

УДК 621.315.592

Бесконтактное измерение концентрации электронов в нелегированных гомоэпитаксиальных слоях InSb

О. С. Комков, Д. Д. Фирсов, Т. В. Львова, И. В. Седова,
В. А. Соловьёв, А. Н. Семёнов, С. В. Иванов

При помощи инфракрасного фурье-спектрометра измерялись спектры фотоотражения нелегированного InSb, выращенного методом молекулярно-пучковой эпитаксии на подложке n^+ -InSb. По периоду наблюдаемых при низких температурах осцилляций Франца–Келдыша определялась напряжённость приповерхностного электрического поля. Поскольку значение пиннинга уровня Ферми стабилизировалось обработкой образцов в водном растворе Na_2S , величина поля зависела, в основном, от концентрации свободных носителей заряда. Обнаружено влияние температуры предварительного отжига подложки на концентрацию электронов в эпитаксиальном слое.

PACS: 78.30.Fs, 78.20.Jq, 78.66. Fd, 78.68.+m, 81.05.Ea

Ключевые слова: антимионид индия, InSb, фотоотражение, фурье-спектроскопия, гомоэпитаксиальные слои, осцилляции Франца–Келдыша.

Введение

Дальнейший прогресс в развитии фоточувствительных матриц на основе InSb связан с переходом от объёмных кристаллов к эпитаксиальным слоям. Это позволяет работать с пластинами большого диаметра, а также сразу в процессе роста задавать необходимую структуру и свойства слоёв [1]. В качестве подложки в таком случае выбирается сильнолегированный InSb, прозрачный в рабочем спектральном диапазоне. Последнее является важным, поскольку поглощаемое в фоточувствительном гомоэпитаксиальном слое излучение вводится через подложку [2].

Контроль концентрации носителей заряда в нелегированном активном слое InSb, выращенном на сильнолегированной подложке, представляет собой сложную задачу. Традиционно используемый в таком случае метод Холла оказывается неприменим из-за эффекта шунтирования. При использовании полуизолирующих подложек GaAs [3] для роста InSb огромное рассогласование постоянных решетки (~14 %) вызывает возникновение высокой плотности структурных и, как следствие, точечных дефектов в InSb, ответственных за избыточную концентрацию электронов, затрудняющих определение собственной концентрации в слое.

Данная работа посвящена разработке оптического метода бесконтактного определения концентрации свободных носителей заряда в гомоэпитаксиальных слоях InSb, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) на проводящих подложках.

Метод измерения и исследованные образцы

Суть метода заключается в измерении фотоотражения (ФО) исследуемого узкозонного полупроводника при помощи инфракрасного фурье-спектрометра [4] (Photomodulated Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy). Оптические свойства поверхности образца модулируются сла-

Комков Олег Сергеевич, доцент¹, старший научный сотрудник².
Фирсов Дмитрий Дмитриевич, ассистент¹.

Львова Татьяна Викторовна, научный сотрудник².

Седова Ирина Владимировна, старший научный сотрудник².

Соловьёв Виктор Алексеевич, старший научный сотрудник².

Семёнов Алексей Николаевич, старший научный сотрудник².

Иванов Сергей Викторович, зав. лабораторией².

¹ Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ».

Россия, 197376, Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, 5.
Тел. (812) 234-31-64. E-mail: okomkov@yahoo.com

² Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН.

Россия, 194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26.

Статья поступила в редакцию 22 июля 2016 г.

© Комков О. С., Фирсов Д. Д., Львова Т. В., Седова И. В.,
Соловьёв В. А., Семёнов А. Н., Иванов С. В., 2016

бым прерываемым лазерным лучом, энергия фотонов которого превышает ширину запрещённой зоны. Генерируемые этим излучением электронно-дырочные пары разделяются встроенным приповерхностным электрическим полем и в некоторой степени изменяют его напряжённость. Одновременно в той же области образца регистрируется соответствующее изменение оптического отражения — спектр ФО.

Ключевой проблемой технологии приборов на основе InSb, а соответственно и диагностики эпитаксиальных слоёв этого материала является наличие на поверхности антимида индия трудно удаляемых нестехиометрических оксидов, химический состав и толщина которых зависят от условий окружающей среды и изменяются со временем [5]. Этот аспект важно учитывать при предэпитаксиальной подготовке подложек, а также при измерении характеристик приповерхностной области материала, особенно после длительного пребывания образцов на воздухе.

Образцы эпитаксиальных слоёв нелегированного InSb выращивались методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) на установке RIBER 32P, оборудованной стандартными эффузионными ячейками In и Sb. Рост производился на готовых к эпитаксии сильнолегированных ($n = 9 \times 10^{17} \text{ см}^{-3}$) подложках n^+ -InSb (001) (производство «Гиредмет», Россия). Исследованные образцы были выращены в одном технологическом режиме и отличались только режимом отжига поверхности подложки перед эпитаксией. Образец № 1 отжигался в сверхвысоком вакууме при температуре 400 °С без потока сурьмы, после чего осуществлялся получасовой отжиг подложки при температуре ~ 420—430 °С под потоком Sb_4 . Образец № 2 отжигался под потоком сурьмы в течение получаса при температуре 400 °С, после чего температура кратковременно (на 5 мин) поднималась до более высокого значения ~ 450 °С. Толщина получаемых монокристаллических слоёв составляла 2,3—2,4 мкм и контролировалась по методике, описанной в [6].

Для образцов, выращенных в аналогичном режиме, но на полуизолирующих подложках GaAs (001), были проведены измерения эффекта Холла. Они продемонстрировали n -тип электропроводности с концентрацией электронов $7,8 \times 10^{15}$ и $2,9 \times 10^{16} \text{ см}^{-3}$ и подвижностью 59 200 и 46 300 $\text{см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$ при 77 и 300 К соответственно [7]. Как отмечалось ранее, при таком гетероэпитаксиальном росте структурное качество эпитаксиальных слоёв InSb заметно хуже, что, несомненно, сказывается на измеряемых значениях электрофизических параметров узкозонного материала, прежде всего в сторону увеличения концентрации электронов.

Измерение спектров ФО (Photoreflectance) InSb проводилось на FTIR-спектрометре Vertex 80, поддерживающем режим пошагового перемещения зеркала. Для исследований в средневолновом и части длинноволнового (до 16 мкм) ИК-диапазона применялись фотовольтаический CdHgTe-приёмник, светоделитель из бромида калия (KBr) и SiC-глобар. Воздействие на образец осуществлялось полупроводниковым лазерным диодом (длина волны $\lambda = 809 \text{ нм}$). Лазер модулировался от генератора на частоте 2,5 кГц и после воздействия на образец его излучение отфильтровывалось GaAs фильтром. Образцы помещались в откачиваемый азотный криостат с окнами из просветлённого ZnSe.

Результаты и их обсуждение

На рисунке представлены типичные спектры ФО гомоэпитаксиальных слоёв n -InSb. Видно, что сигнал фотоиндуцированного изменения отражения ΔR составляет очень малую часть от отражения R . В области энергий ниже ширины запрещённой зоны E_g для InSb, где эпитаксиальный слой становится прозрачным, наблюдается интерференция лучей, отражённых от поверхности структуры и от гомограницы.

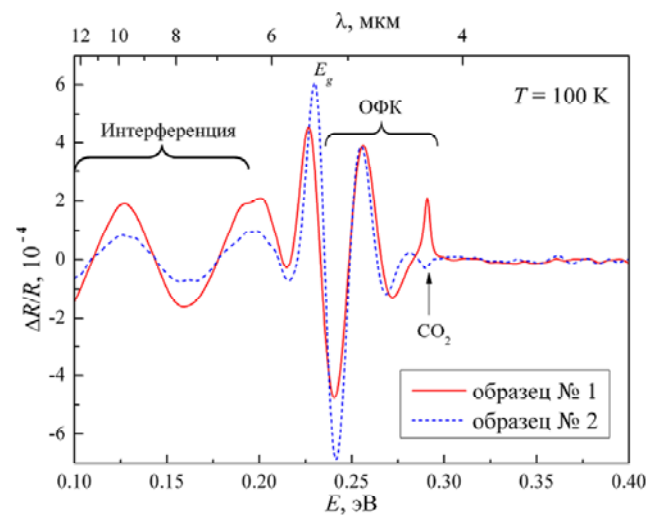


Рис. Спектры фотоотражения n -InSb/ n^+ -InSb, измеренные на фурье-спектрометре.

Наиболее интересной частью сигнала фотоотражения являются осцилляции Франца-Келдыша (ОФК). По периоду этих осцилляций можно оценить величину встроенного приповерхностного электрического поля F . Согласно работе [8], учёт экситонных эффектов даёт форму линии ФО с тем же периодом, что позволяет использовать более простой алгоритм определения поля [9, 10]. Полученные результаты сведены в табли-

цу. Напряжённость поля, в первую очередь, зависит от глубины поверхностной потенциальной ямы (определяемой положением уровня Ферми на поверхности и в объёме) и её протяжённости, определяемой в свою очередь искомой концентрацией свободных носителей заряда. Для выявления этой связи решалось уравнение Пуассона с соответствующими граничными условиями.

Таблица

Результаты измерения встроенных приповерхностных электрических полей и концентрации носителей заряда, полученных из анализа осцилляций Франца–Келдыша в спектрах фотоотражения

№ образца	F , кВ/см	F_{sulf} , кВ/см	n , см ⁻³
1	10,2±0,2	11,2±0,4	(3,3±0,2) × 10 ¹⁵
2	7,7±0,2	8,3±0,4	(1,8±0,2) × 10 ¹⁵

Было замечено, что определяемая напряжённость F растёт при хранении образцов на воздухе. Увеличение может составлять ≈1 кВ/см за восемь месяцев, что для такого узкозонного материала, как InSb, довольно значительно. Одной из возможных причин этого изменения может стать сдвиг поверхностного уровня Ферми вглубь зоны проводимости, что увеличивает глубину приповерхностной ямы.

В работе [5] было показано, что обработка поверхности InSb (100) в водном 1М-растворе Na₂S приводит к удалению поверхностных окислов и формированию тонкого сульфидного нанослоя. При этом уровень Ферми закрепляется ещё выше в зоне проводимости, и ожидается, что его новое положение не зависит от времени и условий хранения образцов. Мы обработали исследуемые эпитаксиальные слои в сульфидном растворе по методике, описанной в [7], и в течение короткого времени поместили их в вакуум оптического криостата для измерения фотоотражения. Как и ожидалось, напряжённость приповерхностного электрического поля F_{sulf} увеличилась (см. таблицу). При этом несколько вырос разброс измеряемых значений по площади структуры, что объясняется, видимо, некоторой поверхностной неоднородностью сульфидного слоя. Увеличилась разница между полями в разных образцах, обусловленная большим сроком хранения образца № 2. Полученные значения F_{sulf} были использованы для расчёта искомых концентраций электронов n в эпитаксиальных слоях при температуре измерений 100 К (также приведены в таблице). Концентрация электронов в эпитаксиальном слое уменьшилась с увеличением температуры отжига

подложки, что можно объяснить более полной десорбцией окислов с поверхности (не только окислов Sb, но и более стойких окислов In) с последующим снижением концентрации доноров в эпитаксиальном слое.

Заключение

В работе показано, что реализованный на основе фурье-спектрометра метод фотоотражения совместно с предварительной сульфидной обработкой слоёв позволяет бесконтактно измерять концентрацию электронов в нелегированных эпитаксиальных слоях n -InSb, выращенных на сильнолегированной подложке n^+ -InSb. Отмечено, что повышение температуры предростового отжига подложки снижает остаточную концентрацию электронов в слое.

Исследования в СПбГЭТУ, выполненные Фирсовым Д. Д., поддержаны РФФИ в рамках научного проекта № 16-32-60076 мол_а_дк. В ФТИ им. А. Ф. Иоффе работы выполнялись при поддержке гранта РНФ № 15-12-30022.

ЛИТЕРАТУРА

1. Gluzman A., Harush E., Jacobsohn E., Klin O., Klipstein P., Markovitz T., Nahum V., Saguy E., Oiknine-Schlesinger J., Shtrichman I., Yassen M., Yofis B., Weiss E. // Proc. of SPIE. 2006. Vol. 6206. P. 62060M.
2. Бурлаков И. Д., Болтарь К. О., Мирофьянченко А. Е., Власов П. В., Лопухин А. А., Пряникова Е. В., Соловьёв В. А., Семёнов А. Н., Мельцер Б. Я., Комиссарова Т. А., Львова Т. В., Иванов С. В. // Успехи прикладной физики. 2015. Т. 3. № 6. С. 559.
3. Ivanov S. V., Boudza A. A., Kutt R. N., Ledentsov N. N., Meltser B. Ya., Shaposhnikov S. V., Ruvimov S. S., Kop'ev P. S. // J. Cryst. Growth. 1995. Vol. 156. No. 3. P. 191.
4. Фирсов Д. Д., Комков О. С. // Письма в ЖТФ. 2013. Т. 39. Вып. 23. С. 87.
5. Львова Т. В., Дунаевский М. С., Лебедев М. В., Шахмин А. Л., Седова И. В., Иванов С. В. // ФТП. 2013. Т. 47. № 5. С. 710.
6. Комков О. С., Фирсов Д. Д., Семёнов А. Н., Мельцер Б. Я., Трошков С. И., Пихтин А. Н., Иванов С. В. // ФТП. 2013. Т. 47. № 2. С. 264.
7. Solov'ev V. A., Sedova I. V., Lvova T. V., Lebedev M. V., Dement'ev P. A., Sitnikova A. A., Semenov A. N., Ivanov S. V. // Appl. Surf. Science. 2015. Vol. 356. P. 378.
8. Komkov O. S., Glinskii G. F., Pikhlin A. N., Ramgolat Y. K. // Phys. Status Solidi (a). 2009. Vol. 206. No. 5. P. 842.
9. Пихтин А. Н., Комков О. С., Базаров К. В. // ФТП. 2006. Т. 40. № 5. С. 608.
10. Комков О. С., Пихтин А. Н., Жиляев Ю. В., Фёдоров Л. М. // Письма в ЖТФ. 2008. Т. 34. Вып. 1. С. 81.

Contactless determination of electron concentration in the undoped homoepitaxial InSb layers

O. S. Komkov^{1,2}, D. D. Firsov¹, T. V. Lvova², I. V. Sedova², V. A. Solov'ev²,
A. N. Semenov², S. V. Ivanov²

¹Saint Petersburg Electrotechnical University "LETI"
5 Prof. Popov str., St. Petersburg, 197376, Russia
E-mail: okomkov@yahoo.com

²Ioffe Institute
26 Politekhnikeskaya, St. Petersburg, 194021, Russia

Received July 22, 2016

A Fourier-transform infrared spectrometer has been employed to measure the photoreflectance spectra of undoped InSb samples grown by molecular beam epitaxy on n^+ -InSb substrates. The intensity of the surface electric field has been determined from the period of the Franz-Keldysh oscillations at low temperatures. Since the surface Fermi level pinning has been stabilized by treating the samples in an aqueous solution of Na_2S , the field intensity depends mainly on the free carrier concentration. This has allowed us to observe the influence of the temperature of preliminary substrate annealing on the electron concentration in the undoped epitaxial InSb layers.

PACS: 78.30.Fs, 78.20.Jq, 78.66. Fd, 78.68.+m, 81.05.Ea

Keywords: indium antimonide, InSb, photoreflectance, Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR, homoepitaxial layers, Franz–Keldysh oscillations.

REFERENCES

1. A. Glzman, E. Harush, E. Jacobsohn, O. Klin, P. Klipstein, T. Markovitz, V. Nahum, E. Saguy, J. Oiknine-Schlesinger, I. Shtrichman, M. Yassen, B. Yofis, and E. Weiss, Proc. of SPIE. **6206**, 62060M (2006).
2. I. D. Burlakov, K. O. Boltar, A. E. Mirofyanchenko, P. V. Vlasov, A. A. Lopukhin, E. V. Pryanikova, V. A. Solov'ev, A. N. Semenov, B. Ya. Meltser, T. A. Komissarova, T. V. Lvova, and S. V. Ivanov, Usp. Prikl. Fiz. **3**, 559 (2015).
3. S. V. Ivanov, A. A. Boudza, R. N. Kutt, N. N. Ledentsov, B. Ya. Meltser, S. V. Shaposhnikov, S. S. Ruvimov, and P. S. Kop'ev, J. Cryst. Growth. **156**, 191 (1995).
4. D. D. Firsov and O. S. Komkov, Tech. Phys. Lett. **39**, 1071 (2013).
5. T. V. Lvova, M. S. Dunaevskii, M. V. Lebedev, A. L. Shakhmin, I. V. Sedova, and S. V. Ivanov, Semiconductors **47**, 721 (2013).
6. O. S. Komkov, D. D. Firsov, A. N. Semenov, B. Ya. Meltser, S. I. Troshkov, A. N. Pikhtin, and S. V. Ivanov, Semiconductors **47**, 292 (2013).
7. V. A. Solov'ev, I. V. Sedova, T. V. Lvova, M. V. Lebedev, P. A. Dement'ev, A. A. Sitnikova, A. N. Semenov, and S. V. Ivanov, Appl. Surf. Science. **356**, 378 (2015).
8. O. S. Komkov, G. F. Glinskii, A. N. Pikhtin, and Y. K. Ramgolam, Phys. Status Solidi (a). **206**, 842 (2009).
9. A. N. Pikhtin, O. S. Komkov, and K. V. Bazarov, Semiconductors **40**, 592 (2006).
10. O. S. Komkov, A. N. Pikhtin, Yu. V. Zhilyaev, and L. M. Fedorov, Tech. Phys. Lett. **34**, 37 (2008).