

文章编号: 1672-8785(2020)03-0001-08

## 短波红外铟镓砷探测器材料 表面缺陷研究

金宇航<sup>1,2</sup> 黄卫国<sup>3</sup> 张见<sup>3</sup> 王红真<sup>2</sup> 顾溢<sup>2,3</sup> 贺训军<sup>1\*</sup>

(1. 哈尔滨理工大学理学院, 黑龙江哈尔滨 150080;

2. 中国科学院上海技术物理研究所, 上海 200083;

3. 中国科学院上海微系统与信息技术研究所, 上海 200050)

**摘要:** 短波红外铟镓砷(InGaAs)探测器材料的表面缺陷是发展大规模小像元焦平面阵列的核心问题之一, 其中与衬底晶格失配的延伸波长探测器材料的表面缺陷控制起来尤为困难。优化了分子束外延(Molecular Beam Epitaxy, MBE)In 束源炉的温度设置。结果表明, In 炉上下温差为 130°C 时所生长的短波红外晶格失配  $In_{0.83}Ga_{0.17}As$  材料的表面缺陷密度最小, 由此有效地将材料的表面缺陷密度由  $3000\text{ cm}^{-2}$  左右降至约  $500\text{ cm}^{-2}$ 。结合短波红外晶格失配 InGaAs 材料的室温光致发光测试, 经分析可知, In 束源炉上下温差存在最优值的现象是由于 In 金属液滴和炉子顶部杂质引起卵形缺陷这两种机制的共同作用而引起的。本文制备的低缺陷密度晶格失配 InGaAs 探测器材料为发展高性能延伸波长短波红外焦平面阵列打下了基础。

**关键词:** 短波红外; 延伸波长; InGaAs 探测器材料; 表面缺陷; 分子束外延

**中图分类号:** TN304    **文献标志码:** A    **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2020.03.001

## Research on Surface Defects of Short-Wave Infrared InGaAs Detector Materials

JIN Yu-hang<sup>1,2</sup>, HUANG Wei-guo<sup>3</sup>, ZHANG Jian<sup>3</sup>, WANG Hong-zhen<sup>2</sup>, GU Yi<sup>2,3</sup>, HE Xun-jun<sup>1\*</sup>

(1. College of Science, Harbin University of Science and Technology, Harbin 150080, China;

2. Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China;

3. Shanghai Institute of Microsystem and Information Technology, Chinese  
Academy of Sciences, Shanghai 200050, China)

**Abstract:** The surface defects of short-wave infrared indium gallium arsenide (InGaAs) detector materials are one of the core problems in the development of large-scale small-pixel focal plane arrays, and the surface defects of extended-wavelength detector materials with lattice mismatch to the substrate are particularly difficult to control. The temperature setting of indium cell in molecular beam epitaxy (MBE) system is optimized. The

收稿日期: 2020-02-06

基金项目: 黑龙江省自然科学基金项目(LH2019F022); 国家重点研发计划项目(2016YFB0402401)

作者简介: 金宇航(1996-), 男, 黑龙江哈尔滨人, 硕士, 主要从事 InGaAs 探测器材料生长与性能研究。

\* 通讯作者: E-mail: hexunjun@hrbus.edu.cn

results show that the surface defect density of short-wave infrared lattice-mismatched  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  detector material is the lowest when the temperature difference between the top and bottom of the indium cell is 130°C, thus effectively reducing the surface defect density of the material from about  $3000 \text{ cm}^{-2}$  to about  $500 \text{ cm}^{-2}$ . Combined with the room-temperature photoluminescence test of the short-wave infrared lattice-mismatched In-GaAs materials, the analysis shows that the optimal temperature difference between the top and bottom temperatures of the indium cell is due to the combined effect of the two mechanisms of oval defects caused by indium metal droplets and impurities at the top of the cell. The lattice-mismatched InGaAs detector materials with low surface defect density prepared in this paper laid the foundation for the development of high-performance extended-wavelength short-wave infrared focal plane arrays.

**Key words:** short-wave infrared; extended-wavelength; InGaAs detector material; surface defect; molecular beam epitaxy

## 0 引言

1~3 μm 短波红外波段在航天遥感、夜视成像和红外测温等领域具有重要作用。在用于制备短波红外探测器的各种材料体系中, In-GaAs 材料具有迁移率高、辐照特性良好、生长窗口较大等优势。当 In 组分为 0.53 时, In-GaAs 材料与 InP 衬底完全晶格匹配, 其探测器在室温下的截止波长为 1.7 μm, 覆盖了 1.31 μm 和 1.55 μm 两个重要的光纤通信窗口。然而, 也有众多的短波红外应用对截止波长大于 1.7 μm 的探测器提出了迫切需求。通过增加 InGaAs 材料中的 In 组分, 其探测器的截止波长可以向更长波长拓展。但是更高的 In 组分会增加 InGaAs 材料与 InP 衬底的晶格失配, 进而大幅提高材料与器件研制难度<sup>[1-2]</sup>。

2014 年, Arslan Y 等人成功研制出了一种截止波长为 2.65 μm 的 640×512 元  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  焦平面阵列。该器件的峰值量子效率约为 90% @ 300 K, 峰值探测率分别为  $2.5 \times 10^{10} \text{ cm} \cdot \text{Hz}^{1/2}/\text{W}$  @ 300 K 和  $1 \times 10^{12} \text{ cm} \cdot \text{Hz}^{1/2}/\text{W}$  @ 200 K<sup>[3]</sup>。2015 年, Huang C C 等人报道了一种采用 InAsP/In-GaAs/InAsP p-i-n 结构的平面型延伸波长 In-GaAs 探测器。它的截止波长为 2.2 μm, 直径为 800 μm 的光敏元的室温暗电流仅为  $4.1 \times 10^{-8} \text{ A}$  @ -10 mV<sup>[4]</sup>。中国科学院上海技术物理研究所联合中国科学院上海微系统与信息技术研究所等单位, 长期开展 InGaAs 探测器材料、器件和焦平面研究, 取得了众多成果。对外延材料体系、

缓冲层材料结构以及生长工艺进行了系列研究, 并基于生长的高质量延伸波长短波红外探测材料实现了高性能焦平面阵列<sup>[5-8]</sup>。

从整体上看, 延伸波长短波红外 InGaAs 探测器的发展趋势是大规模、小像元、高性能。随着焦平面规模的快速增大和像元尺寸的进一步减小, 由外延材料的表面缺陷密度造成的影响日趋明显。例如, 对于 20 μm 的像元中心距, 约 1 μm 大小的表面缺陷就可能会对器件性能起到“灾变缺陷”的作用, 进而引起盲元。对于像元中心距为 20 μm、整体尺寸约为 4 cm<sup>2</sup> 的 1k×1k 元焦平面探测器, 假设其材料的表面缺陷密度为  $3000 \text{ cm}^{-2}$  且平均分布, 此时将会造成高达 1.2% 的盲元率。因此, 较低的表面缺陷密度是获得高性能 InGaAs 焦平面阵列的重要条件。

延伸波长短波红外 InGaAs 探测器材料的生长方法主要有 MBE 和金属有机化学气相沉积(Metal-Organic Chemical Vapor Deposition, MOCVD)<sup>[9-10]</sup>。其中, MBE 是一种非平衡外延方法, 其控制精度高, 采用较薄的缓冲层就可实现高质量延伸波长 InGaAs 材料的生长<sup>[11]</sup>。在 MBE 中, 外延材料的表面缺陷受到多种因素的影响, 包括原料的种类和纯度、束源炉的类型和设置、衬底处理工艺以及生长温度等, 而材料的晶格失配也会大幅增加表面缺陷<sup>[12-15]</sup>。为生长高质量材料, 一般选择纯度最高的原料。采用成熟的可直接外延(epi-ready)的衬底, 并将生长温度优

化在合理区间内。这种情况下, MBE 束源炉对材料表面缺陷起着重要作用。尤其是Ⅲ族源 In 和 Ga, 由于容易形成表面液滴而产生卵形缺陷。

在实际的材料生长过程中, 由不同因素引起的表面缺陷的形貌和种类也不尽相同, 而且在不同的生长系统、材料体系和结构、生长工艺的情况下, 因受多种因素综合影响而体现出了不同的表现规律。因此, 为了发展大规模小像元延伸波长短波红外 InGaAs 焦平面阵列, 必须就生长条件对表面缺陷性能的影响开展具有针对性的优化研究, 但是这方面的报道非常少。本文对 MBE 生长延伸波长短波红外 InGaAs 探测材料的表面缺陷进行了研究, 主要探讨了双温区 In 束源炉的上下温差对材料表面缺陷的影响, 并分析了材料的室温光致发光特性。

## 1 实验

采用 V80 型气态源分子束外延(Gas-Source Molecular Beam Epitaxy, GSMBE)设备生长材料。Ⅲ族源 In 和 Ga 的束源炉为双温区型, 可分别对坩埚上部和下部两个区域进行加热, 并采用 In、Ga 和 Al 高纯金属作为原料; V 族源为裂解炉, 将 AsH<sub>3</sub> 和 PH<sub>3</sub> 气体经过高温裂解炉裂解后的产物作为原料; P 型和 N 型掺杂源分别采用 Be 和 Si, 其束源炉为常规的单温区炉。所生长材料的衬底为 2 in 半绝缘(001)晶向 InP 衬底。在材料生长前, 采用高能电子衍射仪观察衬底表面, 并让衬底经历高温解析过程。本实验中, InP 衬底解析时的热偶测量温度约为 580℃。在生长过程中, 生长室的腔体压力在 10<sup>-5</sup> Torr 左右。

图 1 为所生长的延伸波长 InGaAs 探测器材的结构示意图。在半绝缘 InP 衬底上依次生长 0.2 μm 厚的 InP、0.1 μm 厚的 In<sub>0.52</sub>Al<sub>0.48</sub>As、2.2 μm 厚的组分渐变 In<sub>x</sub>Al<sub>1-x</sub>As ( $x$  从 0.52 渐变至 0.83)、0.3 μm 厚的固定组分 In<sub>0.83</sub>Al<sub>0.17</sub>As 缓冲层。它们均为 N 型掺杂, 载流子浓度约为 3 × 10<sup>18</sup> cm<sup>-3</sup>。缓冲层的作用是限制由晶格失配

引起的位错, 减少向上传输到吸收层中的位错, 以此来提高材料生长质量; 继续生长 80 nm 厚的 In<sub>0.83</sub>Al<sub>0.17</sub>As/In<sub>0.83</sub>Ga<sub>0.17</sub>As 数字递变超晶格(Digital Graded Superlattice, DGSL), 它由厚度数字递变的多层超薄 In<sub>0.83</sub>Al<sub>0.17</sub>As 和 In<sub>0.83</sub>Ga<sub>0.17</sub>As 组成, 可起到位错进一步隔离和能带平滑过渡的作用。然后依次生长 1.6 μm 厚的 n 型低掺杂 In<sub>0.83</sub>Ga<sub>0.17</sub>As 吸收层、80 nm 厚的 In<sub>0.83</sub>Al<sub>0.17</sub>As/In<sub>0.83</sub>Ga<sub>0.17</sub>As 数字递变超晶格和 0.6 μm 厚的 p 型高掺杂 In<sub>0.83</sub>Al<sub>0.17</sub>As 帽层(浓度为 5 × 10<sup>18</sup> cm<sup>-3</sup>左右)。

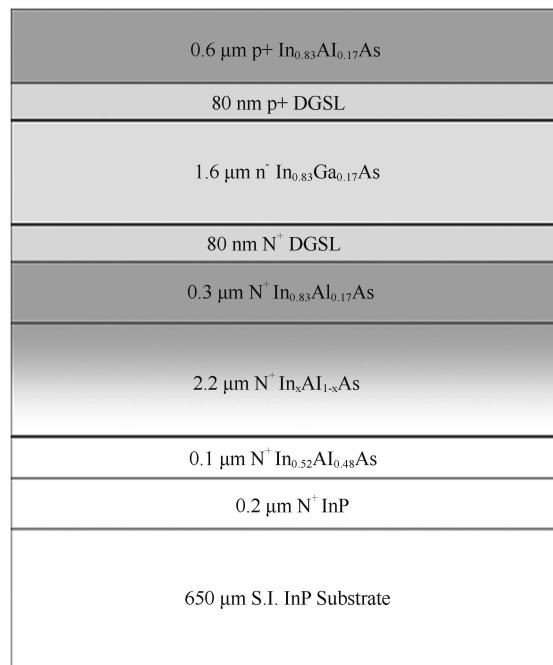


图 1 在 InP 衬底上生长的延伸波长短波红外 In<sub>0.83</sub>Ga<sub>0.17</sub>As 探测材料的结构示意图

材料生长完成后, 用 Leica 光学显微镜对其表面进行细致观察。依次对材料的不同区域进行观察, 并根据表面缺陷数量以及观察区域的尺寸, 提取和估算材料的表面缺陷密度。基于美国 Nicolet 公司生产的 iS50 型傅里叶变换红外光谱仪对材料进行室温光致发光光谱测试。本文采用波长为 532 nm 的固态激光器激发材料以及基于液氮制冷 InSb 探测器和 CaF<sub>2</sub> 分束器的光谱仪, 并利用高分辨 X 射线衍射仪对材料进行表征。本实验的延伸波长短波红外 InGaAs 探测材料样品的表征结果比较接近,

所以未在文中加以分析。

## 2 结果与讨论

在保持 In 束流的情况下，改变 In 束源炉上下部的温度差，并生长了 5 个样品。样品 S50、S100、S130、S160 和 S200 的 In 炉温度差分别为 50℃、100℃、130℃、160℃ 和 200℃。图 2 为 5 个样品的典型光学显微镜图像。通过在显微镜下观察样品不同位置区域的表面形貌，发现各个样品上不同位置的表面形貌是比较均匀的。所有样品均显示出了明显的布纹格形貌，在 [110] 和 [1-10] 正交方向上呈交叉的细密起伏。这是晶格失配材料的典型表面形貌，主要是由于两个方向上的位错类型不同而引起的<sup>[16]</sup>。除了共有的布纹格表面形貌之外，5 个样品的表面缺陷分布显著不同。

从图 2 中可以明显看出，样品 S50 的表面缺陷最多，样品 S130 的表面缺陷相对最少。

为进一步观察表面缺陷的分布情况，通过增大显微镜的放大倍数来对各个样品的表面情况进行观察（结果见图 3）。各个样品在相同倍数视场下的表面缺陷数目显示出了与图 2 相同的规律。另外还可以看到，在各样品的表面缺陷中，多数表现为卵形缺陷，说明这些表面缺陷可能与 MBE 材料生长时的表面 In 金属液滴有关，也可能与 In 炉上部温度变化后到达材料表面的杂质有关。

通过在显微镜下对样品进行手动扫描，统计了整个样品上的表面缺陷数目。将其除以观察样品的面积，可定量获得各个样品的表面缺陷密度。图 4 所示为样品的表面缺陷密度与 In

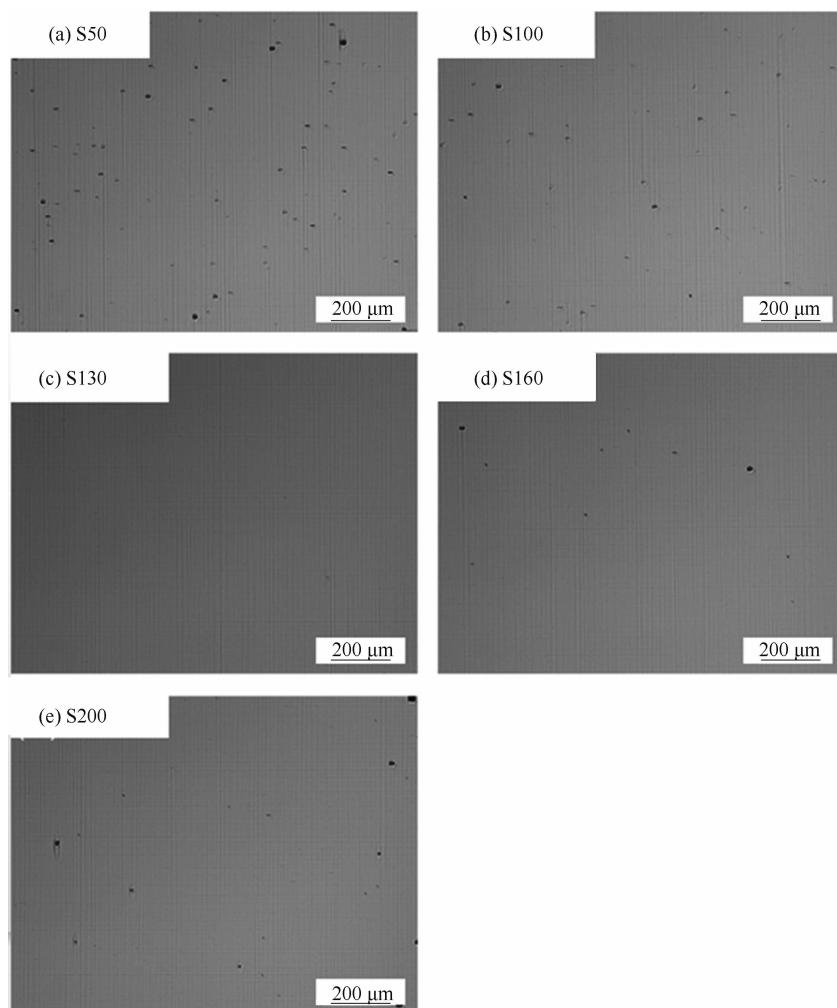


图 2 不同的 In 炉上下温差下所生长的延伸波长短波红外  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  探测材料的表面形貌

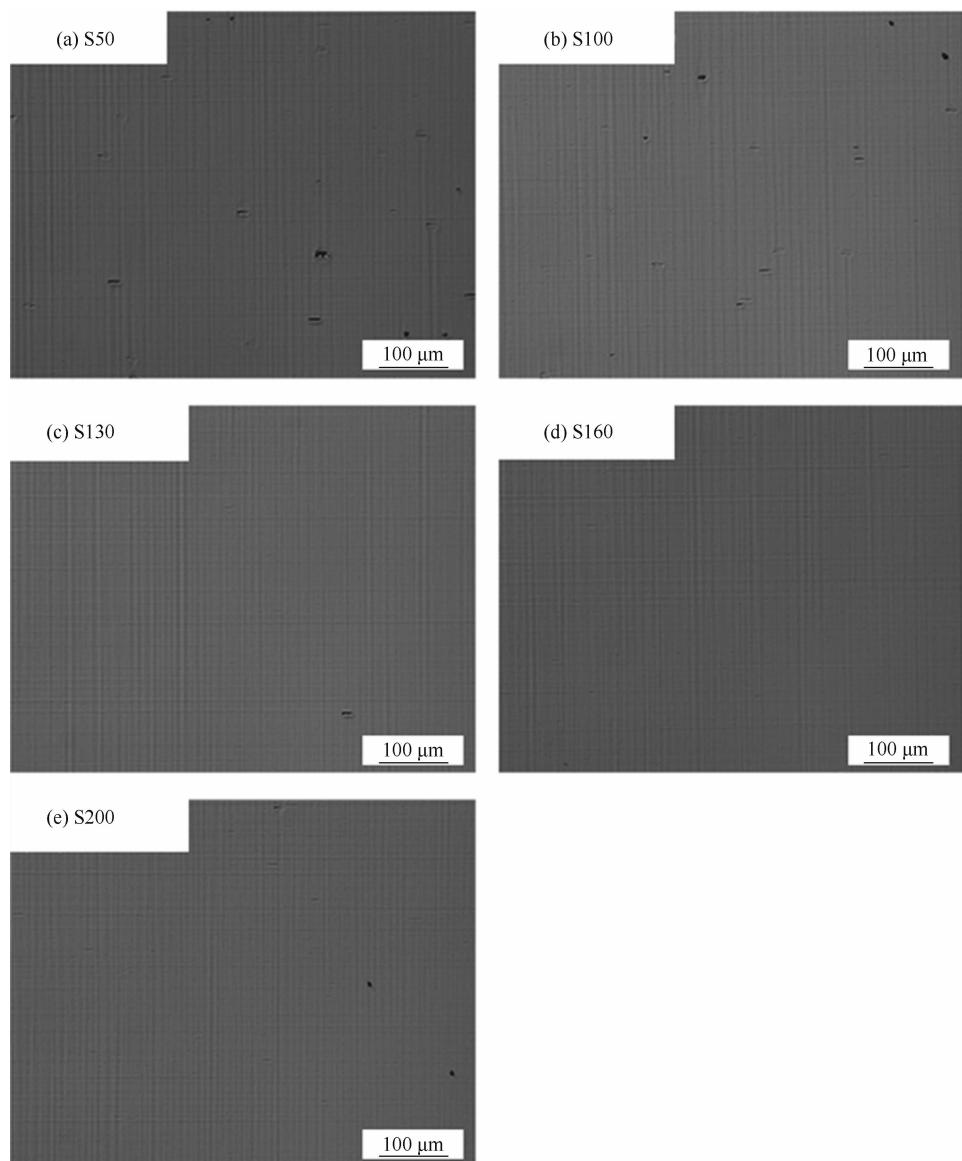


图 3 不同 In 炉上下温差下所生长的延伸波长短波红外  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  探测材料的表面形貌(经放大)

炉上下温差设置之间的关系。可以看出，随着 In 炉上下温差从 50 °C 升高到 130 °C，样品的表面缺陷密度从  $3000 \text{ cm}^{-2}$  左右逐步降低到约  $500 \text{ cm}^{-2}$ ；随着 In 炉上下温差的进一步增大，样品的表面缺陷密度又有所增加；当温差升至 200 °C 时，表面缺陷密度增加到  $1000 \text{ cm}^{-2}$  左右。由此可见，对于样品的表面缺陷密度来说，In 炉上下温差存在一个最优值，即温差为 130 °C 时，表面缺陷密度最小。

下面分析样品表面卵形缺陷的形成机制。当 In 炉上下温差为 50 °C 时，In 炉坩埚上部会

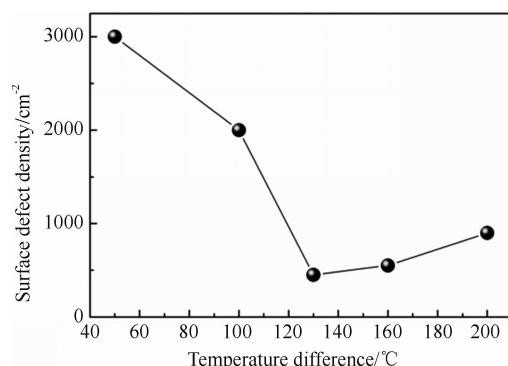


图 4 延伸波长短波红外  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  探测材料的表面缺陷密度随 In 炉上下温差的变化关系

凝结金属液滴，使 MBE 生长时材料表面束流

变得不均匀且存在液滴，从而形成卵形缺陷。随着 In 炉上部温度的升高，束源炉材料产生的杂质有所增加，材料中因杂质而形成的表面缺陷增多。由这两种机制影响造成的随 In 炉上部温度增加而引起卵形缺陷变化的规律相反，使样品的表面缺陷密度在 In 炉上下温差为 130 ℃时达到最优。

考虑到延伸波长短波红外 InGaAs 探测材料结构相对比较复杂，且三元合金材料的外延机制更复杂，为了验证 In 束源炉上下温差设置对样品表面缺陷的影响，设计和生长了 InP 外延层并对其进行了验证。当 In 炉温差分别为 50℃ 和 130℃ 时，在 InP 衬底上生长 4 μm 厚的非掺杂 InP 外延层样品（记为 IS50 和 IS130）。图 5 为这两个样品在显微镜放大倍数分别为 ×100 和 ×200 时的表面图像。可以看出，当 In 炉上部温度比下部温度高 130℃ 时，表面缺陷明显低于温差为 50℃ 时的情况。经计算可知，样品 IS50 和 IS130 的表面缺陷密度分别为 3000 cm<sup>-2</sup> 和 1200 cm<sup>-2</sup>。

图 6 所示为各个样品的室温光致发光结果。每个样品的结果均包含两个峰，其中波长约为 2.5 μm 的发光峰对应于 In<sub>0.83</sub>Ga<sub>0.17</sub>As 吸收层，波长约为 1.6 μm 的发光峰对应于 In<sub>0.83</sub>Al<sub>0.17</sub>As 帽层。光谱上 2.6 μm 附近的强度波动来源于测试光路中的水汽吸收。由于不同样品的测试均在同一光路下开展，各个样品间的光致发光强度是可以进行比较的。图 6 中，不同样品的光谱都放大了相应倍数。

为了更清晰地对比和分析束源炉温度对光致发光强度的影响，提取了 In<sub>0.83</sub>Ga<sub>0.17</sub>As 吸收层的发光峰强度，绘制了 In 束源炉上下部温差与光致发光强度的曲线（见图 7）。可以看出，当 In 炉上下温差为 50℃ 时，室温光致发光强度最强；随着温差增大，发光强度逐渐减弱，在上下温差为 160℃ 时强度最弱；随着温差进一步增大到 200℃，光致发光强度又略有增强。随着 In 炉上下温差从 50℃ 开始升高，材料因金属液滴产生的卵形缺陷密度降低，但是材料中因炉口杂质出射增加而形成的缺陷增

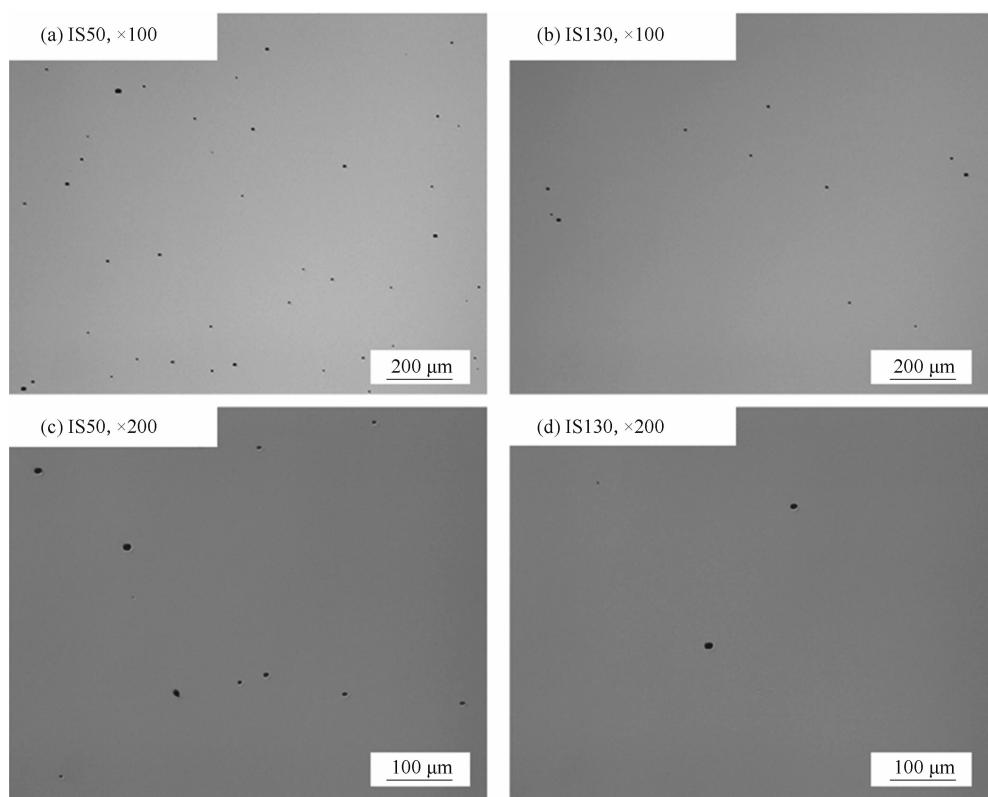


图 5 不同 In 炉上下温差下所生长的 InP 单层材料的表面形貌

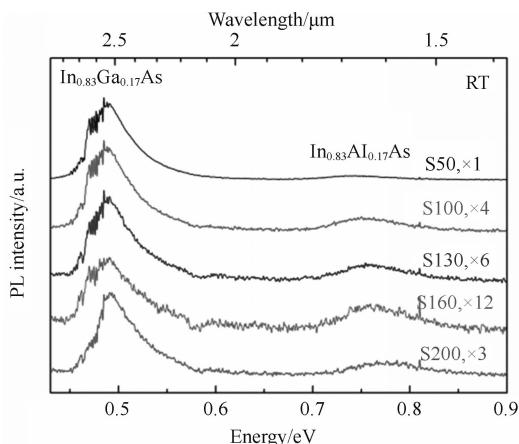


图 6 不同 In 炉上下温差下所生长的延伸波长短波红外  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  探测材料的光致发光光谱

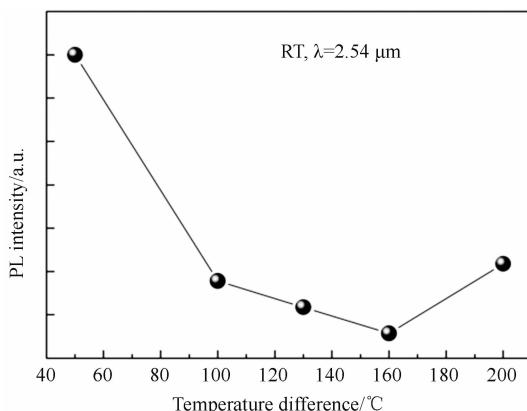


图 7 延伸波长短波红外  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  探测材料的光致发光强度随 In 炉上下温差的变化关系

多。这些缺陷对光致发光强度的影响更大，导致整体上材料发光强度随着 In 炉上部温度的升高而减弱。不过这种机理还不能完全解释 In 炉温差为 200℃ 时发光强度略有回升的现象，但它与光致发光强度随 In 炉上下温差的整体变化趋势还是一致的。In 束源炉的温度设置会引起由不同机理形成的表面缺陷，且在不同温区由不同机理主导。

### 3 结束语

本文研究了 MBE 生长延伸波长短波红外 InGaAs 探测器材料的过程中，束源炉的温度设置对晶格失配材料表面缺陷的影响。在 In 炉上下温差为 130℃ 时所生长的延伸波长 InGaAs 材料的表面缺陷密度最小。温差减小或增大都会引起表面缺陷密度增加。经分析认为，这是由

于 In 金属液滴和炉子顶部杂质引起卵形缺陷这两种机制的共同作用而造成的。对材料室温光致发光光谱的分析也能部分证明该观点。此项研究为发展低缺陷密度的延伸波长短波红外 In-GaAs 探测器材料提供了依据，也为研制高性能短波红外焦平面阵列打下了基础。

### 参考文献

- [1] Hoogeveen R, Ronald A, Goede A. Extended Wavelength InGaAs Infrared (1.0–2.4 μm) Detector Arrays on SCIAMACHY for Space-based Spectrometry of the Earth Atmosphere [J]. *Infrared Physics & Technology*, 2001, **42**(1): 1–16.
- [2] Besikci C. Extended Short Wavelength Infrared FPA Technology: Status and Trends [C]. *SPIE*, 2018, **10540**: 105400P.
- [3] Arslan Y, Oguz F, Besikci C. 640×512 Extended Short Wavelength Infrared  $\text{In}_{0.83}\text{Ga}_{0.17}\text{As}$  Focal Plane Array [J]. *IEEE Journal of Quantum Electron*, 2014, **50**(12): 957–964.
- [4] Huang C C, Zhuang L, Wu M C. Large-area Planar Wavelength-extended InGaAs p-i-n Photodiodes Using Rapid Thermal Diffusion with Spin-on Dopant Technique [J]. *IEEE Electron Device Letters*, 2015, **36**(8): 820–822.
- [5] Li X, Gong H M, Fang J X, et al. The Development of InGaAs Short Wavelength Infrared Focal Plane Arrays with High Performance [J]. *Infrared Physics & Technology*, 2017, **80**(1): 112–119.
- [6] Zhang J, Chen X Y, Ma Y J, et al. Optimization of  $\text{In}_{0.6}\text{Ga}_{0.4}\text{As}/\text{InAs}$  Electron Barrier for  $\text{In}_{0.74}\text{Ga}_{0.26}\text{As}$  Detectors Grown by Molecular Beam Epitaxy [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2019, **512**(4): 84–89.
- [7] Gu Y, Zhang Y G, Chen X Y, et al. Anisotropic Strain Relaxation of Si-doped Metamorphic InAlAs Graded Buffers on InP [J]. *Journal of Physics D*, 2017, **50**(38): 385105.
- [8] He W, Li P, Shao X M, et al. InGaAs Focal Plane Array with the Sub-10 μm Pixel Pitch and 2.6 μm Cut-off Wavelength [J]. *Journal of*

- Infrared and Millimeter Waves*, 2018, **37**(6): 650–652.
- [9] Gu Y, Zhang Y G, Wang K, et al. Effects of Growth Temperature and Buffer Scheme on Characteristics of InP-based Metamorphic In-GaAs Photodetectors [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2013, **78**(9): 65–68.
- [10] D'Hondt M, Moerman I, Demeester P. Dark Current Optimisation for MOVPE Grown 2.5 μm Wavelength InGaAs Photodetectors [J]. *Electronics Letters*, 1998, **34**(9): 910–912.
- [11] Zhang Y G, Gu Y, Wang K, et al. Properties of Gas Source Molecular Beam Epitaxy Grown Wavelength Extended InGaAs Photodetector Structures on a Linear Graded InAlAs Buffer [J]. *Semiconductor Science and Technology*, 2008, **23**(12): 125029.
- [12] Szerling A, Kosiel K, Pluska M, et al. Oval Defects in Crystals Grown by MBE Technique: Study and Methods of Elimination Abstract [J]. *Electron Technology: Internet Journal*, 2004, **36**(6): 1–5.
- [13] Toyshima H, Niwa T, Yamazaki J, et al. In Surface Segregation and Growth-mode Transition During InGaAs Growth by Molecular-beam Epitaxy [J]. *Applied Physics Letters*, 1993, **63**(6): 821–823.
- [14] Salokatve A, Varrio J, Lammasniemi, et al. Reduction of Surface Defects in GaAs Grown by Molecular Beam Epitaxy [J]. *Applied Physics Letters*, 1987, **51**(17): 1340–1342.
- [15] Klima K, Kaniewska M, Reginski K, et al. Oval Defects in the MBE Grown AlGaAs/In-GaAs/GaAs and InGaAs/GaAs Structures [J]. *Crystal Research & Technology*, 1999, **34**(6): 683–687.
- [16] Saha S, Cassidy D T, Thompson D A. Investigation of Cross-hatch in  $\text{In}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}$  Pseudo-substrates [J]. *Journal of Applied Physics*, 2013, **113**(12): 124301.