

## Metodyka określania parametrów elektrycznych warstw GaSb osadzonych na przewodzącym podłożu

**Streszczenie.** W artykule podjęto próbę określenia parametrów warstw epitaksjalnych GaSb o różnej koncentracji atomów berylu osadzonych na przewodzących podłożach GaSb o dziurowym typie przewodnictwa. Wykorzystano do tego zaproponowany w literaturze model wielowarstwowy, który zweryfikowano przez pomiar parametrów elektrycznych warstwy GaSb osadzonej na półizolującym podłożu GaAs. Stwierdzono, że model pozwala poprawnie określać parametry elektryczne warstw wówczas, gdy przewodność całej struktury jest większa niż przewodność podłoża. W przypadku odwrotnym otrzymano zawyżone wartości ruchliwości nośników w temperaturze pokojowej w porównaniu do wartości uzyskanych w temperaturze 77 K dla koncentracji nośników ok.  $5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ .

**Abstract.** In the paper, an attempt was made to determine electrical parameters of GaSb:Be layers with various doping concentration grown on conductive p-type substrate. A multi-layer model proposed by Arnaudov et al [10] was used. To verify it, the model was applied to the experimental data obtained for GaSb/GaAs(Si) sample. It was proven that the model correctly calculates electrical parameters, when the conductivity of the entire sample is larger than that of a substrate. In the opposite situation, overestimated values of hole mobility at room temperature were obtained for GaSb layer with  $p = 5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  in comparison with correct values at 77 K. **Determination of the electrical parameters of GaSb:Be layers with various doping concentration grown on conductive p-type substrate**

**Słowa kluczowe:** heterostruktury GaSb:Be na GaSb, GaSb/GaAs, metoda van der Pauwe, efekt Halla, model wielowarstwowy, parametry elektryczne

**Keywords:** GaSb:Be on GaSb, GaSb on GaAs, Van der Pauw method, Hall effect, multi-layer model

### Wstęp

Związek GaSb jest jednym z podstawowych materiałów z grupy III-V wykorzystywanych w konstrukcji przyrządów półprzewodnikowych mających zastosowanie w technice podczerwieni [1, 2]. Poznanie właściwości strukturalnych, optycznych i elektrycznych tego materiału jest konieczne, szczególnie w przypadku przyrządów pracujących na nośnikach mniejszościowych. Zaliczamy do nich m.in. fotodetektory z zakresu średniofalowej [3] czy długofalowej podczerwieni [4]. Najprostszą i najczęściej wykorzystywaną metodą określania parametrów elektrycznych materiałów półprzewodnikowych, w tym cienkich warstw epitaksjalnych jest technika pomiaru rezystywności i współczynnika Halla metodą van der Pauwa [5]. Może być stosowana do próbek o dowolnym kształcie, przy czym najmniejszy błąd pomiarowy uzyskiwany jest dla próbek o regularnym kształcie. Warunkiem do zastosowania tej metody jest jednorodność i izotropowość próbek oraz umieszczenie kontaktów omowych na rogach/obrzeźkach próbki. Ponadto powierzchnia kontaktów powinna być co najmniej rząd wielkości mniejsza niż próbki. Dzięki tej metodzie możliwe jest określenie rezystywności materiału, typu przewodnictwa, koncentracji nośników większościowych oraz ich ruchliwości.

Zastosowanie metody van der Pauwa do badań parametrów elektrycznych warstw GaSb, zarówno tych niedomieszkowanych, jak domieszkowanych atomami Be i Te bądź Si jest utrudnione ze względu na brak nieprzewodzących podłoży GaSb. Dostępne na rynku niedomieszkowane podłoża wykazują przewodnictwo typu p. W takim przypadku istnieje kilka podejść do zagadnienia pomiaru. Pierwsze z nich bazuje na transferze badanej cienkiej warstwy na nieprzewodzący nośnik, po czym następuje usunięcie pierwotnego podłoża. Mankamentem tego rozwiązania są naprężenia, które z dużym prawdopodobieństwem zostają wprowadzone do warstwy wskutek różnic we współczynnikach elastyczności próbki i nośnika. Naprężenia zmieniają właściwości badanego materiału oraz mogą spowodować plastyczną relaksację próbki bądź jej fizyczne zniszczenie. Drugim podejściem jest wykorzystywanie obszaru zubożonego jako bariery blokującej udział nośników w transporcie [6, 7]. Tworzy się ona pomiędzy warstwą i podłożem o przeciwnym do niej

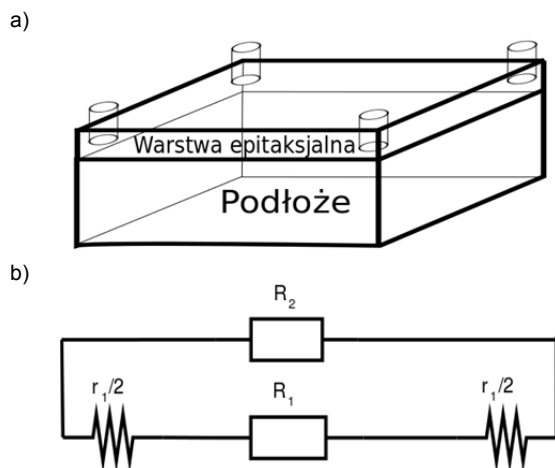
typie przewodzenia, np. podłożem typu n (domieszkowanym) i warstwą typu p (*as-grown* bądź domieszkowaną). Im mniejsza koncentracja, tym obszar zubożony jest większy. Oznacza to konieczność osadzania grubych buforów przed warstwami badanymi bądź wcześniejszą kalibrację grubości warstwy zubożonej w funkcji koncentracji akceptorów. Trzecim podejściem jest wzrost warstw na podłożach półizolujących GaAs [8, 9]. Naprężenia wynikające z niedopasowania sieciowego materiałów podłoża i warstwy są relaksowane w obrębie cienkiego obszaru granicznego pomiędzy materiałami grubości 2-3 warstw atomowych. Relaksacja zachodzi dzięki generacji periodycznej sieci 90° dyslokacji, co pozwala znacząco zredukować gęstość dyslokacji 60° w objętości materiału, jednakże jest ona większa ok. 10-100 razy od gęstości dyslokacji w materiale GaSb osadzonym na podłożu rodzimym. Dyslokacje obecne w materiale modyfikują jego właściwości, w tym parametry transportowe.

Warta uwagi jest propozycja wielowarstwowego modelu MLM (*ang. multilayer model*) przeznaczony do analizy danych eksperymentalnych z pomiaru efektu Halla [10]. W pracy wykonano charakteryzację elektryczną w polu magnetycznym próbek GaSb o dziurowym typie przewodnictwa z wykorzystaniem tego modelu. Próbki zostały osadzone na niedomieszkowanym podłożu GaSb typu p. Pomiary wykonano w dwóch temperaturach: ciekłego azotu i pokojowej. Do weryfikacji uzyskanych wyników wykorzystano pomiar wykonany dla warstwy GaSb domieszkowanej Be osadzonej na półizolującym podłożu GaAs.

### Eksperyment

Model rozpatruje dwa przypadki umiejscowienia kontaktów na próbce. W pierwszym kontakty umieszczone są na ścianach bocznych próbki zwierając ze sobą poszczególne warstwy. Mamy wtedy do połączenia równoległego rezystancji zastępczych określających każdą z warstw. W drugim kontakty wykonywane są na górnej powierzchni próbki (rys. 1). W takiej sytuacji warstwy są ze sobą połączone równolegle przez rezystancje szeregowo powstałe przez obszary znajdujące się pod kontaktami. Tego rodzaju obwód elektryczny można

przekształcić w równoległy schemat zastępczy, którego uproszczona wersja dla dwóch warstw została zamieszczona na rys. 1.



Rys. 1. Schemat struktury (a) i jej elektryczny schemat zastępczy (b).

Jak już wspomniano, w przypadku częściowego połączenia (rys. 1b), pomiędzy kontaktem a kolejnymi warstwami pojawia się rezystancja szeregową, która uwzględniana jest w postaci tzw. współczynnika korekcji  $t_i = \frac{R_i^x}{R_i^x + r_i^x}$ . Ponieważ rezystancja nie może być ujemna, współczynnik korekcji może przyjmować wartości od 0 do 1.

Przewodność całej próbki jest sumą przewodności wszystkich warstw, w związku z tym możemy zapisać następujące równania:

$$\begin{aligned} (1) \quad \sigma d &= \sigma_1 d_1 t_1 + \sigma_2 d_2 t_2 \\ (2) \quad \mu \sigma d &= \mu_1 \sigma_1 d_1 t_1^2 + \mu_2 \sigma_2 d_2 t_2^2 \\ (3) \quad n_i d &= \frac{\sigma_i d}{e \mu_i} \end{aligned}$$

gdzie:  $\sigma$  – przewodność elektryczna [S],  $d$  – grubość [ $\mu\text{m}$ ],  $\mu$  – ruchliwość nośników [ $\text{cm}^2/\text{Vs}$ ],  $n$  – koncentracja nośników [ $\text{cm}^{-3}$ ]. Indeks dolny odpowiada oznaczeniom na rys. 1.

Rezystancję pomiędzy kontaktem a górną warstwą tj.  $t_2 = 1$  można zaniedbać. Po podstawieniu równania (3) do (1) oraz (2), można wyznaczyć zależności koncentracji oraz ruchliwości dla warstwy epitaksjalnej w funkcji od współczynnika korekcji  $t_1$ . Położenie maksimum zależności  $\mu(t_1)$  decyduje o wartościach poszukiwanych parametrów. Kształt krzywej wyznaczonej przez tę zależność determinowany jest przez różnicę przewodności podłoża i całej próbki.

W przypadku gdy przewodność podłoża jest dominująca względem przewodności całej próbki, koncentrację oraz ruchliwość warstwy epitaksjalnej można wyznaczyć jedynie metodami numerycznymi. Gdy przewodność całej próbki jest większa przewodności podłoża koncentrację oraz ruchliwość warstwy epitaksjalnej można wyznaczyć przez analityczne rozwiązanie układu równań (1-2). Aby było to możliwe konieczne jest wyznaczenie trzeciego równania do układu. Wykorzystując fakt istnienia maksimum zależności  $\mu(t_1)$  otrzymujemy je z następującego równania. Jeżeli przewodność podłoża jest mniejsza lub porównywalna do przewodności całej próbki, maksimum współczynnika korekcji na krzywej  $\mu(t_1)$  przesunięte jest w stronę jedności.

W przypadku, gdy przewodność podłoża jest zaniedbywalna w porównaniu do przewodności całej próbki,

krzywa  $\mu(t_1)$  jest linią prostą ze zdegenerowanym maksimum bliskim jedności. Przypadek ten ma miejsce wtedy, gdy ruchliwość podłoża jest znacznie mniejsza od ruchliwości całej próbki lub gdy grubość podłoża jest dużo mniejsza od grubości całości a przewodność podłoża jest większa od przewodności całej próbki. W tym przypadku można zaniedbać rezystancję szeregową i traktować próbkę tak, jakby wszystkie warstwy były całkowicie połączone z kontaktami.

Do analizy wyników pomiarów parametrów elektrycznych próbek użytych w eksperymencie zostały zastosowane warianty z przewodnością podłoża porównywalną oraz zaniedbywalną względem przewodności całej struktury.

### Próbki użyte do eksperymentu

Próbki GaSb domieszkowane Be (GaSb:Be) osadzono na niedomieszkowanych płytach podłożowych GaSb o przewodnictwie typu p, metodą epitaksji z wiązek molekularnych. Płytki pochodziły z tego samego kryształu. Urządzenie do epitaksji RIBER 32P wyposażone jest m.in. w dwustrefową komórkę efuzyjną dla Ga typu SUMO, komórkę krakerową z zaworem dla Sb oraz klasyczną komórkę Knudsen dla Be. Temperaturę kontrolowano za pomocą pirometru RAYTEC ( $\lambda = 1640 \text{ nm}$ ,  $\Delta T = 250^\circ\text{C} - 1100^\circ\text{C}$ ), kalibrowanego z wykorzystaniem temperatury desorpcji tlenu z powierzchni podłoża. Zadana koncentracja Be w próbce była uzyskiwana za pomocą temperatury komórki Be. Warstwy osadzano z szybkością ok.  $1,5 \text{ \AA/s}$  w temperaturze  $390^\circ\text{C}$  i  $520^\circ\text{C}$ .

Kontakty wykonano przez wtopienie kulek ze stopu  $\text{In}_{95\%}\text{-Zn}_{5\%}$  1 mm. W celu usunięcia tlenu, kulki indowe trawiono w roztworze  $\text{HCl}:\text{H}_2\text{O}$  w proporcji 1:1 w czasie 60 s. Następnie rozmieszczono je na rogach próbek o ustandaryzowanych wymiarach  $5 \times 5 \text{ mm}$  w piecyku z laminarnym przepływem  $\text{N}_2$  lub  $\text{N}_2 + \text{pary HCl}$ . Próbki przed wygrzewaniem odtłuszczono w 2-propanolu. Na etapie formowania się kontaktów w komorze grzejnej następuje ciągły przepływ  $\text{N}_2$  z parami  $\text{HCl}$ . Kwas solny jest wykorzystywany do momentu osiągnięcia temperatury wtopienia indu w podłożu. Temperatura wtopienia zależna jest od materiału podłoża i warstwy epitaksjalnej. Dla homoepitaksjalnych struktur GaSb zastosowano  $450^\circ\text{C}$ , natomiast dla heterostruktury GaSb wykonanej na podłożu GaAs temperatura wtopienia była niższa i wynosiła  $300^\circ\text{C}$ . Czas wygrzewania kontaktów został ustalony doświadczalnie na 10 min w przepływie  $\text{N}_2$ . Próbki chłodzono przez wyłączenie zasilania grzałki przy ciągłym przepływie azotu.

Kontakty wtopiono do czterech próbek: podłoża p-GaSb, heterostruktury GaSb/GaAs i dwóch homoepitaksjalnych struktur GaSb/GaSb. Wszystkie próbki miały dziurowy typ przewodnictwa.

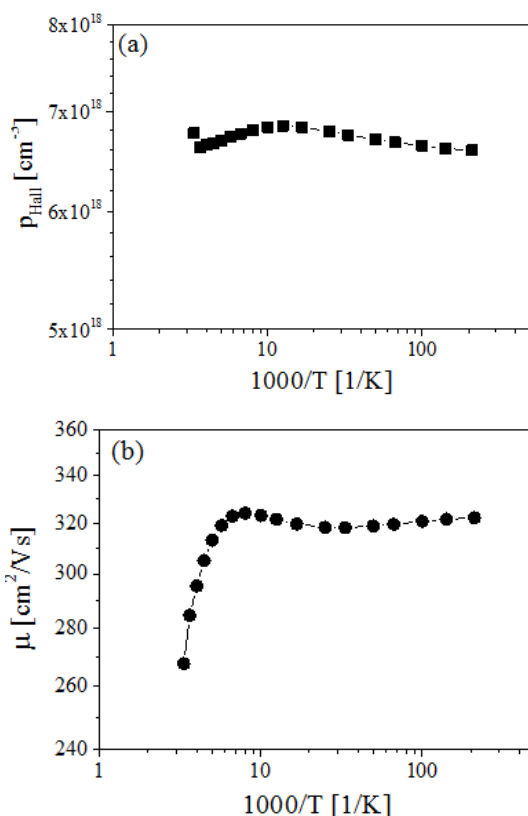
### Wyniki i dyskusja

Próbki zostały zmierzone w dwóch temperaturach:  $77 \text{ K}$  i  $300 \text{ K}$  za wyjątkiem heterostruktury GaSb/GaAs(SI), którą zmierzono w szerokim zakresie temperatur od  $5 \text{ K}$  do  $300 \text{ K}$ . Wyniki zostały zebrane w tabeli 1 i przedstawione na rysunku 2.

Podłoża zmierzone w temperaturze ciekłego azotu wykazuje parametry właściwe dla silnego wymrażania nośników. Różnica ponad dwa rzędy wielkości w koncentracji dziur pomiędzy wartościami uzyskanymi w pomiarach wykonanych w  $77 \text{ K}$  i  $300 \text{ K}$  została potwierdzona w pomiarach dwóch kolejnych próbek wykonanych z tego samego kryształu.

Tabela 1. Parametry czujnika

Nr	podłoże	T [K]	pomiar		model	
			$\mu$ [ $\text{cm}^2/\text{Vs}$ ]	$n$ [ $\text{cm}^{-3}$ ]	$\mu$ [ $\text{cm}^2/\text{Vs}$ ]	$n$ [ $\text{cm}^{-3}$ ]
podłoże	p-GaSb	300 K	381	$3.83 \times 10^{16}$	-	-
		77 K	59	$8.19 \times 10^{13}$	-	-
#31	GaAs(SI)	300 K	268	$6.76 \times 10^{18}$	237.07	$5.54 \times 10^{18}$
		77 K	324	$6.84 \times 10^{18}$	286.07	$5.58 \times 10^{18}$
#21	p-GaSb	300 K	290	$3.15 \times 10^{19}$	301.83	$2.31 \times 10^{19}$
		77 K	276	$2.35 \times 10^{19}$	278.07	$2.35 \times 10^{19}$
#20	p-GaSb	300 K	436	$1.01 \times 10^{19}$	747.73	$5.44 \times 10^{17}$
		77 K	672	$4.99 \times 10^{17}$	646.27	$5.12 \times 10^{17}$



Rys. 2. Zależność koncentracji dziur (a) i ruchliwości (b) od odwrotności temperatury zmierzone dla heterostruktury GaSb/GaAs(SI).

W zależnościach parametrów elektrycznych zmierzonych dla heterostruktury GaSb/GaAs występują maksima. Do temperatury ciekłego azotu koncentracja dziur  $p$  rośnie od wartości  $6,76 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  w 300 K do  $6,84 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , po czym monotonicznie spada do wartości  $6,77 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  w temperaturze ok. 5 K, co odpowiada zmianie o ok. 1%. Dynamika zmian ruchliwości wraz ze wzrostem temperatury jest większa. Do temperatury ok. 125 K ruchliwość rośnie od wartości  $268 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  w 300K przez wartość  $322 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  dla temperatury 80 K do wartości  $324 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ , po czym maleje do wartości  $318 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  by ustabilizować się na poziomie  $322 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  w temperaturze ok. 5 K. Wartość zmienia się o 17%.

Wartości obliczone za pomocą wielowarstwowego modelu wpisują się w nakreśloną charakterystykę temperaturową. Koncentracje nośników w temperaturach 77 K i 300 K są podobne i wynoszą ok.  $5,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , co niewiele odbiega od wartości określonej z pomiarów wykonanych w szerokim zakresie temperatur ( $6,8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ). Różnica w wartościach ruchliwości nośników określonych dla tych dwóch temperatur, jest również

zbliżona do różnicy ruchliwości wynikającej z charakterystyki temperaturowej i wynosi ok.  $50 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ . Oznacza to, że model dobrze sprawdza się w przypadku, gdy podłoże ma pomijalny udział w transporcie nośników.

Kolejna próbka #21 była osadzona na przewodzącym podłożu GaSb o przewodności elektrycznej znacznie niższej niż przewodność warstwy epitaksjalnej, szczególnie w temperaturze ciekłego azotu. Oznacza to, że udział podłoża w transporcie nośników w strukturze jest znacznie mniejszy niż udział warstwy. Wykorzystując model uzyskano zbliżone wartości koncentracji nośników ok.  $2,3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  w analizowanych temperaturach i mniejszą wartość ruchliwości równą  $278 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  w temperaturze 77 K w porównaniu do wartości  $301 \text{ cm}^2/\text{Vs}$  w 300 K. Charakter zależności ruchliwości od temperatury potwierdza skuteczność tego modelu.

Wyniki otrzymane dla ostatniej z analizowanych próbek #20 dowodzą, że model nie sprawdza się w przypadku porównywalnych przewodności warstwy i podłoża. Ma to miejsce w temperaturze 300 K. Koncentracja nośników w podłożu jest ok. jednego rzędu wielkości mniejsza niż koncentracja nośników w warstwie przy porównywalnej ruchliwości. Wpływa to na poprawność określenia ruchliwości nośników w 300 K. Oczekiwana wartość powinna być mniejsza niż  $646,3 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ , którą otrzymano dla temperatury 77 K. Obliczona wartość jest zawyżona i wynosi  $747,7 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ . Warto zauważyć, że otrzymane z modelu wartości koncentracji nośników są zbliżone do koncentracji zmierzonej w 77 K, co uwiarygadnia ich poprawność. Możliwą przyczyną nieprawidłowości może być nieuwzględnienie dodatkowej rezystancji szeregowej pomiędzy kontaktem i warstwą lub obszaru zubożenia wpływającego na zmniejszenie efektywnej grubości analizowanej warstwy.

### Podsumowanie

W pracy przetestowano wielowarstwowo zaproponowany w literaturze przedmiotu [10] do określania koncentracji nośników i ruchliwości w warstwach epitaksjalnych otrzymanych na przewodzącym podłożu. Obiektem badań były warstwy GaSb domieszkowane Be. Stwierdzono, że model sprawdza się w przypadku struktur o przewodności elektrycznej znacząco większej niż przewodność podłoża. Gdy wartości te są porównywalne bądź przewodność struktury jest mniejsza od przewodności podłoża, otrzymywane są nieprawidłowe wartości ruchliwości nośników w temperaturze pokojowej.

### Podziękowania

Powyższe badania zostały zrealizowane dzięki grantowi przyznanemu przez NCBR TECHMATSTRATEG1/347751/5/NCBR/2017. Autorzy dziękują mgr Mirosławowi Piersię z Instytutu Technologii Materiałów Elektronicznych za wykonanie weryfikującego pomiaru efektu Hall'a dla próbki #31.

Autorzy:

inż. Mateusz Kotowski, Wydział Fizyki PW ul. Koszykowa 75 00-662 Warszawa, Sieć Badawcza Łukasiewicz - Instytut Technologii Elektronowej Al. Lotników 32/46 02-668 Warszawa, E-mail: [mateuszkotowski@interia.pl](mailto:mateuszkotowski@interia.pl); mgr inż. Krzysztof Czuba, Sieć Badawcza Łukasiewicz - Instytut Technologii Elektronowej Al. Lotników 32/46 02-668 Warszawa, E-mail: [kczuba@ite.waw.pl](mailto:kczuba@ite.waw.pl); mgr inż. Dariusz Smoczyński, Sieć Badawcza Łukasiewicz - Instytut Technologii Elektronowej Al. Lotników 32/46 02-668 Warszawa, E-mail: [dariusz.smoczynski@ite.waw.pl](mailto:dariusz.smoczynski@ite.waw.pl); dr hab. inż. Agata Jasik, Sieć Badawcza Łukasiewicz - Instytut Technologii Elektronowej Al. Lotników 32/46 02-668 Warszawa, E-mail: [ajasik@ite.waw.pl](mailto:ajasik@ite.waw.pl)

#### LITERATURA

- [1] A. Joullié, P. Christol, „GaSb-based mid-infrared 2–5  $\mu\text{m}$  laser diodes”, C. R. Physique 4 (2003) 621–637.
- [2] D. Montesdeoca, P.J. Carrington, I.P. Marko, M.C. Wagener, S.J. Sweeney, A.Kriera, „Open circuit voltage increase of GaSb/GaAs quantum ring solar cells under high hydrostatic pressure”, Sol. Energy Mater. Sol. Cells 187 (2018) 227–232.
- [3] K. Czuba, I. Sankowska, J. Jureńczyk et al., „Influence of Be doping placement in InAs/GaSb superlattice-based absorber on the performance of MWIR photodiodes”, Semicond. Sci. Technol. 32 (2017) 055010 (9pp).
- [4] D.R. Rhiger, R.E. Kvaas, S.F. Harris, C.J. Hill, „Characterization of LWIR diodes on InAs/GaSb Type-II superlattice material”, Infrared Phys. Techn. 52 (2009) 304–309.
- [5] L.J. Van der Pauw, „A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape”, Philips Res. Rep. 13 (1958) 1–9.
- [6] F. Predan, J. Ohlmann, S. Mrabet, F. Dimroth, D. Lackner, „Hall characterization of epitaxial GaSb and AlGaAsSb layers using p-n junctions on GaSb substrates”, J. Cryst. Growth 496–497 (2018) 36–42.
- [7] W.C. Mitchela, S. Elhamrib, H.J. Haugana, R. Berneyb, S. Moua, and G.J. Brown, „Electrical Isolation of Type II InAs/InGaSb Superlattices from GaSb Substrates”, Proc. of SPIE 9370 (2015) 937038 (6pp).
- [8] S.H. Huang, G. Balakrishnan, A. Khoshahklagh, A. Jallipalli, L.R. Dawson, D.L. Huffaker, „Strain relief by periodic misfit arrays for low defect density GaSb on GaAs”, Appl. Phys. Lett. 88 (2006) 131911 (3pp).
- [9] A. Jasik, I. Sankowska, A. Wawro, J. Ratajczak, D. Smoczyński, K. Czuba, „GaSb layers with low defect density deposited on (001) GaAs substrate in two-dimensional growth mode using molecular beam epitaxy”, Curr. Appl. Phys. 19 (2019) 542–547.
- [10] B. Arnaudov, T. Paskova, S. Evtimova, E. Valcheva, M. Heuken, and B. Monemar, „Multilayer model for Hall effect data analysis of semiconductor structures with step-changed conductivity”, Phys. Review B 67 (2003) 045314 (10pp.)