaisseur par OMCVD à 450 °C. La densité et la nature des défauts est la même pour les deux directions  $\langle 110 \rangle$  malgré une désorientation de la surface du substrat par rapport à l'une d'entre elles. Lorsque l'épaisseur de la couche augmente et après recuit, la densité de défauts diminue mais la rugosité de la surface augmente. Une précouche de l'ordre de 150 Å d'épaisseur nous semble réaliser un bon compromis entre la couverture du substrat, une faible densité de défauts et une bonne morphologie de la surface. Des couches complètes de 4 µm d'épaisseur qui avaient été élaborées avec une précouche de 200 Å et n'ayant subi aucun traitement thermique présentent à la surface une densité de dislocations de  $3 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$  (Fig. 6). Cette densité est parmi les meilleures de celles rapportées dans la littérature pour la même hétérostructure [2, 5].

#### Bibliographie

- [1] AZOULAY R., CLEI A., DUGRAND L., DRAIDIA N., LEROUX G. et BIBLEMONT S., *J. Cryst. Growth* **107** (1191) 926-931.
- [2] CHAKRABARTI U. K., HOBSON W. S., SWAMINATHAN V., PEARTON S. J., NAKAHARA S., LAMONT SCHNOES M. et THOMAS P. M., *Indium Phosphide and Related Materials for Advanced Electronic and Optical Devices SPIE* **1144** (1989) 69.
- [3] REN F., HOBSON W. S., PEARTON S. J., OSTER L. J. et SMITH P. R., *IEEE Electron Dev. Lett. EDL-10* (1989) 389.
- [4] FREUNDLICH A., GRENET J. C., NEU G., LANDA G. et CARLES R., *Appl. Phys. Lett.* **55** (1989) 1558.
- [5] BHAT R., LO Y.-H., CANEAU C., CHANG-HASNAIN C. J., SKROMME B. J., HWANG D. M., ZAH C. E. et KOZA M. A., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **145** (1989) 367.
- [6] KASAHARA K., ASANO K. et ITOH T., *Int. Symp. GaAs and Related Compounds*, Heraklion, Greece (1987).
- [7] AGARWALA S., WON T. et MORKOÇ H., *Appl. Phys. Lett.* **54** (1989) 1151-1153.
- [8] LAMONT SCHNOES M., HARRIS T. D., HOBSON W. S., LUM R. M. et KLINGERT J. K., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **145** (19 ) 405.
- [9] Thèse de N. Draidia, INPG Grenoble (juillet 1991) p. 212-214.
- [10] ZHU J. G. et CARTER C. B., *Philos. Mag. A.* **62** (1990) 319-328.
- [11] BREMOND G., SAID H., GUILLOT G., MEDDEB J., PITAVAL M., DRAIDIA N. et AZOULAY R., *Physical concepts of material for novel optoelectronic device, Application : Materials growth and characterization SPIE* **1361** (1990) 94.
- [12] VANNUFEL C., BEAUCOUR J., ANDRÉ J. P. and CHEVALIER J. P., *Microsc. Semicond. Mater. Conf.* (Oxford, April 10-13 1989) 115-120.