

文章编号:1001-9014(2011)05-0406-04

# InAs/GaSb 超晶格中波焦平面材料的 分子束外延技术

徐庆庆, 陈建新, 周易, 李天兴, 吕翔, 何力

(中国科学院上海技术物理研究所 中国科学院红外成像材料与器件重点实验室, 上海 200083)

**摘要:**报道了 InAs/GaSb 超晶格中波材料的分子束外延生长技术研究. 通过改变 GaSb 衬底上分子束外延 InAs/GaSb 超晶格材料的衬底温度, 以及界面的优化等, 改善超晶格材料的表面形貌和晶格失配, 获得了晶格失配  $\Delta a/a = 1.5 \times 10^{-4}$ , 原子级平整表面的 InAs/GaSb 超晶格材料, 材料 77 K 截止波长为 4.87  $\mu\text{m}$ .

**关键词:** InAs/GaSb; 超晶格; 分子束外延

中图分类号: TN213 文献标识码: A

## Mid-wavelength infrared InAs/GaSb superlattice grown by molecular beam epitaxy

XU Qing-Qing, CHEN Jian-Xin, ZHOU Yi, LI Tian-Xing, LV Xiang, HE Li

(Key Laboratory of infrared image materials and devices, Shanghai Institute of Technical Physics,  
Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China)

**Abstract:** The growth of mid-wavelength infrared InAs/GaSb superlattice on GaSb substrates by molecular beam epitaxy (MBE) was studied. We optimized the substrate temperature and interface structures to obtain high quality material. The InAs/GaSb superlattice layers were characterized by Atomic Force Microscope (AFM), high resolution X-ray diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared Spectrum. We found the optimal substrate temperature for GaSb and superlattice is 485°C and 450°C respectively. We finally obtained highly lattice matched InAs/GaSb materials with 50% cut-off wavelength at 4.84  $\mu\text{m}$  at 77 K.

**Key words:** InAs/GaSb; superlattice; molecular beam epitaxy (MBE)

**PACS:** 81.05. Ea

## 引言

自 1977 年 Esaki<sup>[1]</sup> 等人提出了 InAs/GaSb II 类超晶格的概念后, 引发了人们对 II 类超晶格材料独特物理性质的研究兴趣. 1987 年 Smith 和 Maihiot<sup>[2]</sup> 指出了碲化物 II 类超晶格材料在探测器领域的应用潜力. 1996 年第一个 II 类超晶格探测器问世<sup>[3]</sup>, 2003 年报道了第一个 II 类超晶格焦平面探测器<sup>[4]</sup>. InAs/GaSb II 类超晶格材料通过改变 InAs, GaSb 各层的厚度, 获得的 3.0 ~ 20  $\mu\text{m}$  红外波段探测器具有低的暗电流, 高的量子效率, 高的工作温度, 均匀性好, 可与传统红外探测器材料 HgCdTe 和 InSb 相媲美<sup>[5]</sup>. 由于分子束外延 (MBE) 技术能够精确地控

制源的束流强度, 因此能精确地控制外延层的厚度、组分和掺杂浓度; 同时 MBE 的生长温度低, 而且能够方便地进行快门切换, 易于获得实验设计的界面类型和原子级平整的突变界面, 是当前生长 InAs/GaSb 超晶格材料的主要技术手段.

尽管 InAs/GaSb II 类超晶格在短短 10 多年内取得令人瞩目的成绩, 但目前报道的焦平面探测器性能与其理论预期还有相当大的差距. 主要的制约因素是材料性能尚有待进一步提高. 另外, 国内对该方向的研究尚处于起步阶段, 要赶上国际先进水平, 更需要在材料生长与性能表征上加大研究力度.

本文报道用 MBE 技术生长 InAs/GaSb 超晶格材料及其性能的研究. 我们采用微分相衬显微镜、原子

收稿日期: 2010-11-01, 修回日期: 2011-05-24

Received date: 2010-11-01, revised date: 2011-05-24

作者简介: 徐庆庆 (1978-), 女, 上海松江人, 助理研究员, 理学硕士, 研究方向为红外半导体材料外延技术和高性能红外探测器制备, E-mail: xuqq@mail.sitp.ac.cn.

力显微镜(AFM)、X 射线双晶衍射(DCXR)和傅里叶变换红外光谱(FTIR)的方法研究了 InAs/GaSb 薄膜的表面形貌、晶体质量和光学性能,分析了主要生长参数对 InAs/GaSb 超晶格材料质量的影响.高质量 InAs/GaSb II类超晶格材料的实现为后续开展 InAs/GaSb 焦平面探测器的制备打下了良好的基础.

## 1 实验

本文报道的 InAs/GaSb 超晶格材料生长是在法国 RIBER 公司的 Compact 21 分子束外延设备上进行的,超晶格材料的 As 源和 Sb 源分别由 As 带阀的裂解炉和 Sb 带阀的裂解炉提供的  $As_2$  和  $Sb_2$ . In 源和 Ga 源分别是 7N 的高纯金属 In 和 Ga. 实验采用 (100) 晶向的 GaSb 衬底,衬底表面脱氧过程由在线的反射式高能电子衍射(RHEED)花样监控,材料外延生长的速率由 RHEED 强度振荡曲线获得,In/As 和 Ga/Sb 的束流比由在线的离子规测量得到,衬底温度由红外测温仪监控.我们设计了两组实验研究生长工艺对材料性能的影响.第一组实验研究衬底温度对外延层表面质量的影响.衬底温度范围在 400 ~ 500°C 之间<sup>[6]</sup>.由于 InAs/GaSb 超晶格材料的生长温度窗口很窄.因此合适的生长温度是获得高质量超晶格材料的一大关键.第二组实验研究了超晶格界面层对材料质量的影响.由于 InAs 和 GaSb 之间没有共有原子,因此在 InAs 和 GaSb 的界面处会出现两种界面类型,InSb 型界面和 GaAs 型界面.由于 InAs 的晶格常数小于 GaSb,所以引入晶格常数较大的 InSb 型界面,可以平衡超晶格材料的内部应变,提高外延材料的质量.在实验中分别设计了 3 种不同 InSb 型界面的快门开关顺序,通过 X 射线双晶衍射,研究材料性能随界面性质的变化.

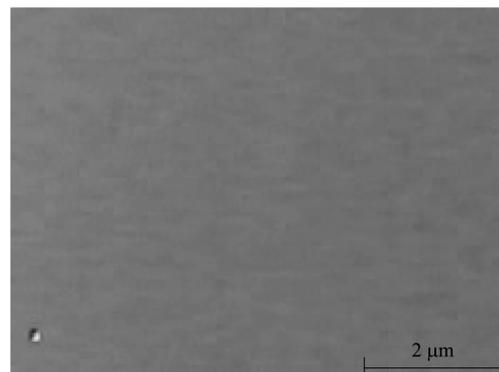
实验所采用的测试设备分别是 Philips 公司生产的 X'pert-MRD 型高分辨 X 射线衍射仪, Veeco 公司生产的 NanoScope Software Version 5 型原子力显微镜(AFM)以及 Olympus BX51 微分干涉显微镜和 Nicolet 红外傅立叶变换光谱仪等,通过这些测试手段对我们所生长的超晶格材料的质量进行综合评价.

## 2 结果与讨论

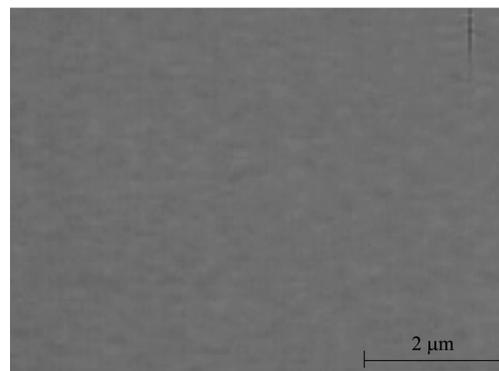
第一组实验研究衬底温度对 GaSb 单层材料和 InAs/GaSb 超晶格材料性能的影响. GaSb 和 InAs 的生长速率均为 0.5 ML/s, 结构是 9 ML InAs/12 ML GaSb, 生长 100 周期. 分别在 400°C、425°C、450°C、485°C、500°C 进行外延生长. 我们发现获得最佳表面

形貌的 GaSb 单层的生长温度是 485°C, InAs/GaSb 超晶格的生长温度是 450°C. 图 1(a) 和(b) 分别在上述两衬底温度下生长的 GaSb 和 InAs/GaSb 超晶格的光学显微照片放大倍数为 1000 倍. 照片显示 GaSb 和 InAs/GaSb 样品表面均光滑无宏观缺陷. 对超晶格样品我们进行了原子力显微镜的测试. 图 2 给出了在 450°C 生长 InAs/GaSb 超晶格的 AFM 照片. 从原子力显微照片可以清楚的观察到原子台阶, 台阶高度为 0.365nm, 与一个单原子层的厚度基本吻合. 测试范围  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  内的平均粗糙度在 1 ~ 1.5 Å 之间, 说明样品具有原子级平整的表面. 因此在后续的实验中, GaSb 的生长温度采用 485°C, InAs/GaSb 超晶格的生长温度采用 450°C.

第二组材料是在获得最佳的衬底温度条件下, 设计了 3 种不同的界面结构如图 3 所示, 主要改变了界面层中 In 和 Sb 的开关时间长短及开关顺序. 由于 InAs 的晶格常数比 GaSb 的晶格常数小 7.5%,



(a)



(b)

图 1 1000 倍光学相衬显微照片 (a) GaSb 上外延 GaSb,  $T_{sub} = 485^\circ\text{C}$  (b) GaSb 上外延 InAs/GaSb,  $T_{sub} = 450^\circ\text{C}$

Fig. 1 Optical phase contrast microscopy photos ( $\times 1000$ ) (a) GaSb buffer grown on GaSb substrate,  $T_{sub} = 485^\circ\text{C}$  (b) InAs/GaSb grown on GaSb substrate with GaSb buffer,  $T_{sub} = 450^\circ\text{C}$

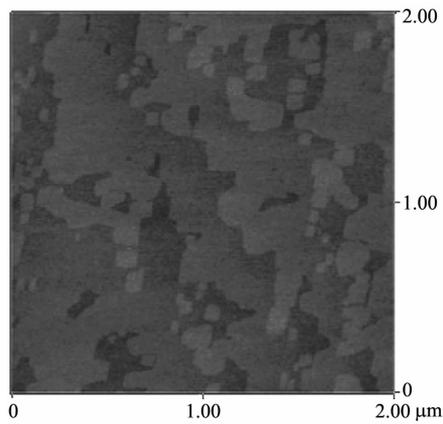


图2 InAs/GaSb 超晶格材料的 AFM 照片, ( $T_{sub} = 450^\circ\text{C}$ )  
Fig. 2 AFM cartography of the InAs/GaSb SL samples. ( $T_{sub} = 450^\circ\text{C}$ )

因此,我们生长一层 InSb 界面层来减小衬底与超晶格之间的晶格失配. GaSb 上生长 InAs 层的界面采用 (1)Sb 源的快门维持开态 2s, (2)关 Sb 源快门,开 In 源快门, (3)开 As 快门,生长 InAs. InAs 上生长 GaSb 层的界面采用 (1)In 源快门维持开态 1 ~ 1.8sec, (2)关 In 源快门,开 Sb 源快门 2sec, (3)开 Ga 源快门,生长 GaSb. 这两种开关顺序,可以获得一定厚度的 “InSb” 界面层,图 4 就是采用这些不同界面结构所获得的 InAs/GaSb 超晶格的 DCXRD  $\omega - 2\theta$  扫描曲线. X-射线双晶测试以 GaSb(400)为衍射面,图中 0 坐标对应 GaSb 衬底的布拉格角  $30.36^\circ$ . 图 4a 和 4b 分别是改变界面层 In 快门开的时间. 当 In 快门开 1.8 秒时间,超晶格零级峰峰位比衬底峰小 388.8 弧秒,是负失配,零级峰的半峰宽为 144 弧秒. 当 In 快门开 1.4 s 时,衬底峰和超晶格零级峰峰位的角间距为 50.4 弧秒,相应的晶格失配为  $1.19 \times 10^{-3}$ . 当 In 的快门开的时间为 1.4 s 时,超晶格已经由负失配变为正失配. 同时我们的结果显示,过厚的 InSb 界面层会导致超晶格质量下降. 图 4c 是 In 开的时间为 1 s,生长 InAs 后,延长 Sb 开的时间至 5 s 后,获得的 InAs/GaSb (9ML/12ML) 100 周期超晶格材料,衬底峰和零级峰位置基本重合,  $\Delta a/a = 1.5 \times 10^{-4}$ , 我们证实通过调整界面结构可以基本消除衬底与超晶格材料之间的晶格失配. 而且图中零级峰的双晶半峰宽为 28.8 弧秒,四级卫星峰的半峰宽也仅 32.4 弧秒,晶体结构完整性好. 拟合周期为  $65.3\text{\AA}$ ,设计值是  $63.9\text{\AA}$ ,两者相差大约 0.5 ML. 设计的周期没有包括界面厚度,超晶格中 InAs 层, GaSb 层以及 InSb 界面层厚度的精确值需通过对  $\omega - 2\theta$  曲线的拟合来获得,这项工作我们将另文予以介绍.

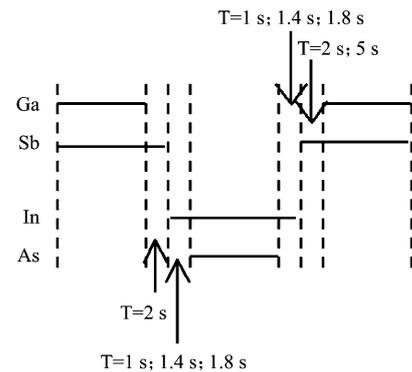


图3 InAs/GaSb 超晶格的界面变化

Fig. 3 Different interface shutter sequences for InAs/GaSb SLs

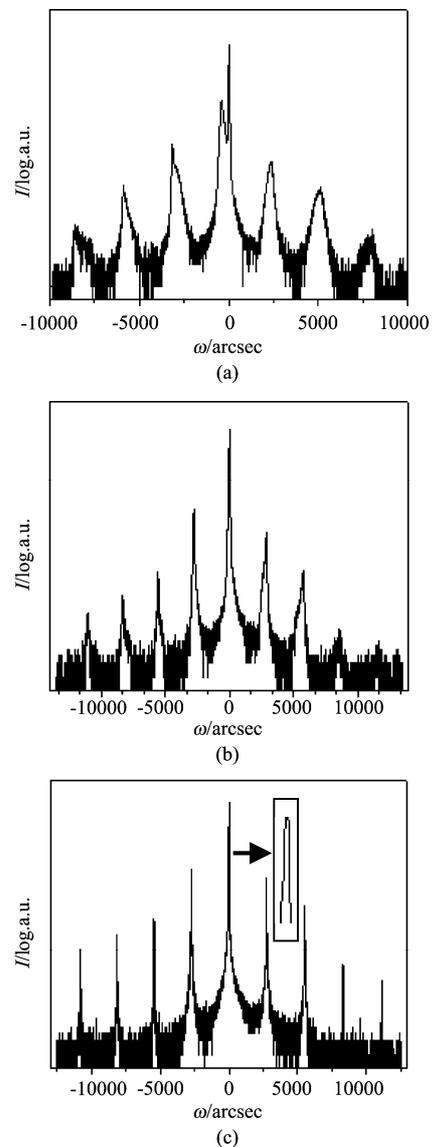


图4 100 周期 InAs/GaSb (9ML/12ML) XRD 图谱 (a)  $T_{In} = 1.8\text{s}$ ,  $T_{Sb} = 2\text{s}$  (b)  $T_{In} = 1.4\text{s}$ ,  $T_{Sb} = 2\text{s}$  (c)  $T_{In} = 1.0\text{s}$ ,  $T_{Sb} = 5\text{s}$   
Fig. 4 XRD scanning curve for 100 periods InAs/GaSb (9 ML/12 ML) (a)  $T_{In} = 1.8\text{s}$ ,  $T_{Sb} = 2\text{s}$  (b)  $T_{In} = 1.4\text{s}$ ,  $T_{Sb} = 2\text{s}$  (c)  $T_{In} = 1.0\text{s}$ ,  $T_{Sb} = 5\text{s}$

(下转 438 页)

[7] James C Bremer, Jeanette G Baucom, Hung Vu, *et al.* Estimation of long-term throughput degradation of GOES 8&9

visible channels by statistical analysis of star measurements [J]. *Proc. SPIE*, 1998, **3439**(145):145-154.

(上接 408 页)

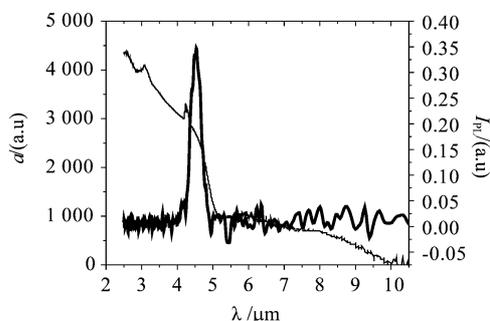


图 5 InAs/GaSb 超晶格材料的 PL 谱和吸收光谱  
Fig. 5 PL spectrum and absorption spectrum of the SL samples

采用衬底温度 450℃ 和最优的界面结构条件, 生长了 400 周期的 InAs/GaSb (9ML/12ML) 超晶格材料, 获得吸收光谱曲线在图 5 中以细线表示. 图 5 中粗线是 PL 谱曲线, 测试的样品是 100 周期 InAs/GaSb (9 ML/12 ML) 超晶格材料, 样品测试温度均为 77 K. 可以看出, PL 谱峰值波长在 4.55  $\mu\text{m}$ , 吸收光谱 50% 截止波长大约在 4.84  $\mu\text{m}$ , 与 PL 谱基本一致.

### 3 结论

在 GaSb 衬底上分子束外延中波 InAs/GaSb (9

ML/12 ML) 超晶格材料, 最优生长温度为 450℃ 时, 生长的外延材料表面平整, 粗糙度最小可达 1Å. DCXRD 结果显示通过改变界面层来调整衬底和外延材料的失配, 而且四级以上卫星峰的双晶半峰宽均小于 35 弧秒, 超晶格晶体质量完好. 吸收光谱测试表明样品 50% 吸收截止波长在 4.85  $\mu\text{m}$ .

### REFERENCES

- [1] Sa-Halasz G A, Tsu R, Esaki L. A new semiconductor superlattice [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1977, **30**:651-653.
- [2] Smith D L, Maihiot C. Proposal for strained type II superlattice infrared detectors [J]. *J. Appl. Phys.*, 1987, **62**:2545-2548.
- [3] Johnson J L, Samoska L A, Gossard A C, *et al.* Electrical and optical properties of infrared photodiodes using the InAs/Ga<sub>1-x</sub>In<sub>x</sub>Sb superlattice in heterojunctions with GaSb [J]. *J. Appl. Phys.*, 1996, **80**:1116-1127.
- [4] Razeghi M, Wei Y, Bae J, *et al.* Type II InAs/GaSb superlattices for high-performance photodiodes and FPAs [J]. *Proceedings of SPIE the International Society for Optical Engineering*, 2003, **5246**:501-511.
- [5] Rogalski A. Material consideration for third generation infrared photon detectors [J]. *Infrared Physics and Technology*, 2007, **50**:240-252.
- [6] Bracker A S, Yang M J, Bennett BR, *et al.* Surface reconstruction phase diagrams for InAs, AlSb, and GaSb [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2000, **220**:384-392.

(上接 411 页)

片进行研究, 发现光敏芯片表面明显损伤和键压过程可能引入损伤或虚焊是部分无效像元产生的原因; 同时, 光敏芯片侧面钝化膜未能实现台阶边缘的有效覆盖, 从而导致光敏芯片 PN 损伤是部分信号过大无效像元产生的原因. 通过改进光敏芯片结构设计和优化钝化膜设计与工艺, 实现了近红外 256 × 1 元 InGaAs 焦平面探测器的有效像元达到了 100%.

### REFERENCES

- [1] Battaglia J, Blessinger M, Enriquez M, *et al.* An uncooled 1280 × 1024 InGaAs focal plane array for small platform, shortwave infrared imaging [C]. *SPIE*, 2009, **7298**:72983C-1.
- [2] Devon G T, Timothy C B, Peter D, *et al.* The Development of, and Applications for, Extended Response (0.7 to 1.7  $\mu\text{m}$ ) InGaAs Focal Plane Arrays [C]. *SPIE*, 2008, **6940**:

694037-1.

- [3] LV Yan-Qiu, HAN Bing, BAI Yun, *et al.* 256 element InGaAs linear IR focal plane array and scanning image [J]. *J. Infrared Millim. Waves* (吕衍秋, 韩冰, 白云, 等. 256 元 InGaAs 线性红外焦平面及扫描成像. *红外与毫米波学报*), 2008, **27**:7-11.
- [4] CHEN Da-Chuan, LIU Chan-Lao, ZHEN Yang-Guang. Algorithm of Blind Pixels Auto-searching and Compensation for IRFPA [J]. *LASER & INFRARED* (陈大川, 刘缠牢, 郑阳光. 红外焦平面阵列盲元检测及补偿算法. *激光与红外*), 2008, **38**(12):1215-1217.
- [5] MU Hong-Shan, DONG Suo, LIANG Jin-Zhi. Study of Dead Pixels in InSb IRFPA Detector [J]. *INFRARED* (牟宏山, 董倾, 梁进智. 碲化铟红外焦平面探测器盲元失效问题的研究. *红外*), 2010, **31**(7):9-13.
- [6] QU Hui-Ming, CHEN Qian, GU Guo-Hua, *et al.* Test System for Measuring Characteristic Parameters of IRFPA [J]. *Laser & Infrared* (屈惠明, 陈钱, 顾国华, 等. 红外焦平面阵列性能参数测试系统. *激光与红外*), 2006, **36**(10):950-952.