

文章编号: 1672-8785(2014)11-0015-05

分子束外延 InAlSb/InSb 晶体的质量研究

刘 铭 周 朋 尚林涛 邢伟荣 周立庆

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: InAlSb/InSb 薄膜材料的晶体质量会直接影响器件的性能。提高薄膜材料的晶体质量可以有效降低器件的暗电流, 提高探测率和均匀性等。主要报道了掺铝锑化铟分子束外延技术的初步研究结果。通过采用多种测试方法对 InAlSb 分子束外延膜的晶体质量进行了分析, 找出了影响晶体质量的因素, 提高了 InAlSb 分子束外延的技术水平。实验结果表明, 通过优化生长温度、束流比、升降温速率以及退火工艺等生长条件, 可以获得高质量的 InAlSb 分子束外延膜。

关键词: InAlSb; 分子束外延; 表面形貌; 应变弛豫

中图分类号: TN213 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2014.11.004

Research on Quality of InAlSb/InSb Crystal Grown by Molecular Beam Epitaxy

LIU Ming, ZHOU Peng, SHANG Lin-tao, XING Wei-rong, ZHOU Li-qing

(North China Research Institute of Electro-optics, Beijing100015, China)

Abstract: The crystal quality of InAlSb/InSb film materials may directly affect the performance of the eventual detection devices. To improve the crystal quality of film materials not only can reduce the dark current of detection devices, but also can improve the detectivity and uniformity of them. The preliminary result of a Molecular Beam Epitaxy (MBE) method for aluminum-doped InSb materials is reported. The crystal quality of the InAlSb film grown by MBE is analyzed by using a variety of test and analysis methods. The factors which have influence on the crystal quality are found out and the technical level of the MBE of InAlSb film materials is improved. The experimental result shows that through optimization of the growth conditions such as growth temperature, beam ratio, cooling rate and annealing process, high quality MBE InAlSb film materials can be obtained.

Key words: InAlSb; molecular beam epitaxy; surface morphology; strain relaxation

0 引言

为适应军事需求, 新一代红外探测器逐渐向高性能低成本的方向发展。新一代红外探测器将拥有高分辨(大面阵和小像元)、先进的读出电路技术(数字, 低噪声)、高工作温度、高空间均匀性、高稳定性和多光谱等特点。其中高温度

是第三代红外探测器发展的一个重要分支^[1]。

InSb 材料是 III-V 族化合物中拥有最小带隙、最小载流子有效质量、最大电子饱和漂移速度和迁移率等优异性能的半导体材料, 是高性能中波红外探测器的最优材料体系之一。InSb 基 InAlSb 红外探测器是基于体晶 InSb 红外探测

收稿日期: 2014-09-22

作者简介: 刘铭(1985-) 男, 江西吉安人, 硕士, 工程师, 从事红外探测器材料设计以及分子束外延工艺研究。

E-mail: kaka_851001@163.com

器而发展起来的一种新型红外探测器, 由于随 Al 组分从 0 到 3% 的增加, 其暗电流最多可随之减小 50 倍, 能大大提高探测器的工作温度。因此, InAlSb 红外探测器是高温工作红外探测器的优选方案之一^[2,3]。

本文主要报道掺铝锑化铟分子束外延技术的初步研究结果。通过采用多种测试方法对 InAlSb 薄膜的晶体质量进行分析, 找出了影响晶体质量的因素, 提高了 InAlSb 分子束外延的技术水平。

1 实验

设备为 DCA P600 型分子束外延 (Molecular Beam Epitaxy, MBE) 系统。使用我所自制的直径 2 in 的 InSb(100) 晶片作为 InAlSb/InSb 薄膜外延衬底。衬底采用无铟粘接方式固定, 通过 In、Sn、PbAg 标定衬底的温度与衬底加热器热偶读数之间的关系。经标定, 衬底加热器上的热偶温度比实际温度高 50 °C 左右^[4]。

InAlSb/InSb 分子束外延薄膜生长技术的具体步骤如下: 在对 InSb 晶片进行常规的机械化学抛光、综合清洗之后, 用改进的 CP4 腐蚀液对 InSb 衬底进行处理^[5], 以在表面形成一层氧化的保护膜; 然后用干燥的氮气将衬底吹干, 并将衬底迅速装入 MBE 系统中。待其进样室和缓冲室接受除气后, 将其传送至生长室; 接着对 InSb 衬底进行升温, 当温度超过 325 °C 后开 Sb 保护, 使温度升高至 500 °C 以去除氧化层, 时间在 15 min 以上; 然后降温至生长温度, 进行 InSb 缓冲层薄膜生长, 最后外延生长 InAlSb 薄膜。生长速率通过反射高能电子衍射仪 (Reflection High-Energy Electron Diffraction, RHEED) 的图像强度震荡法测试, 生长速率为 0.5 ML/s(原子层/秒), 整个生长过程采用 RHEED 监控。

实验中, 选用 4 块生长条件不同的 InAlSb 样品, 外延膜的厚度均在 1 μm 左右, 具体实验条件见表 1。

InAlSb 分子束外延膜的晶体质量采用在线 MBE 20 keV RHEED、高分辨 X 射线衍射仪 (X-ray Diffraction, XRD) 分析测试。XRD 利用 Cu

K_{α1} 特征谱线测试, 单色器为 2 块 Ge(220) 晶体单色器; 采用白光干涉仪对外延片表面的粗糙度进行测试; 采用光学显微镜、扫描电子显微镜 (Scanning Electron Microscope, SEM) 和能谱仪 (Energy Disperse Spectroscopy, EDS) 对外延膜的表面缺陷和形貌进行研究。

表 1 各样品的实验条件

编号	V/III	生长温度 (°C)	退火 (°C)
A	6	430	无
B	7	430	480
C	7	420	480
D	7	450	480

2 结果及其分析

2.1 Al 组分计算

由于涉及的 Al 组分 (3% 左右) 比较小, 采用常规的测试方法如能谱、X 射线光电子能谱仪 (X-ray photo-electron spectrometer, XPS) 等很难精确测试出来。因此, 采用高分辨 X 射线衍射法测试衬底和外延层的晶格常数, 然后间接计算出 Al 组分。

实验中, 采用高分辨 X 射线衍射仪测试 InAlSb 外延膜的双晶摇摆曲线, 如图 1 所示。然后利用布拉格方程精确计算出 InAlSb 和 InSb 的晶格常数:

$$2 \times \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \sin \theta = \lambda \quad (1)$$

式中, a 为晶格常数, 采用衍射面 004 计算晶格常数 (对称衍射可以独立确定垂直于界面方向的晶格常数), 即 h 和 k 为 0、1 为 4, λ 为 Cu 靶 K_{α1} 的特征波长 1.54056 Å。

文献报道 (见表 2) AlSb 在 300K 时的晶格常数为 6.1355 Å。由于 Al 组分只是在小范围内变化, 因此可以假定 Al 组分变化趋势近似满足经验公式维戈 (Vegard) 定律。维戈定律的表达式为

$$a_{In_{1-x}Al_xSb} = x \times a_{AlSb} + (1 - x) \times a_{InSb} \quad (2)$$

Al 组分的计算结果见表 3。

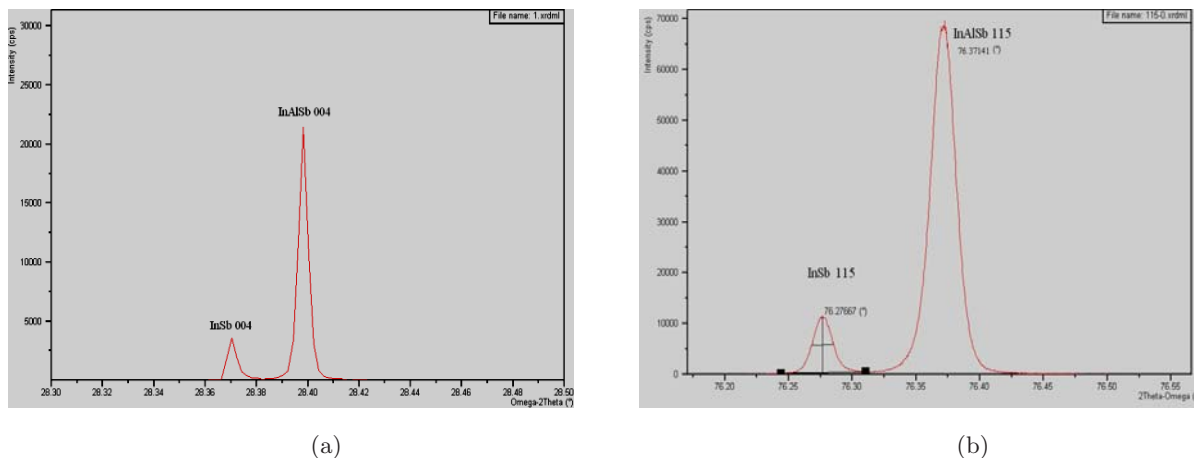


图 1 InSb/InAlSb 外延膜的双晶摇摆曲线

表 2 材料参数 [6]

	GaAs	GaSb	AlSb	InAs	InSb
$a_{300K}(\text{\AA})$	5.6533	6.0959	6.1355	6.0583	6.4794
$\kappa(10^{-5} \text{\AA/K})$	3.88	4.72	2.6	2.74	3.48

表 3 Al 组分的计算结果

编号	衬底的衍射角	衬底的晶格常数	外延层的衍射角	外延层的晶格常数	Al 组分
A	56.7038	6.4881	56.9068	6.4670	6.2024%
B	56.8145	6.4765	56.8975	6.4679	2.5329%
C	56.7869	6.4794	56.8902	6.4686	3.1520%
D	56.7860	6.4795	56.8373	6.4742	1.5684%

2.2 应变弛豫研究

在晶格失配的作用下, 异质外延 InAlSb 在衬底上生长不到 1 ML(原子层) 时即会产生应变弛豫。随着生长厚度的增加, 薄膜将趋向于完全弛豫。应变弛豫与衬底温度、晶格失配以及生长厚度有着密切的关系。

InAlSb 薄膜应变弛豫的大小可以通过计算薄膜在平行于界面方向和垂直于界面方向的晶格常数获得。利用 X 射线衍射技术分别测出外延层和衬底 (400) 和 (511) 方向的晶面间距 [6], 即可计算出这两个方向的晶格常数。根据泊松比的定义, 完全弛豫态的晶格常数可以由下式算得:

$$a_r = \frac{-(a_{\perp}(\nu - 1) - 2\nu a_{\parallel})}{1 + \nu} \quad (3)$$

式中, 泊松比 $\nu=0.35^{[7]}$ 。再通过下式即可算得 InAlSb 薄膜的应变弛豫 [8]:

$$\%Relaxd = \frac{a_{\parallel} - a_{sub}}{a_r - a_{sub}} \quad (4)$$

测试数据及计算结果见表 4。

结合表 4 及表 2 可以看出, 弛豫的大小与生长温度有密切的关系。当生长温度升高时, 应变弛豫会变小, 这是因为在高温生长时界面表面能大, 完全共格生长趋势减弱, 弛豫厚度增加 (如样品 D 所示), 而低生长温度下样品 C 的弛豫达 99.2437%, 厚度为 1 μm 时即接近完全弛豫。此外, 应变弛豫还与晶格失配有密切关系。Al 组分高的样品 A 的应变弛豫明显小于样品 B 和 C, 这是由于随 Al 着组分的增加, 失配能增加了, 完全共格生长的难度也增加了。

表 4 样品及对比样品的弛豫计算

衬底号	400 衍射角	511 衍射角	$a_{\perp}$	$a_{\parallel}$	a_r	弛豫
A	56.9068	76.4580	6.4669	6.4829	6.4752	89.9727%
B	56.8975	76.4506	6.4679	6.4780	6.4731	93.4461%
C	56.8902	76.4496	6.4686	6.4693	6.4690	99.2437%
D	56.8373	76.3676	6.4742	6.4798	6.4771	85.5715%

2.3 表面形貌及其粗糙度

实验样品的光学显微镜图像如图 2 所示。从图中可以看出, A 样品和 C 样品表面有明显的交叉网格线形貌, 且交叉网格线沿某个方向较深, 沿垂直方向较浅; B 和 D 表面基本没有网格线, 但是 B 表面较粗糙, 存在一些橘皮状突起, D 表面非常平整。B 和 D 样品的表面缺陷密度明显少于 A 和 C。通过分析实验条件发现, 缺陷密度和生长温度对编码缺陷密度有较大的影响, 原因可能是 Sb 在表面的迁移率较小而导致堆积。适当升高生长温度可以降低缺陷密度。

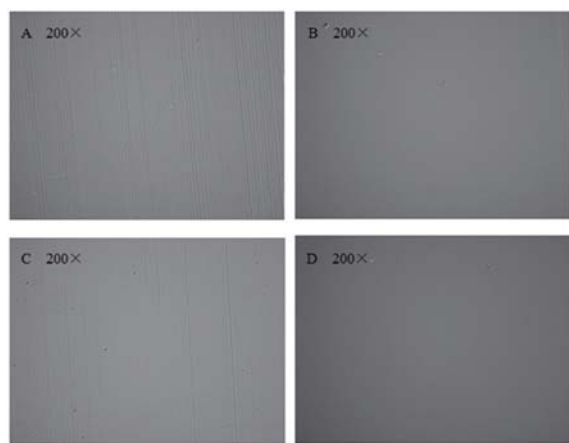


图 2 实验样品的光学显微镜图像

为了更直观地观察样品的表面形貌, 采用白光干涉仪对样品表面进行表征。白光干涉仪的型号为 BRUKER contourGT, 光源为绿光, 测试面积为 $126 \mu\text{m} \times 95 \mu\text{m}$ 。表面的三维图像和粗糙度数据见图 3 和表 4, R_a 为平均粗糙度, R_q 为均方根粗糙度, Δz 为最大的波峰和波谷的差值。

从白光干涉仪的三维图像可以明显看出, A 样品和 C 样品的表面存在明显的网格线, 但

其中一个方向上的线条不明显, 线间距具有明显的规律。由表 5 中的粗糙度值也可以看出, D 样品的表面粗糙度最小, B 次之, A 的表面粗糙度最大。根据表 2 中的 Al 组分数据和表 1 中的生长条件数据, 样品网格线的形成与生长过程中是否退火有很大的关联, 没有退火的样品 A 的网格线最明显。由于退火可以一定程度上消除应力, 因此网格线可以通过优化退火工艺来消除。从测试结果还可以发现, 随着 Al 组分的增加, 粗糙度随之增加 (中心区域尤其如此)。这是由于 Al 组分的增加导致晶格失配增加了, 使外延膜残余应力增加了, 从而影响了表面形貌以及粗糙度; 通过优化生长温度、束流比以及退火工艺, 可以较大程度地提高晶体的质量。由测试结果还可以发现, 样品中心区域的粗糙度低于边缘区域, 这可能与样品无钢放置的方式有关。边缘直接和钼托接触, 升降温速率高于中心而产生了热失配。因此可以通过优化升降温速率来提高晶体质量。

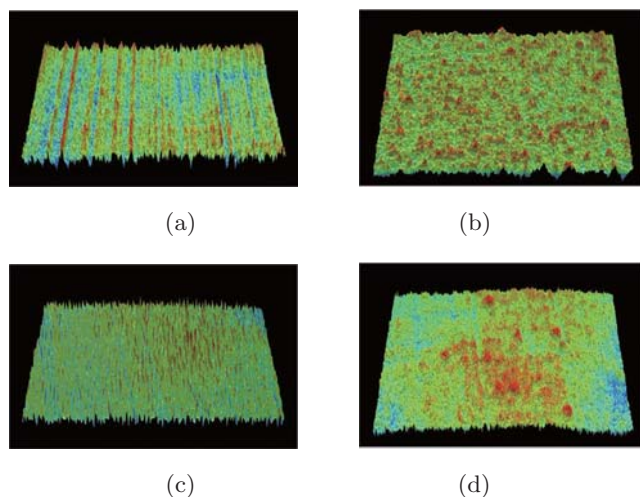


图 3 样品的白光干涉仪 3D 图

表 5 白光干涉仪测得的各样品粗糙度

衬底号	位置	Ra(nm)	Rq(nm)	ΔZ (nm)
A	边缘	0.841	1.057	9.533
	中间	0.651	0.814	6.743
B	边缘	1.083	1.351	10.981
	中间	1.349	1.68	13.42
C	边缘	1.235	1.559	14.571
	中间	1.113	1.396	13.152
D	边缘	0.921	1.119	9.268
	中间	0.435	0.548	4.884

3 结论

以 Vegard 定律为依据, 通过测量 InAlSb 分子束外延薄膜的晶格常数, 间接计算出了 Al 组分, 解决了低 Al 组分难以表征的问题。通过测量 (400) 和 (511) 方向的晶格常数, 对其应变弛豫做出研究。结果表明, 弛豫的大小与生长温度之间存在一定的关系。当生长温度升高时, 应变弛豫会变小。使用光学显微镜和白光干涉仪可以观察到部分样品表面存在交叉网格线, 其产生与 Al 组分的大小以及退火密切相关, 通过退火可以一定程度上减少交叉网格线。研究表明, 通过优化生长温度、束流比、升降温速率以及退火

工艺等生长条件, 可以获得高质量的 InAlSb 分子束外延膜。

参考文献

- [1] Nesher O, Klipstein P C. High Performance IR Detectors at SCD Present and Future[J]. *Opto-Electronics Review*, 2006, 14(1), 61-70.
- [2] Ashley T. Higher Operating Temperature, High Performance Infrared Focal Plane Arrays[J]. *SPIE*, 2004, 5359:89-100.
- [3] Klin O. Molecular Beam Epitaxy Grown $\text{In}_{1-x}\text{Al}_x\text{Sb}/\text{InSb}$ Structures for Infrared Detectors [J]. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 2006, 24(3):1607-1615.
- [4] 周立庆, 刘铭, 巩峰, 等. 3 英寸 CdTe/Si 复合衬底外延技术研究 [J]. *激光与红外*, 2011, 41(5):537-541.
- [5] 刘铭, 程鹏, 肖钰, 等. InSb 薄膜分子束外延技术研究 [J]. *激光与红外*, 2013, 43(11):1256-1259.
- [6] 熊敏. GaAs 基 InSb 薄膜的分子束外延生长及其结构与性能 [D]. 哈尔滨工业大学硕士论文, 2006:36-38.
- [7] Maigne P. Relaxation in Tensile-strained InAlSb-InSb Heterostructures[J]. *J. Appl. Phys.*, 1995, 77(4):1466-1470.
- [8] Maigne P. Strain Relaxation in InAlSb Epilayers Grown on InSb Substrates[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1994, 65(12):1543-1545.

(上接第 9 页)

则采用摆扫光学系统。表 6 列出了 OLI 与 ETM+ 的性能对比情况。另外, TIRS 具有 2 个热红外波段 ($10.3 \sim 11.3 \mu\text{m}$ 和 $11.5 \sim 12.5 \mu\text{m}$) 的成像能力, 弥补了 OLI 的不足。TIRS 采用量子阱红外焦平面探测器, 并利用两级机械制冷机将其冷却至 43 K; 其主光学部分采用折射式推扫系统, 地面分辨率为 100 m, 刈幅为 185 km。

3 结束语

对地观测是红外遥感技术的主要应用领域。经过半个多世纪的发展, 红外遥感技术在满足气象和地球环境探测需求的同时也得到了很大发展。随着红外焦平面技术的不断成熟, 红外遥感仪器将会在探测灵敏度、空间分辨率、光

谱分辨率和时间响应等技术指标上得到进一步提高。为对地探测应用提供高性能红外遥感仪器, 将是红外遥感技术长期不变的发展目标。近年来, 随着环保意识的不断增强, 各国更加注重地球监测研究, 并频繁发射对地观测卫星, 因此红外遥感技术将会具有更加广阔的应用前景。

参考文献

- [1] 陆燕. 欧洲下一代气象卫星及其红外遥感仪器概要 [J]. *红外*, 2013, 34(11): 1-7.
- [2] ESA. Satellite Missions Database [EB/OL]. <http://directory.eoportal.org/web/eoportal/satellite-missions>, 2014.
- [3] World Meteorological Organization. List of All Instruments [EB/OL]. <http://www.wmosat.info/osc-ar/instruments>, 2014.