

# Die Oberflächenstruktur von epitaxial aufgewachsenen Indiumarsenidschichten

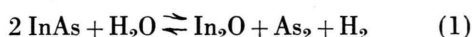
GERHARD NENTWICH

Institut für Grundlagen und Theorie der Elektrotechnik, Technische Hochschule Wien

(Z. Naturforsch. 21 a, 816–819 [1966]; eingegangen am 2. Februar 1966)

Es wurden Epitaxieschichten von Indiumarsenid auf Galliumarsenid untersucht. Dabei wurde bei 755 °C Substrattemperatur das Auftreten von Pyramiden an der Probenfläche festgestellt. Aus den Elektronenbeugungsaufnahmen kann geschlossen werden, daß es sich um Pyramiden mit {311}-Flächen handelt.

In der vorliegenden Arbeit wird über die Struktur von InAs-Schichten berichtet, die bei 755 °C mittels der Transportreaktion



auf die (111)-Fläche (Galliumfläche) von GaAs-Plättchen aufwachsen (vgl. hierzu auch <sup>1</sup>). Diese Proben wurden dann mittels Elektronenstrahlenbeugung (Beschleunigungsspannung  $U = 80 \text{ kV}$ ) in Reflexion im  $\langle 011 \rangle$ -Azimut und im  $\langle 211 \rangle$ -Azimut untersucht.

Die Beugungsbilder für den  $[0\bar{1}1]$ -Azimut (Abb. 1) zeigten das typische Bild für das Auftreten eines (111)-Zwillings (Abb. 2). Bemerkenswert an den Beugungspunkten war aber, daß die Punkte für beide Gitter charakteristisch verformt waren. Die Beugungspunkte hatten birnenförmige Form, wobei die Richtung der Verlängerung in die  $[2\bar{1}\bar{1}]$ - bis  $[3\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung weist. Dadurch scheint es, als ob die Punkte, je nach ihrer Zugehörigkeit zum Grund- oder Zwillingsgitter, markiert wären, während Punkte, die von beiden Gittern herrühren [z. B. (222), (333) usw.], Verlängerungen in beiden Richtungen zeigen.

Bei den Beugungsaufnahmen im  $\langle 211 \rangle$ -Azimut (Abb. 3) zeigen die Beugungspunkte ebenfalls Verformungen, hier allerdings symmetrisch zu der Oberflächennormalen  $[111]$  in den Richtungen  $[2\bar{1}3]$  und  $[2\bar{3}1]$ . Bei Aufnahmen in diesem Azimut können Zwillingsbildungen nach (111) nicht erkannt werden, da die Beugungsbilder wegen ihrer Symmetrie zu  $[111]$  zusammenfallen, das heißt, jeder Beugungspunkt sowohl dem Grundgitter als auch dem Zwillingsgitter angehört (Abb. 4).

Zusätzlich zu diesen Elektronenstrahlauflnahmen wurde die Oberfläche in einem Metallmikroskop untersucht. Die Oberfläche ist nicht eben, sondern von

dreiseitigen Pyramiden mit einer Basislänge von einigen  $\mu$  bedeckt.

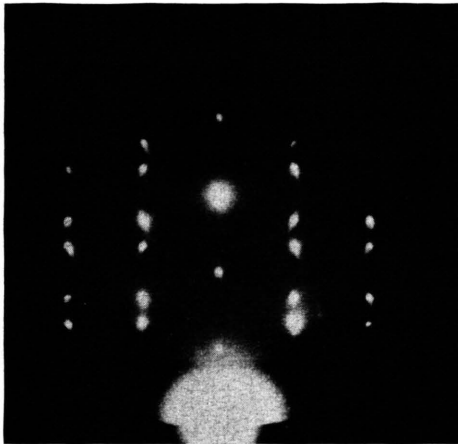
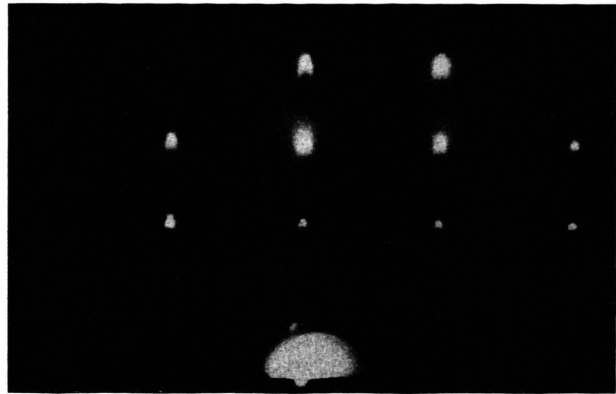
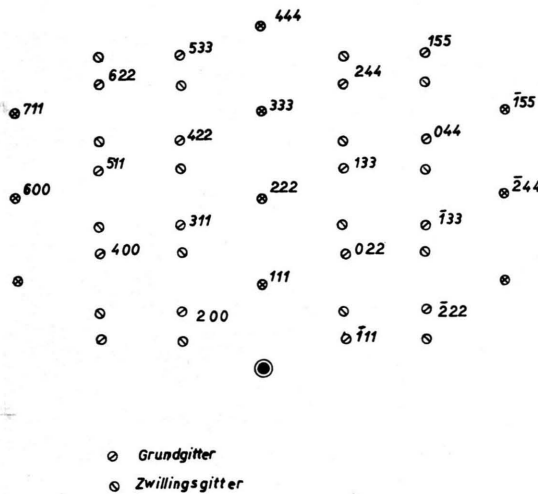
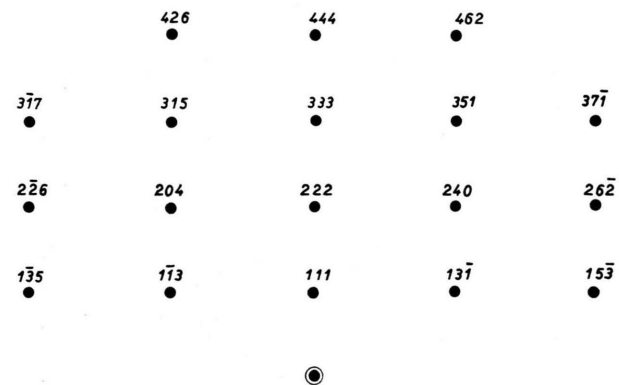
Die Pyramiden treten nur in zwei Orientierungen auf, die zueinander um  $180^\circ$  (das ist gleichwertig mit  $60^\circ$  oder  $120^\circ$ ) verdreht sind. Die Basiskanten sind dabei stets parallel zu  $\langle 011 \rangle$ . Innerhalb verschieden großer Bereiche ändert sich die Orientierung dieser Pyramiden nicht (Abb. 5). Da die Orientierung der aus der Oberfläche herausragenden Pyramiden sicher mit der Orientierung der Unterlage zusammenhängt, wird es sich bei diesen Gebieten mit gleicher Lage der Pyramiden sicher um Kristallbereiche handeln, die zueinander in Zwillingsstellung nach  $[111]$  stehen.

Es stellt sich nun die Frage nach der Orientierung der Oberflächen der eben beschriebenen Pyramiden. Dabei dürfte es sich aus physikalischen Gründen um  $(\bar{1}11)$ ,  $(311)$  oder  $(511)$ -Flächen handeln (die drei Indizes sind für die einzelnen Flächen jeweils zyklisch zu vertauschen), wenn wir die aus Wachstumsgründen unwahrscheinlichen Flächen unberücksichtigt lassen. Da die Oberflächenbeschaffenheit bei Elektronenstrahlreflexionsaufnahmen stets einen wesentlichen Einfluß auf die Form der Interferenzpunkte hat, und die asymmetrischen Beugungseffekte nur bei jenen Schichten zu beobachten waren, deren Oberflächen von dreiseitigen Pyramiden bedeckt sind, ist es sicher, daß diese die Ursache für die Verlängerung der Punkte sind.

Die Erklärung dieser asymmetrischen Beugungseffekte ist schwierig, da sich verschiedene Erscheinungen überlagern können. Die Elektronenstrahlen können beim Eindringen und Verlassen der Pyramiden gebrochen werden. Zusätzlich existiert um jeden reziproken Gitterpunkt eines Kristallits, und als solchen können wir jede einzelne der nach der Unterlage orientierten Pyramide betrachten, eine Intensitätsregion, die durch „LAUESCHE Stacheln“ senkrecht

<sup>1</sup> G. BAUER, Dissertation, Universität Wien 1966.



Abb. 1. Elektronenstrahlaufnahme von Indiumarsenid im  $\langle 011 \rangle$ -Azimut.Abb. 3. Elektronenstrahlaufnahme von Indiumarsenid im  $\langle 211 \rangle$ -Azimut.Abb. 2. Beugungsbild eines kfz oder ZB-Kristalls im  $[0\bar{1}1]$ -Azimut.Abb. 4. Beugungsbild eines kfz oder ZB-Kristalls im  $[\bar{2}11]$ -Azimut.

zu jeder Fläche angenähert werden kann<sup>2</sup>. Diese Stacheln sind jedoch nach der Beugungstheorie symmetrisch zum Zentrum des reziproken Gitterpunktes. Es gibt daher nach PASHLEY<sup>3</sup> drei Erklärungen für die asymmetrische Intensitätsregion: a) Brechungseffekt, b) Wechsel der Kristallstruktur an der Oberfläche, c) Kristalldefekte an der Oberfläche. Ein Wechsel der Kristallstruktur kann jedoch ausgeschlossen werden, da dieser zu neuen Beugungspunkten (hexagonales Gitter) Anlaß geben würde, die aber nicht festgestellt werden konnten.

Gleicherweise erscheint es nicht wahrscheinlich, daß die beobachtete Asymmetrie allein von asymmetrischen Stacheln als Folge einer Gitterstörung an der Oberfläche hervorgerufen wird. Da diese Stacheln senkrecht zu den Pyramidenflächen gerichtet sind, also im  $[\bar{2}11]$ -Azimut nicht in der Bildebene liegen würden, würde eine geringfügige Abweichung vom Azimut eine wesentliche Bevorzugung des Stachels bedeuten, der der Bildebene näher kommt. Dies ist aber in Abb. 3 nicht zu bemerken, obwohl hier wegen der verschiedenen Sichtbarkeit der an

<sup>2</sup> H. RAETHER, Elektroneninterferenzen; Handbuch der Physik, Band XXXII, Verlag Springer, Berlin 1957.

<sup>3</sup> D. W. PASHLEY, Proc. Phys. Soc. London **64**, 1113 [1951].

sich gleichwertigen Punkte (26 $\bar{2}$ ) und (2 $\bar{2}$ 6) eine nicht unmerkliche Abweichung vom Azimut angenommen werden muß.

Ein reiner Brechungseffekt dürfte nur Anlaß zu Nebenpunkten geben. Wie die folgende Rechnung zeigt, liegen diese jedoch so nahe, daß eine Trennung praktisch nicht möglich ist. Überdies entarten diese Punkte durch kleine Variationen des Einfallswinkels, z. B. durch Verwackelung der Kristallite in der Schicht, zu Strichen.

Die Verschiebung der Strahlrichtung des Elektronenstrahls beim Durchtritt durch die Kristallflächen beträgt<sup>4</sup>:

$$\Delta s = (V_0/U) (\mathbf{n}_1/\cos \Phi_1 - \mathbf{n}_2/\cos \Phi_2), \quad (2)$$

wenn  $V_0$  das innere Potential und  $U$  die Beschleunigungsspannung der Elektronen ist.  $\mathbf{n}_1$  ist die Flächennormale auf die Eintrittsebene und  $\Phi_1$  der Winkel des Strahls mit dieser.  $\mathbf{n}_2$  und  $\Phi_2$  sind die entsprechenden Werte für die Austrittsebene. Die Normalenrichtung  $\mathbf{n}_i$  wird in allen Fällen nach außen gezählt. Die Formel gilt für den Fall, daß

$$\cos \Phi_i \gg V_0/U \quad (3)$$

ist, also nicht für den Fall des streifenden Einfalls. Die detaillierte Durchrechnung für diesen Fall scheint nicht sinnvoll, da dazu die genaue Kenntnis des inneren Potentials notwendig ist. Wie man aber aus Gl. (2) sieht, wird ein Strahl, der eine Ebene streifend durchsetzt, besonders stark in die Richtung der negativen Flächennormalen abgelenkt. Wir können, da wir ein kubisches Gitter betrachten, die MILLER'schen Richtungsindizes der Ebenen und Gittergeraden als unnormierte Normalen- bzw. Richtungsvektoren betrachten. Der Winkel  $\Phi_i$  zwischen dem Strahl mit der Richtung  $\mathbf{s}$  und der Flächennormalen  $\mathbf{n}_i$  errechnet sich daher leicht nach

$$\cos \Phi_i = \mathbf{s} \cdot \mathbf{n}_i / (|\mathbf{s}| |\mathbf{n}_i|). \quad (4)$$

Betrachten wir nun die Ablenkungen im einzelnen (Abb. 6).

1) [0 $\bar{1}$ 1]-Azimut: Bei diesem Azimut kommen für die Ablenkung im wesentlichen zwei Möglichkeiten in Betracht:

a) Brechung an der Kante: Der Strahl tritt durch die zum Strahl geneigte, nähere Fläche, z. B. (131), ein und verläßt die Pyramide durch die andere ge-

neigte Fläche, z. B. (113). Der Strahl wird daher zweimal gebrochen und die Ablenkung kann nach den Gln. (2) und (4) berechnet werden.

b) Brechung an der Fläche: Trifft der Elektronenstrahl streifend auf eine Fläche, z. B. (311), so wird er diese unter einem kleinen Winkel durchsetzen und den Kristall, das heißt die betrachtete Pyramide, nach der Reflexion an einer Gitterebene durch die gleiche Fläche wieder verlassen. In diesem Fall ist die Anwendung von Gl. (2), wie schon gesagt, nicht möglich, da man dazu nicht nur den Brechungsindex, sondern auch den Ablenkungswinkel der Reflexion genau kennen müßte. Dennoch kann man sehen, daß die Ablenkung genau senkrecht zu der streifend durchsetzten Fläche erfolgen muß.

2) [ $\bar{2}$ 11]-Azimut: Wie man aus Abb. 6 sieht, kann die Ablenkung entsprechend der symmetri-



Abb. 5. Oberfläche einer bei 755 °C auf Galliumarsenid epitaxial aufgewachsenen Indiumarsenidschicht. Die Basislänge der Pyramiden beträgt 5–10  $\mu$ .

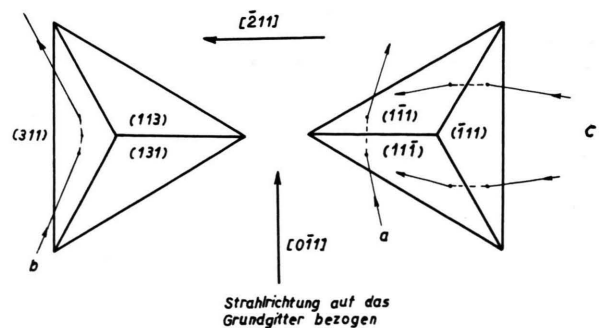


Abb. 6. Lage der Pyramiden und Richtung des Elektronenstrahls. a) Beispiel für Brechung an der Kante, b) Beispiel für Brechung an der Fläche, c) Brechung im [ $\bar{2}$ 11]-Azimut. Die {511}-Pyramiden haben die gleiche Orientierung wie die {311}-Pyramide.

<sup>4</sup> J. M. COWLEY u. A. L. REES, Proc. Phys. Soc. London **59**, 287 [1947].

schen Lage der Pyramiden zur Strahlrichtung in zwei zur  $[111]$ -Achse symmetrische gleichwertige Richtungen erfolgen, je nachdem an welcher Fläche die Brechung erfolgt. Auch hier erfolgt die Berechnung mit den Gln. (2) und (4).

Die berechneten Werte wurden in Tab. 1 zusammengestellt. Neben den durch MILLERSche Indizes ausgedrückten Richtungen wurde auch der Winkel mit der  $[111]$ -Richtung eingetragen. Für den  $[211]$ -Azimut wurde auch die Größe der Ablenkung, bezogen auf den Abstand zweier Beugungspunkte in  $\langle 111 \rangle$ -Richtung, berechnet und eingetragen.

Aus rein geometrischen Überlegungen kann man auch die relative Höhe der Pyramiden berechnen, es gilt

$$h/b = (\sqrt{3}/2) \tan \alpha, \quad (5)$$

wenn  $\alpha$  der Winkel zwischen der Basis und einer Seitenfläche ist, der entsprechend der Gl. (4) berechnet werden kann. Die Resultate sind in Tab. 1 eingetragen. Die Messung der Höhe der Pyramide selbst ist nur angenähert möglich. Durch Verschiebung der Schärfenebene eines Auflichtmikroskops wurde die Höhe abgeschätzt und damit ein Quotient zwischen Höhe und Basis von

$$h/b = 0,28$$

festgestellt.

### Diskussion der Ergebnisse

In Tab. 1 wurden die für die einzelnen Pyramidenformen berechneten und gemessenen Werte gegenübergestellt. Wie man erkennt, kann man zunächst die  $\{111\}$ -Pyramiden (Tetraeder) ausschließen, da sowohl bei den Richtungen der Verlängerun-

gen im  $[0\bar{1}1]$ - und  $[\bar{2}11]$ -Azimut, als auch bei der Höhe der Pyramide die errechneten von den gemessenen Werten stark abweichen.

Einigermaßen günstiger erscheinen die Werte für die  $\{311\}$ - und  $\{511\}$ -Pyramiden. Nehmen wir an, daß die Ablenkung des Strahls im wesentlichen durch Brechung an der zweimal streifend durchsetzten  $(311)$ -Fläche<sup>5</sup> erfolgt, so stimmt das mit der im Bild festgestellten Richtung der Verlängerung überein. Die gleiche Übereinstimmung zwischen Rechnung und Bild finden wir für den  $\langle 211 \rangle$ -Azimut. Nicht ganz so gut stimmt die Länge der Verlängerungen mit der Größe der Ablenkung durch die Brechung, die nur in diesem Azimut abgeschätzt werden konnte, überein. Beim Punkt (444) (Abb. 3) sind die Abweichungen besonders groß, doch dürfte es sich hier zum Teil um LAUESche Stacheln handeln, die durch die Nähe der Sichtbarkeitsgrenze besonders bemerkbar werden. Die Verlängerung einzelner Punkte im  $\langle 211 \rangle$ -Azimut in die dem Primärstrahl abgekehrte Seite ist wahrscheinlich ebenfalls die Folge von LAUESchen Stacheln.

Die durch das Mikroskop gemessenen relativen Höhen der Pyramiden sprechen für  $\{311\}$ - oder  $\{511\}$ -Flächen, wenn auch hier die Abweichungen, die durch die ungenaue Meßmethode erklärt werden können, nicht unbeträchtlich sind. Eine wirklich genaue Unterscheidung zwischen diesen Flächen ist nicht möglich, da dazu die Genauigkeit der Messung nicht ausreicht.

Besonders danken möchte ich Herrn GÜNTHER BAUER, der im Rahmen seiner durch die LUDWIG-BOLTZMANN-Gesellschaft unterstützten Dissertation die Schichten hergestellt hat.

Pyramiden- flächen	[01̄1]-Azimut		[2̄11]-Azimut		Höhe der Pyramide h/b
	Richtung der Ablenkung		Richtung der Ablenkung	relative Länge der Ver- längerung	
	a)	b)	c)		
{111}	[11̄1] − 71°	[1̄00] 55°	[131̄] 57°	0,02	0,82
{311}	[31̄1] 29°	[1̄22] − 50°	[537̄] 18°	0,06	0,16
{511}	[51̄1] 39°	[1̄33] − 47°	[731̄1] 25°	0,04	0,23
gemessen	25° ± 3°		20° ± 3°	0,08	0,28

Tab. 1. Gegenüberstellung der berechneten Werte und der Meßergebnisse. a) Ablenkung des Strahls an der Fläche, b) Ablenkung des Strahls an der Kante. c) Im  $[\bar{2}11]$ -Azimut erhält man die symmetrischen, gleichwertigen Richtungen durch Vertauschen der beiden letzten MILLERSchen Indizes.

<sup>5</sup> Das Wachstum einer III-V-Verbindung ist in der  $\langle 311 \rangle$ -Richtung besonders begünstigt (R. C. SANGSTER, Compound

Semiconductors, Vol. I, herausg. von WILLARDSON u. GOERING, Reinhold Publishing Co., New York 1962.