

УДК 538.911

РАЗРАБОТКА ДИЗАЙНА ИНТЕРФЕЙСОВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОРОТКОПЕРИОДНЫХ СВЕРХРЕШЕТОК InAs/GaSb МЕТОДОМ МОЛЕКУЛЯРНО-ПУЧКОВОЙ ЭПИТАКСИИ

В. С. Кривобок^{1,2}, Д. А. Пашкеев¹, А. В. Клековкин¹, И. И. Минаев¹,
К. А. Савин¹, Г. Н. Ерошенко¹, А. Е. Гончаров^{1,2}, С. Н. Николаев¹

Исследованы вопросы выращивания короткопериодных InAs/GaSb сверхрешеток на подложках GaSb (100) методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Для эпитаксиальных гетероструктур InAs/GaSb разработан метод формирования “InSb-подобных” атомарно-гладких интерфейсов с ультратонким переходным слоем In(As)Sb. Данная методика позволила вырастить короткопериодную сверхрешетку, содержащую 50 периодов InAs/GaSb. In-situ контроль роста с помощью дифракции быстрых электронов и постростовые исследования сверхрешетки с помощью атомно-силовой микроскопии и рентгеноструктурного анализа подтверждают эффективность методики для получения детекторных структур на основе сверхрешеток 2-го рода.

Ключевые слова: сверхрешетки второго типа, молекулярно-лучевая эпитаксия, дифракция быстрых электронов, атомно-силовая микроскопия, рентгеноструктурный анализ.

Введение. В настоящий момент фотодетекторы на основе короткопериодных сверхрешеток второго типа (T2SL – type-II superlattice), работающие в среднем ИК диапазоне, рассматриваются как альтернатива для систем на основе твердых растворов кадмий-ртуть-теллур (HgCdTe) и фотодетекторов на полупроводниковых квантовых ямах (QWIP) [1].

¹ ФИАН, 119991 Россия, Москва, Ленинский пр-т, 53; e-mail: parkevich@phystech.edu.

² НПО Орион, Россия, Москва.

Хорошо известной парой материалов для реализации системы T2SL являются InAs и GaSb, принадлежащие к семейству 6.1 \AA . Сверхрешетки InAs/GaSb были впервые рассмотрены в работе [2], в которой слои InAs и GaSb попеременно выращивались для получения гетерогенного материала. Оказалось, что данная система имеет целый ряд преимуществ по сравнению с QWIP и детекторами на основе HgCdTe: жесткие химические связи [3] и высокая механическая прочность [4], возможность подавления Оже-рекомбинации [5, 6], подавление межзонного туннелирования за счет высокой подвижности и большой эффективной массы электронов [7], возможность варьирования длины волны отсечки за счет дизайна T2SL (от MWIR до VLWIR) [8], отсутствие ограничений, связанных с правилами отбора для оптических переходов [9], а также низкая стоимость изготовления и наличие подложек со схожей кристаллической структурой.

Для достижения приемлемой квантовой эффективности современные T2SL фотодетекторы имеют толщину порядка нескольких микрон [10, 11, 12]. Однако увеличение общей толщины сверхрешетки ведет к увеличению числа дефектов. InAs имеет меньший параметр решетки, чем GaSb ($\Delta a/a \sim -0.6\%$), и поэтому слой сверхрешетки естественным образом подвергается растяжению на подложке GaSb, причем напряжение на границе подложки и сверхрешетки с увеличением толщины сверхрешетки будет увеличиваться и, как следствие, приводит к образованию дефектов [13]. Помимо этого, из-за нарушения стехиометрического состава возникают так называемые “овальные дефекты”, также усиливающиеся с толщиной сверхрешетки [14]. Наряду с ухудшением общего качества структуры, это существенно повышает вклад рекомбинации Шокли–Рида–Холла [15], которая является основным механизмом сокращения времени жизни неосновных носителей заряда в системе. Поэтому для достижения высокой квантовой эффективности и низкого темнового тока крайне важно разработать методы роста, позволяющие выращивать скомпенсированные по напряжениям толстые слои сверхрешеток с низкой плотностью структурных дефектов.

Контроль обоих интерфейсов, а именно InAs-на-GaSb и GaSb-на-InAs, имеет решающее значение для получения высококачественной сверхрешетки с компенсацией напряжений. При росте на подложках GaSb (100) одним из способов компенсации напряжений служит введение специального слоя InSb $\sim 0.5 - 1 \text{ ML}$ [16–18]. Переходной слой InSb ($\Delta a/a \sim +7.8\%$ к GaSb) помогает скомпенсировать напряжения, возникающие в слое InAs, избежав, таким образом, пластической релаксации. Еще одним методом выращивания качественного гетероперехода является намеренное образование “InSb-подобного” интерфейса на границе GaSb/InAs путем замещения материала V группы

для связывания материалов ввиду отсутствия общих элементов [19, 20]. В настоящей работе разработан дизайн интерфейсных слоев, исследовано их влияние с помощью дифрактометрии и атомно-силовой микроскопии, а также получена сверхрешетка 2-го типа GaSb/InAs с переходными слоями In(As)Sb на интерфейсах.

Описание эксперимента. Образцы были выращены на установке молекулярно-лучевой эпитаксии Compact-21T фирмы Riber, оснащенной двузонными эффузионными источниками III группы (Al, Ga, In), и вентильными источниками с зоной крекинга для элементов V группы (As, Sb), а также системой дифракции быстрых электронов на отражение (RHEED). Температура зоны крекинга сурьмы была зафиксирована на уровне 800 °C для всех процессов роста. Таким образом обеспечивался поток Sb₂. Давление, поддерживаемое в ростовой камере, составляло примерно $\sim 2 \cdot 10^{-10}$ Торр. Все структуры, представленные в данной работе, были выращены на нелегированных *epi-ready* подложках монокристаллического GaSb (100). Обработок поверхностей подложек не проводилось. Для удаления с поверхности воды и прочих загрязнений непосредственно перед процессом эпитаксиального выращивания подложки дегазировали при 300 °C в течение 30 минут в загрузочной камере, а затем переносили в ростовую камеру.

Скорости роста и реконструкции поверхности *in-situ* контролировали с помощью RHEED. Контроль температуры осуществлялся односпектральным инфракрасным фокусируемым бесконтактным пирометром со спектральным диапазоном на 1.6 мкм. Для измерения молекулярных потоков использовался выдвижной датчик Баярда–Альперта.

После переноса подложки в камеру роста проводилась десорбция оксида в потоке Sb для предотвращения десорбции материала V группы с поверхности. При достижении подложкой температуры 510 ± 10 °C появлялась реконструкция (1 × 3), после чего подложку нагревали на 20 °C выше температуры десорбции оксида и отжигали в течение 15 мин, затем температуру подложки снижали до температуры роста буфера GaSb, которую регулировали в соответствии с температурой десорбции оксида. Такая процедура подготовки поверхности подложки позволяла наблюдать четкую реконструкцию (1 × 3), что согласуется с литературными данными [21]. Отметим, что в дальнейшем, в течение всего процесса роста буферного слоя полученная дифракционная картина сохранялась. Рост буфера GaSb осуществлялся при температуре 500 ± 10 °C и соотношении потоков Sb/Ga, равном 7 (поток Sb – $1.01 \cdot 10^{-6}$ Торр, поток Ga – $1.43 \cdot 10^{-7}$ Торр) в течение одного часа.

Рост гетероструктур GaSb/InAs производился при температуре подложки 425 °C, соотношение потоков As/In при этом составляло 5.8 (значение потоков при росте слоя

InAs были равны $2.1 \cdot 10^{-7}$ Торр и $1.22 \cdot 10^{-6}$ Торр, соответственно). Соотношение потоков Sb/Ga составляло 11 (поток Sb – $7.21 \cdot 10^{-7}$ Торр, поток Ga – $6.56 \cdot 10^{-8}$ Торр). Скорости роста InAs и GaSb были установлены равными 0.11 и 0.23 МС/с, соответственно. Они были откалиброваны по осцилляциям RHEED.

Переход от GaSb к InAs осуществляется при помощи переходного слоя InAsSb порядка 0.5–1 ML. Переход от InAs к GaSb осуществлялся путем замещения атомов As на Sb. Каждый период гетероструктуры состоял из чередования слоев GaSb и InAs толщиной 10.25 нм и 10.2 нм, соответственно.

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) проводилась с помощью микроскопа NTEGRA NANO IR (NT-MDT). Структурные исследования эпитаксиальных слоев проводились на рентгеновском дифрактометре высокого разрешения Bruker D8 Discover, состоящем из источника рентгеновского излучения (рентгеновская трубка с медным анодом, длина волны $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ (Cu $K\alpha 1$)), первичной оптики (зеркало Гёбеля, переменный поглотитель, 4-кристальный монохроматор (Ge022 symmetric 4-bounce)), предметного столика с образцом, вторичной оптики (изменяемая щель или кристалл-анализатор (Ge022 symmetric 3-bounce)) и детектора излучения (сцинтилляционный счетчик).

Обсуждение и результаты. В зависимости от последовательности слоев и условий роста, на гетеропереходах сверхрешетки GaSb/InAs могут образовываться связи GaAs (“GaAs-подобный” интерфейс) или InSb связи (“InSb-подобный” интерфейс). Как “GaAs-подобные”, так и “InSb-подобные” интерфейсы использовались для балансировки чистой деформации растяжения в сверхрешетках InAs/GaSb [22]. Однако было замечено, что формирование “InSb-подобных” интерфейсов приводит к наименьшему перемещению на границе раздела [23]. Также в работах [24–30] указывается, что формирование “GaAs-подобного” интерфейса приводит к образованию дефектов на границе раздела и ухудшению оптических свойств InAs/GaSb сверхрешеток. Поэтому для компенсации деформации растяжения, возникающей из-за роста слоя InAs на GaSb, формировались “InSb-подобные” интерфейсы на обоих переходах (InAs-на-GaSb и GaSb-на-InAs) в слоях сверхрешетки.

На подготовленном буферном слое GaSb формировался переходной слой InAsSb методом замещения Sb на As (см. рис. 1(a)). В момент закрытия заслонки источника Ga, образец оставался в потоке Sb, параллельно с этим открывалась заслонка In и As, тем самым формировался тройной раствор InAsSb. Через небольшой промежуток времени закрывалась заслонка Sb и начинался рост слоя InAs. Оптимизация времени ростового процесса и потоков осуществлялась с помощью RHEED. Для слоя GaSb характерна

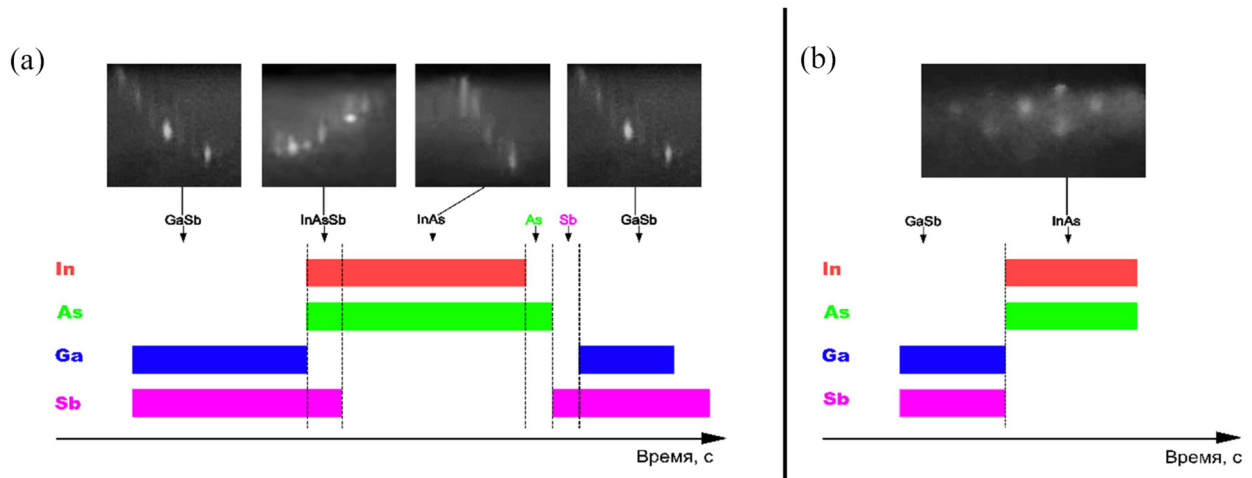


Рис. 1: Схематичное изображение алгоритма проведения процесса роста и снимки экрана RHEED: (a) с переходными слоями, (b) без переходных слоев.

реконструкция поверхности (1×3), при росте переходного слоя InAsSb рефлекссы слегка размывались, но реконструкция (1×3) сохранялась, а при переходе к росту InAs реконструкция менялась на (2×4). Однако при неправильно подобранном соотношении потоков можно заметить не свойственную для двумерного роста точечную картину (рис. 1(b)). На рис. 1 показаны картины RHEED, соответствующие структуре поверхности GaSb (100) – (1×3), поверхности InAsSb – размытая (1×3), поверхности InAs – (2×4) (a) и InAs – точечная реконструкция (b).

Обратный переход InAs-GaSb получали без встраивания переходного слоя при помощи стандартного замещения элементов V группы As на Sb, после чего добавляли элемент III группы (Ga), тем самым обратно переходя на рост GaSb слоя. Данная операция позволяет связать два материала, не имеющих общего элемента, без большой потери качества поверхности. Картины RHEED подтверждают, что при обратном переходе (InAs-GaSb) GaSb имеет атомарно-гладкую поверхность. Реконструкция с (2×4) быстро перестраивается в (1×3). Процесс замещения материалов V группы с помощью заслонок источников схематично представлен на рис. 1(a).

Морфология поверхности, полученной на прямом и обратном гетеропереходе, дополнительно исследовалась с помощью АСМ. Снимки поверхности образцов, выращенных при оптимизированных параметрах роста, представлены на рис. 2(a) (гетеропереход GaSb-InAs) и 2 (b) (гетеропереход InAs-GaSb). На основе полученных снимков были рассчитаны показатели среднеквадратичной шероховатости поверхностей (RMS). Для

гетероперехода GaSb-InAs RMS составила ~ 0.2 нм, при этом видно отдельные террасы роста, свидетельствующие об атомарно-гладкой поверхности. Для гетероперехода InAs-GaSb RMS составила ~ 0.9 нм, на снимке также видны характерные для GaSb атомарные террасы роста, что свидетельствует о приемлемом качестве поверхности.

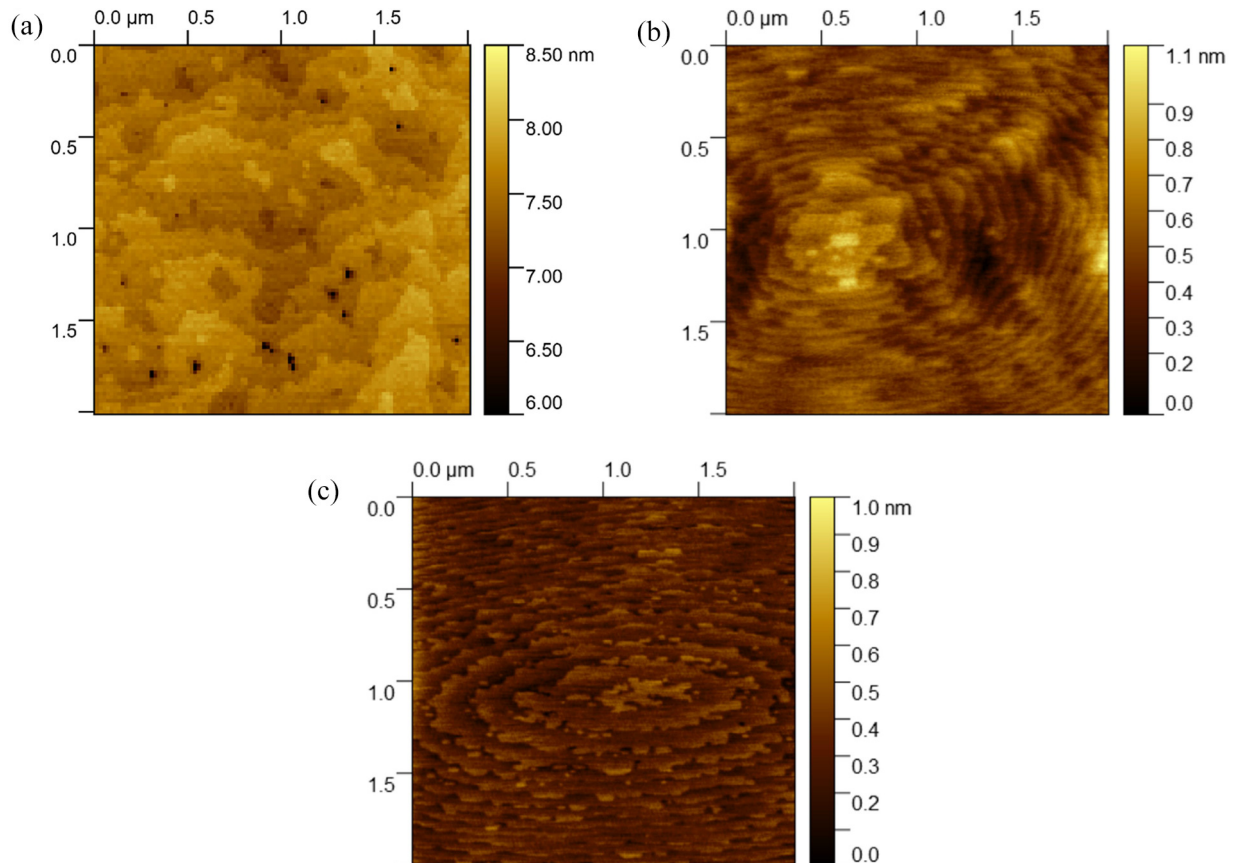


Рис. 2: АСМ-изображения поверхности образцов: (a) GaSb→InAs; (b) InAs→GaSb; (c) сверхрешетка GaSb/InAs.

На основании полученных результатов по оптимизации дизайна интерфейсов была выращена короткопериодная сверхрешетка 2-го типа. Номинально в дизайн закладывалось 50 периодов со слоями GaSb и InAs с толщинами 10 нм каждый. Температура роста составляла 425 °С, попытки вырастить при большей температуре приводили к заметному диффузионному перемешиванию слоев и, как следствие, отсутствию периодической структуры.

Из анализа поверхности с помощью АСМ (см. рис. 2(с)) следует наличие выраженных атомарных террас роста. Сама сверхрешетка имеет волнистую поверхность, харак-

теризующаяся $RMS \sim 2.3$ нм (средняя шероховатость 1.8 нм). Поверхность не идеально гладкая, имеет особенности рельефа, вытянутые вдоль двух направлений $[110]$ и $[-110]$, форма которых напоминает пирамиды с квадратным или прямоугольным основанием. Однако их высоты не превышают 15 нм при латеральных размерах порядка микрометра. Данная морфология поверхности является приемлемой для стандартных процедур обработки, используемых при создании фоточувствительных элементов.

Основные характеристики сверхрешетки, включая толщины слоев и качество интерфейсов, были исследованы с помощью рентгеноструктурного анализа. Для моделирования кривых качания было использовано программное обеспечение DIFFRAC plus LEPTOS 7 (Bruker). Теория, используемая в ПО LEPTOS, – это дополнение рекурсивных матриц к динамической теории дифракции рентгеновского излучения. Алгоритм динамического расчета дифракции рентгеновских лучей во всех слоях был разработан на основе уравнений Такаги–Таушина. Отметим что, теория Такаги–Таушина позволяет рассчитывать дифракционные картины даже для кристаллов с градиентами химического состава и несоответствием решетки.

Измерение экспериментальных кривых дифракционного отражения было проведено в центре образца со сверхрешеткой. Использовался симметричный рефлекс (004). На рис. 3 показаны экспериментальная кривая качания и наложенная на нее расчетная кривая дифракционного отражения с заданными значениями толщин эпитаксиальных слоев. На экспериментальной кривой в районе 14.7° виден интенсивный пик первого порядка, положение которого соответствует брэгговскому углу GaSb подложки, а возникновение пиков-сателлитов возникает за счет интерференции на периодической структуре сверхрешетки.

Период сателлитов определяется толщиной периода сверхрешетки, а их точное угловое положение зависит от соотношения толщин слоев [31], входящих в сверхрешетку. Очевидная причина углового уширения пиков от сверхрешетки связана с флуктуациями толщин слоев. Как уже было сказано выше, из данных АСМ следует, что общая толщина сверхрешетки флуктуирует на величину порядка высоты пирамид, регистрируемых на поверхности роста. Это означает, что толщина периода может меняться на величину порядка $15 \text{ нм}/50 = 0.3 \text{ нм}$. Данная величина соответствует флуктуациям толщины порядка одного монослоя и вполне приемлема для дальнейшего развития технологии. Также, уширение интерференционных пиков может быть связано с размытием интерфейсов за счет взаимной диффузии, преимущественно элементов 5-й группы. Тем не менее, роль данного размытия при температуре 425°C не должна быть существен-

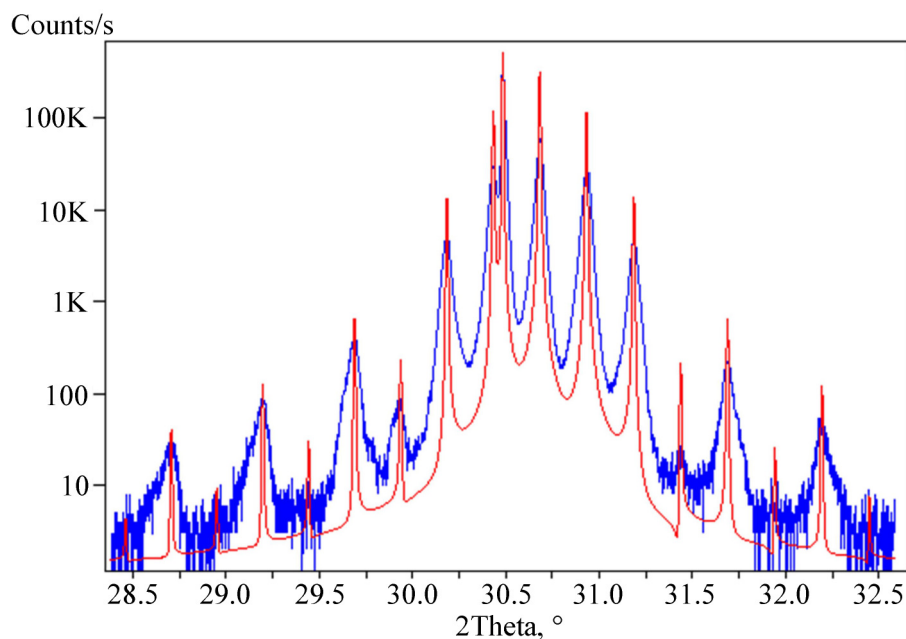


Рис. 3: Рентгеновские кривые качания для сверхрешетки GaSb/InAs: экспериментальная (синяя) кривая возле рефлекса (004) и совмещенная с ней расчетная кривая (красная).

ной. Наконец, уширение пиков на кривой качания может определяться латеральной неоднородностью сверхрешетки, вызванной наличием в ней структурных дефектов, в частности, дислокаций. Тем не менее, при травлении полученных образцов селективным травителем характерных для дислокаций ямок травления почти не наблюдалось.

В целом, из рентгеноструктурного анализа следует, что для полученной сверхрешетки характерны выраженная периодичность и отсутствие заметных изменений состава формирующих ее слоев. Толщины слоев GaSb и InAs, полученные из моделирования, составили, соответственно, 10.25 и 10.2 нм, что в пределах погрешности (с точностью до одного монослоя) согласуется с номинальными ростовыми параметрами.

Выводы. Совместные результаты АСМ и рентгеновской дифрактометрии, описанные выше, показывают, что использование “InSb-подобных” интерфейсов, позволило реализовать рост 50 периодов качественной сверхрешетки GaSb/InAs с толщинами слоев 10.25 нм и 10.2 нм, соответственно. Было продемонстрировано, что для формирования “InSb-подобного” интерфейса при переходе от GaSb-к-InAs необходимо формировать ультратонкий InAsSb переходной слой, а для обратного перехода (InAs-к-GaSb) – применять метод замещения элементов V группы. Использование описанной процедуры

формирования прямого и обратного гетеропереходов InAs/GaSb позволяет сохранить приемлемую шероховатость поверхности даже на большом количестве периодов. Таким образом, разработанный метод позволяет осуществлять рост толстых (100 и более периодов) слоев сверхрешеток InAs/GaSb для использования в фотоприемных устройствах среднего ИК диапазона.

Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] L. Xie, G. Wang, Q. Sun, *Infrared Device and Infrared Technology* **11563**, 121 (2020). DOI: <https://doi.org/10.1117/12.2579865>.
- [2] G. A. Sai-Halasz, R. Tsu, L. Esaki, *Applied Physics Letters* **30**(12), 651 (1977). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.89273>.
- [3] A. Rogalski, *Opto-Electronics Review* **20**(3), 279 (2012). DOI: <https://doi.org/10.2478/s11772-012-0037-7>.
- [4] Z.-Y. David Ting, A. Soibel, L. Höglund, et al., *Advances in Infrared Photodetectors* **84**, 1 (2011). DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-381337-4.00001-2>.
- [5] C. H. Grein, H. Cruz, M. E. Flatte, H. Ehrenreich, *Applied Physics Letters* **65**(20), 2530 (1994). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.112626>.
- [6] A. Rogalski, J. Antoszewski, L. Faraone, *Journal of Applied Physics* **105**(9), 4 (2009). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.3099572>.
- [7] A. Rogalski, *Infrared Physics & Technology* **54**(3), 136 (2011). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.infrared.2010.12.003>.
- [8] M. A. Kinch, *Fundamentals of infrared detector materials*. SPIE press, 2007. – Т. 76. ISBN: 9780819467317.
- [9] Д. А. Литвинов, Д. А. Пашкеев, Л. Н. Григорьева и др. *Краткие сообщения по физике ФИАН* **47**(4), 9 (2020). DOI: <https://doi.org/10.3103/S1068335620040041>.
- [10] H. Katayama, T. Takekawa, M. Kimata, et al., *Infrared Physics & Technology* **70**, 53 (2015). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.infrared.2014.10.014>.
- [11] X. Li, D. Jiang, Y. Zhang, L. Zhao, *Superlattices and Microstructures* **91**, 238 (2016). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.spmi.2016.01.013>.
- [12] D. Wu, J. Li, A. Dehzangi, M. Razeghi, *Infrared Physics & Technology* **109**, 103439 (2020). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.infrared.2020.103439>.

- [13] B. Satpati, J. B. Rodriguez, A. Trampert, et al., *Journal of Crystal Growth* **301**, 889 (2007). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2006.11.284>.
- [14] O. Klin, N. Snapi, Y. Cohen, E. A. Weiss, *Journal of Crystal Growth* **425**, 54 (2015). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2015.03.038>.
- [15] E. R. Youngdale, J. R. Meyer, C. A. Hoffman, et al., *Applied Physics Letters* **64**(23), 3160 (1994). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.111325>.
- [16] H. J. Haugan, L. Grazulis, G. J. Brown, et al., *Journal of Crystal Growth* **261**(4), 471 (2004). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2003.09.045>.
- [17] J. B. Rodriguez, P. Christol, L. M. B. E. Cerutti, et al., *Journal of Crystal Growth* **274**(1-2), 6 (2005). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2004.09.088>.
- [18] A. Khoshakhlagh, E. Plis, S. Myers, et al., *Journal of Crystal Growth* **311**(7), 1901 (2009). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2008.11.027>.
- [19] R. Kaspi, J. Steinshnider, M. Weimer, et al., *Journal of Crystal Growth* **225**(2-4), 544 (2001). DOI: [https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(01\)00950-2](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(01)00950-2).
- [20] E. Plis, S. Annamalai, K. T. Posani, et al., *Journal of Applied Physics* **100**(1), 014510 (2006). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.2214222>.
- [21] A. S. Bracker, M. J. Yang, B. R. Bennett, et al., *Journal of Crystal Growth* **220**(4), 384 (2000). DOI: [https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(00\)00871-X](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(00)00871-X).
- [22] J. Lu, E. Luna, T. Aoki, et al., *Journal of Applied Physics* **119**(9), 095702 (2016). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4942844>.
- [23] J. L. Johnson, L. A. Samoska, A. C. Gossard, et al., *Journal of Applied Physics* **80**(2), 1116 (1996). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.362849>.
- [24] B. R. Bennett, B. V. Shanabrook, M. E. Twigg, *Journal of Applied Physics* **85**(4), 2157 (1999). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.369520>.
- [25] J. Schmitz, J. Wagner, F. Fuchs, et al., *Journal of Crystal Growth* **150**, 858 (1995). DOI: [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(95\)80061-G](https://doi.org/10.1016/0022-0248(95)80061-G).
- [26] J. R. Waterman, B. V. Shanabrook, R. J. Wagner, et al., *Semiconductor Science and Technology* **8**(1S), S106 (1993). DOI: [10.1088/0268-1242/8/1S/024](https://doi.org/10.1088/0268-1242/8/1S/024).
- [27] G. R. Booker, P. C. Klipstein, M. Lakrimi, et al., *Journal of Crystal Growth* **146**(1-4), 495 (1995). DOI: [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(94\)00536-2](https://doi.org/10.1016/0022-0248(94)00536-2).
- [28] J. T. Zborowski, A. Vigliante, S. C. Moss, T. D. Golding, *Journal of Applied Physics* **79**(11), 8379 (1996). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.362557>.
- [29] A. Tahraoui, P. Tomasini, L. Lassabatere, J. Bonnet, *Applied Surface Science* **162**, 425 (2000). DOI: [https://doi.org/10.1016/S0169-4332\(00\)00227-0](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(00)00227-0).

- [30] A. Y. Lew, S. L. Zuo, E. T. Yu, R. H. Miles, *Applied Physics Letters* **70**(1), 75 (1997). DOI: <https://doi.org/10.1063/1.119311>.
- [31] А. Н. Георгобиани, В. П. Мартовицкий, Е. В. Перлов, В. П. Токарева, *Краткие сообщения по физике ФИАН* **37**(4), 39 (2010). DOI: <https://doi.org/10.3103/S1068335610040068>.

Поступила в редакцию 5 мая 2023 г.

После доработки 7 августа 2023 г.

Принята к публикации 8 августа 2023 г.