

1. Jarosław Wróbel<sup>1</sup>, 2. Sebastian Odrzywolski<sup>1</sup>, 3. Sebastian Złotnik<sup>1</sup>, 4. Jacek Boguski<sup>1</sup>,  
5. Malwina Liszewska<sup>2</sup>, 6. Bogusław Budner<sup>2</sup>, 7. Bartłomiej Jankiewicz<sup>2</sup>, 8. Kacper Matuszelański<sup>3</sup>,

Instytut Fizyki Technicznej, Wojskowa Akademia Techniczna (1), Instytut Optoelektroniki, Wojskowa Akademia Techniczna, (2)  
VIGO System S.A., ul. Poznańska 129/133, 05-850 Ożarów Mazowiecki (3)

ORCID. 1. 0000-0002-6385-3399, 2. 0000-0003-3035-3440, 3. 0000-0003-3891-5209, 4. 0000-0001-8643-4894, 5. 0000-0001-5102-641X,  
6. 0000-0002-9395-6073, 7. 0000-0002-1172-8764, 8. 0000-0002-6501-5073

doi:10.15199/48.2022.01.27

## Badania jednorodności cienkich warstw InAs otrzymywanych metodą epitaksji z wiązek molekularnych

**Streszczenie.** Niniejsza praca porusza zagadnienie charakteryzacji warstw epitaksjalnych arsenku indu (InAs) pod kątem jednorodności przestrzennej. Badania przeprowadzone w pracy zostały oparte na trzech metodach charakteryzacji: wysokorozdzielczej mikroskopii optycznej, mikroskopii sił atomowych i spektroskopii Ramana. Obiektem badań były warstwy epitaksjalne InAs na podłożach arsenku galu (GaAs), które zostały utworzone metodą epitaksji z wiązek molekularnych (MBE).

**Abstract.** This thesis deals with the characterization of epitaxial layers of indium arsenide (InAs) in terms of spatial homogeneity. The research conducted in the paper was based on three characterization methods: high-resolution optical microscopy, atomic force microscopy and Raman spectroscopy. The subject of the research were epitaxial layers of InAs on gallium arsenide (GaAs) substrates, which were produced by the method of molecular beam epitaxy (MBE), (Investigation of homogeneity of InAs thin layers obtained by molecular beam epitaxy technique).

**Słowa kluczowe:** InAs, jednorodność, charakteryzacja cienkich warstw, MBE

**Keywords:** InAs, homogeneity, thin layer characterization, MBE

### Wstęp

Arsenek indu (InAs) jest jednym ze związków półprzewodnikowych  $A^{III}B^V$  o stałej sieci 6,1 Å. Materiały z tej grupy, szczególnie w postaci krystalicznej, mają fundamentalne znaczenie dla optoelektroniki. Wykorzystuje się je w produkcji takich urządzeń jak lasery półprzewodnikowe, diody elektroluminescencyjne, ogniwa słoneczne czy fotodiody lawinowe [1-3]. W ostatnich latach intensywne prace badawcze i komercjalizacyjne tych materiałów, można zauważyć także w obszarze związanym z detektorami podczerwieni, gdzie związki  $A^{III}B^V$  stanowią coraz istotniejszą konkurencję dla przyrządów opartych na związku  $Hg_xCd_{1-x}Te$  [4, 5].

Jakość wytwarzanych kryształów metodami epitaksjalnymi zależy w dużym stopniu od jednorodności, definiowanej jako rozkład przestrzenny (lub tylko powierzchniowy) odchyleń od średniej statystycznej parametrów fizycznych, na całym obszarze warstwy epitaksjalnej [6]. Badania takich rozkładów są przydatne do celów kontroli jakości, zarówno podłożu półprzewodnikowych, jak i osadzanych na nich warstw. Ponadto, ich znaczenie rośnie wraz ze wzrostem testowanej powierzchni [7]. Kontrolę jednorodności prowadzi się w celu wyodrębnienia fragmentów warstwy, w których parametry elektryczne, optyczne, czy morfologii powierzchni, są możliwie niezależne od położenia. W rezultacie, wyselekcjonowanie fragmentów spełniające takie założenia, zwiększa jakość i uzysk przyrządów wieloelementowych, takich jak linijki lub matryce detektorów [8].

Metody kontroli jakości warstw epitaksjalnych w produkcji przemysłowej matryc skupiają się na możliwie szybkich i nieniszczących technikach charakteryzacji. Są to najczęściej metody oparte na analizie prądów wirowych [9], metodach optycznych lub elektrooptycznych [10, 11]. Rezultatem jest natomiast mapa parametrów takich jak lokalna grubość, lub rezystancja warstwowa. Opisywane podejście, pomimo swojej skuteczności, nie zawsze jest jednak wystarczające w niskoseryjnej produkcji przyrządów na które nałożone są dodatkowe kryteria jakościowe.

W niniejszej pracy przeprowadzono badania jednorodności warstw epitaksjalnych InAs za pomocą trzech technik charakteryzacji: wysokorozdzielczej

mikroskopii optycznej (HR-OM), spektroskopii Ramana (RS), oraz mikroskopii sił atomowych (AFM). Celem takiego doboru technik było sprawdzenie korelacji lokalnych parametrów optycznych z morfologią powierzchni osadzonych warstw.

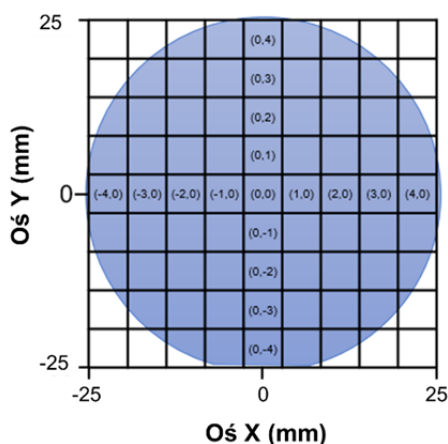
### Materiał badawczy

Badaniom jednorodności zostały poddane niedomieszkowane warstwy epitaksjalne InAs o grubości 1 i 5  $\mu\text{m}$  osadzone na jednakowych 2" podłożach z GaAs, metodą epitaksji z wiązek molekularnych (ang. *Molecular Beam Epitaxy* - MBE). Próbki zostały osadzone w reaktorze RIBER Compact 21 z prędkością ok. 0,5  $[\mu\text{m}/\text{h}]$  z identycznym przygotowaniem powierzchni przed docelowym wzrostem.

### Metodyka pomiarowa

Ze względu na poszukiwanie korelacji pomiędzy różnymi technikami pomiarowymi, istotnym etapem jest sposób wygodnego oznaczania współrzędnych oraz zdefiniowanie wspólnego punktu odniesienia dla wszystkich metod badawczych. W literaturze występują na ogół dwa dominujące konwencje oznaczania współrzędnych. Ich cechą wspólną jest wpisanie powierzchni warstwy epitaksjalnej w kwadrat i uznanie za punkt (0,0) jego środka lub lewej dolnej krawędzi [12, 13]. Z tym drugim sposobem wiążą się problemy: położenia punktu początkowego poza próbką, uwzględniania ubytku materiału ze względu na ścięcia bazowe, oraz intuicyjnego odczytania położenia środka warstwy po zmianie rozdzielczości pomiaru. Ograniczenia te powodują, że wygodniejszym punktem początku układu współrzędnych jest środek warstwy – patrz rysunek 1.

Kolejność przeprowadzenia badań dobrano pod kątem ograniczeń danych technik pomiarowych, takich jak szybkość pomiaru, lub konieczność pocięcia warstwy ze względu na maksymalny rozmiar dostępny dla próbki w komorze pomiarowej. Rozpoczęto od najszybszej, wysokorozdzielczej mikroskopii optycznej. W drugiej kolejności przeprowadzono liniowe skany widm w spektroskopii Ramana. Na samym końcu próbki zostały pocięte do rozmiarów umożliwiających wykonanie charakteryzacji AFM.



Rys. 1. Konwencja sposobu oznaczania koordynat badanych próbek w której punkt (0,0) położony jest w pozycji centralnej.

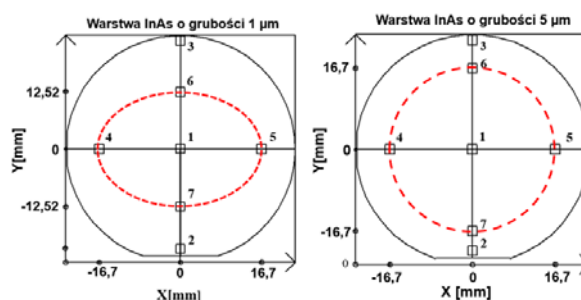
Do badań wysokorozdzielczą mikroskopią optyczną zastosowano mikroskop Nikon Eclipse LV 150N, który umożliwia wykonywanie zdjęć obszarów dostosowanych do wielkości obiektywu w rozdzielczości 4K. Technika ta została wybrana do wstępnej, jakościowej oceny wzrostu, oraz rozpoznania obszarów próbek o różnych teksturach powierzchni. W przypadku ich wystąpienia, po zmianie obiektywu możliwa jest bardziej szczegółowa obserwacja granic i oznaczenie ich położenia. Daje to możliwość wykonania pomiarów jedynie w wyróżnionych, charakterystycznych kierunkach, nie tracąc przy tym na jakościowym opisie. W ramach charakteryzacji wykonano zdjęcia powierzchni próbek obiektywami o powiększeniu X2.5, X5, X20, X50 i X100 z wykorzystaniem dwóch metod obserwacji: w polu jasnym i z kontrastem Nomarskiego.

Badania spektroskopią Ramana zostały wykonane mikroskopem inVia Raman Microscope Renishaw. Zastosowano laser o długości fali pobudzającej 532 nm. Moc promieniowania laserowego padającego na próbkę wynosiła ok. 20 mW. W torze optycznym mikroskopu ustawiono filtr Eclipse ze szczeliną justującą 100  $\mu\text{m}$ , który wycinał część promieniowania rozproszonego pochodzącą od promieniowania laserowego. W docelowym pomiarze zastosowano następujące parametry pomiarowe: i) czas pojedynczego pomiaru – 10 sekund, ii) moc względna lasera – 100%, iii) liczba akwizycji – 20. Punkty pomiarowe na warstwie zostały wyznaczone z krokiem 1 mm.

Ponadto zostały wykonane badania mikroskopem sił atomowych (ang. *atomic force microscopy* – AFM) firmy NT-MDT. W badaniach zastosowano sondy pomiarowe firmy  $\mu\text{mash}$  o oznaczeniu katalogowym HQ:NSC15/AIBS. Mają one częstotliwość rezonansową wynoszącą około 325 kHz, stałą sprężystości 40 N/m. Ostrza sond pomiarowych są zakończone krzywizną o promieniu ok. 8 nm. Badania techniką AFM zostały wykonane dla 9 próbek wyciętych wzdłuż poziomej średnicy materiału badawczego. Próbkę były kwadratami o boku 5 mm. Pomiarów wykonano w trzech punktach każdej próbki. Wielkość obszaru pomiarowego ustalono na 30x30  $\mu\text{m}$ , natomiast szybkość skanowania wynosiła 0,15 Hz.

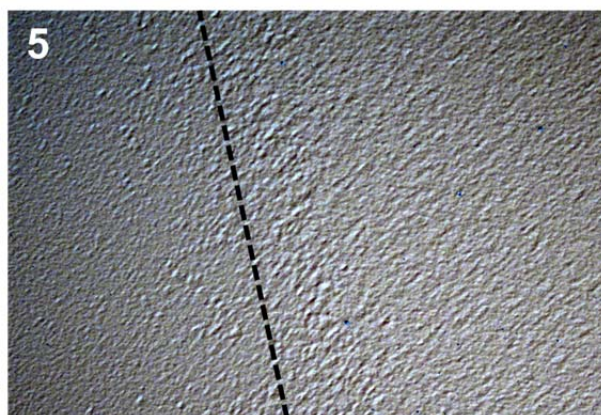
## Wyniki

Charakteryzacja mikroskopem optycznym w polu jasnym dla warstwy o grubości  $\sim 1 \mu\text{m}$  i z kontrastem Nomarskiego dla warstwy o grubości  $\sim 5 \mu\text{m}$  wykazała, że na obu próbkach występują dwa rodzaje tekstur. Granica przejścia pomiędzy obszarami została zaznaczona czerwoną, przerywaną linią na rysunku 2.



Rys. 2. Poglądowe zobrazowanie kształtu warstw epitaksjalnych z naniesioną granicą podobszarów próbki o różnych teksturach powierzchni. Miejsca dla których wykonano zdjęcia w najwyższej rozdzielczości oznaczono pogrubionymi cyframi: 1-7.

Po wstępnych oględzinach warstwy o grubości  $\sim 1 \mu\text{m}$ , poklasyfikowano obszary pomiarowe na 3 typy: obszar centralny (1), obszary zlokalizowane blisko krawędzi próbki (2,3), oraz obszary przejściowe znajdujące się na wysokości połowy i 2/3 promienia (4-7). Z kolei dla warstwy o grubości  $\sim 5 \mu\text{m}$  granica tekstur nie wykazywała charakteru w przybliżeniu kołowy, gdzie wszystkie obszary pomiarowe 4-7, zlokalizowane były w okolicy 2/3 promienia. Przykładowe zdjęcie granic tekstur położonej w punkcie nr 5 próbki o grubości 5  $\mu\text{m}$  zostały przedstawione na rys. 3.

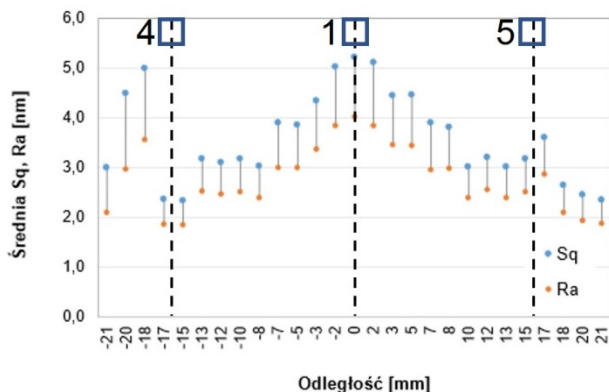


Rys. 3. Zdjęcie granicy tekstur z naniesioną linią pomocniczą dla próbki o grubości 5  $\mu\text{m}$  w punkcie nr 5.

Szacunkowe położenia punktów 1-7 skorelowano z drugą techniką do badania morfologii powierzchni. Pomiarów mikroskopią sił atomowych zostały wykonane dla 9 próbek wyciętych wzdłuż poziomej średnicy warstwy. Nieparzysta ilość próbek wynikała z potrzeby pomiaru parametrów charakterystycznych dokładnie w centrum warstwy, oraz kontroli symetryczności. Na każdej z małych próbek wyznaczono 3 punkty pomiarowe: centralny i dwa sąsiednie w odległości 1,65 mm. Na rys. 4 zaprezentowano zmiany parametrów chropowatości: średniej kwadratowej rzędnych profilu ( $S_q$ ) i średniej arytmetycznej rzędnych profilu ( $R_a$ ) w funkcji położenia na poziomej średnicy warstwy 1  $\mu\text{m}$ .

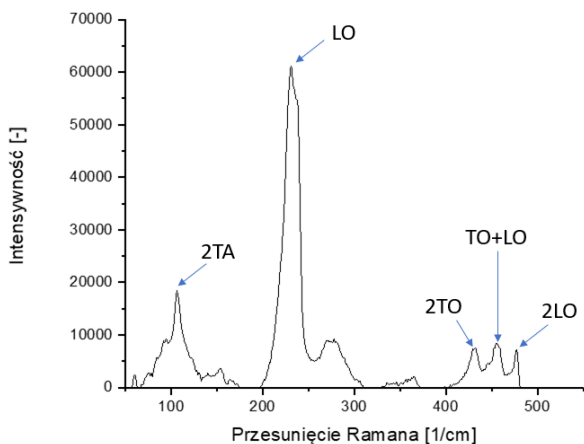
Z rysunku 4, oraz z wyników dla drugiej warstwy wynika, że uśrednione parametry chropowatości  $S_q$  i  $R_a$  osiągają najwyższe wartości w centrum oraz maleją w kierunku krawędzi warstwy. Pewne odstępstwo od tej zależności występuje w zakresie -21 do -18 mm (próbki krawędziowej), które należy jednak traktować jako błąd przypadkowy. W pomiarach AFM uwidoczniła się również niewielka asymetria położenia środka elipsy względem punktu (0,0). Wynik ten jest powtarzalny, co sugeruje subtelne różnice w warunkach wzrostu MBE dla lewej i prawej strony podłoża. Przebieg uśrednionych parametrów  $S_q$  i  $R_a$  drugiej warstwy

o średnicy 5  $\mu\text{m}$  jest jakościowo podobny (nie przedstawiony tutaj) z tą różnicą, że maksymalne wartości chropowatości nie przekraczają 3.2 nm. Potwierdza to ogólną zasadę w technice MBE, że im grubsza warstwa, tym zazwyczaj lepsza jakość jej powierzchni.



Rys. 4. Zmiana parametrów chropowatości Sq oraz Ra w funkcji położenia na średnicy warstwy o grubości 1  $\mu\text{m}$ . Pionowe linie przerywane oznaczone cyframi nawiązują do oznaczeń punktów charakterystycznych z rys. 2.

Charakteryzację spektroskopią Ramana przeprowadzono w zakresie niskich częstotliwości, tj. do 200  $\text{cm}^{-1}$ . W tym zakresie, InAs ma jeden wyróżniający się amplitudą pik – 2TA (centrum tego pik jest położone w ok. 106  $\text{cm}^{-1}$ ) – patrz rysunek 5.

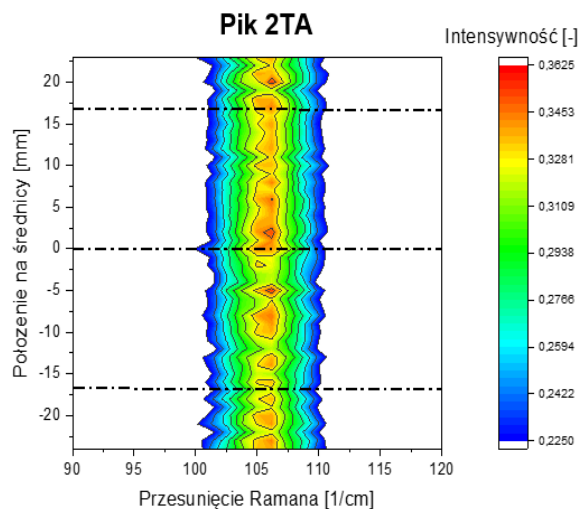


Rys. 5. Przykładowe widmo Ramana otrzymane podczas pomiaru warstwy o grubości 1  $\mu\text{m}$ . Obiektem obserwacji był pik 2TA o wyróżniającej się amplitudzie w okolicach ok. 110  $\text{cm}^{-1}$ . Interpretacją pików widma została dokonana w oparciu o publikację [14].

Szerokość połówkową 2TA można utożsamiać z jakością krystalograficzną w tym sensie, że im węższy pik i większa amplituda przejścia podwójnego, tym kryształ jest bliższy idealnemu [15]. Bazując na tej argumentacji przeprowadzono dalszą analizę danych pod kątem tego pik, oczekując że zmiany jednorodności warstwy będą najlepiej widoczne w składowej niskoenergetycznej. Podobnie jak w przypadku badań AFM badanie przeprowadzono wzdłuż poziomej średnicy. Wyniki przedstawiono na rys. 6.

Wnioski płynące z rys. 6 potwierdzają niewielką asymetrię w warunkach wzrostu pomiędzy lewą a prawą stroną podłoża. Można zatem uznać, że obserwacja niskoenergetycznych pików z przejść podwójnych

w spektroskopii Ramana jest dobrym uzupełnieniem technik badania jednorodności cienkich warstw.



Rys. 6. Wyniki pomiarów pik 2TA techniką spektroskopii Ramana wzdłuż linii znajdującej się na poziomej średnicy warstwy InAs o grubości 1  $\mu\text{m}$ .

### Podsumowanie

Badania przedstawione w pracy zostały oparte na trzech metodach charakteryzacji: wysokorozdzielczej mikroskopii optycznej (HR-OM), spektroskopii Ramana i mikroskopii sił atomowych (AFM). Wykazano, że w zależności od grubości warstwy granice tekstur niedomieszkowanej warstwy InAs na podłożu GaAs mogą zmieniać swój kształt, pomimo założonych tych samych warunków wzrostu. Wskazano też na użyteczność spektroskopii Ramana w ocenie jednorodności warstw, poprzez obserwację niskoenergetycznego pik 2TA. Okazała się ona pomocna w potwierdzeniu różnic w warunkach wzrostu epitakcjonalnego dla lewej i prawej strony podłoża. Ostatecznie, potwierdzono również wysoką korelację wyników z technik HR-OM i AFM, co przemawia na korzyść tej pierwszej ze względu na znacznie szybszy, tańszy i mniej skomplikowany pomiar.

### Podziękowania

Niniejsza praca powstała w wyniku realizacji projektu finansowanego w ramach programu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego pod nazwą „Regionalna Inicjatywa Doskonałości” w latach 2019 – 2022, nr projektu 014/RID/2018/19, kwota finansowania 4 589 200,00 zł.

<http://www.rid.wtc.wat.edu.pl/>

### Autorzy:

dr inż. Jarosław Wróbel, Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Fizyki Technicznej, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, E-mail: [jaroslaw.wrobel@wat.edu.pl](mailto:jaroslaw.wrobel@wat.edu.pl);

inż. Sebastian Odrzywolski, Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Fizyki Technicznej, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, E-mail: [sebastian.odrzywolski@student.wat.edu.pl](mailto:sebastian.odrzywolski@student.wat.edu.pl);

dr Sebastian Złotnik, Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Fizyki Technicznej, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, E-mail: [sebastian.zlotnik@wat.edu.pl](mailto:sebastian.zlotnik@wat.edu.pl);

dr inż. Jacek Boguski, Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Fizyki Technicznej, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, E-mail: [jacek.boguski@wat.edu.pl](mailto:jacek.boguski@wat.edu.pl);

mgr inż. Malwina Liszewska, Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Optoelektroniki, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, E-mail: [malwina.liszewska@wat.edu.pl](mailto:malwina.liszewska@wat.edu.pl);

mgr inż. Bogusław Budner, Wojskowa Akademia Techniczna,  
Instytut Optoelektroniki, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, E-mail:  
[boguslaw.budner@wat.edu.pl](mailto:boguslaw.budner@wat.edu.pl);  
dr inż. Bartłomiej Jankiewicz, Wojskowa Akademia Techniczna,  
Instytut Optoelektroniki, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, E-mail:  
[bartlomiej.jankiewicz@wat.edu.pl](mailto:bartlomiej.jankiewicz@wat.edu.pl);  
inż. Kacper Matuszelański, VIGO System S.A., ul. Poznańska  
129/133, 05-850 Ożarów Mazowiecki, E-mail:  
[kmatuszelanski@vigo.com.pl](mailto:kmatuszelanski@vigo.com.pl);

Główny autor – Sebastian Odrzywołski

#### LITERATURA

- [1] Piskorski, L. and Sarzala, R.P., (2016) Material parameters of antimonides and amorphous materials for modelling the mid-infrared lasers. *Optica Applicata*. 46(2): p. 227-240.
- [2] Obaid, S. and Lu, L.Y., (2019) Highly Efficient Microscale Gallium Arsenide Solar Cell Arrays as optogenetic Power Options. *Ieee Photonics Journal*. 11(1).
- [3] Lee, S., Winslow, M., Grein, C.H., Kodati, S.H., Jones, A.H., Fink, D.R., Das, P., Hayat, M.M., Ronningen, T.J., Campbell, J.C., and Krishna, S., (2020) Engineering of impact ionization characteristics in In<sub>0.53</sub>Ga<sub>0.47</sub>As/Al<sub>0.48</sub>In<sub>0.52</sub>As superlattice avalanche photodiodes on InP substrate. *Scientific Reports*. 10(1).
- [4] Rogalski, A., Kopytko, M., and Martyniuk, P., (2018) *Antimonide-based Infrared Detectors: A New Perspective*. Vol. PM280. SPIE.
- [5] Rogalski, A., (2019) *Infrared and Terahertz Detectors, Third Edition*. 3rd ed., Boca Raton: CRC Press.
- [6] Li, W.C., Lin, Y.T., Jeng, J.J., and Chang, C.L., (2014) Deposition uniformity inspection in IC wafer surface. *Journal of Physics: Conference Series*. 483: p. 012022.
- [7] Kim, J., Seo, O., Kumara, L.S.R., Nabatame, T., Koide, Y., and Sakata, O., (2021) Highly-crystalline 6 inch free-standing GaN observed using X-ray diffraction topography. *Crystengcomm*. 23(7): p. 1628-1633.
- [8] Nguyen, B.M., Chen, G.X., Hoang, M.A., and Razeghi, M., (2011) Growth and Characterization of Long-Wavelength Infrared Type-II Superlattice Photodiodes on a 3-in GaSb Wafer. *Ieee Journal of Quantum Electronics*. 47(5): p. 686-690.
- [9] Szabo, Z., Baji, Z., Basa, P., Czigan, Z., Barsony, I., Wang, H.Y., and Volk, J., (2016) Homogeneous transparent conductive ZnO:Ga by ALD for large LED wafers. *Applied Surface Science*. 379: p. 304-308.
- [10] Gurcan, K., Bertuch, A., and Steeples, K., (2007) Real-Time, High Resolution, Dynamic Surface Charge Wafer Mapping for Advanced Ion Implant Process Control. *AIP Conference Proceedings*. 931(1): p. 111-115.
- [11] Ghim, Y.-S., Suratkar, A., and Davies, A., (2010) Reflectometry-based wavelength scanning interferometry for thickness measurements of very thin wafers. *Optics Express*. 18(7): p. 6522-6529.
- [12] Dyksik, M., Motyka, M., Sek, G., Misiewicz, J., Dallner, M., Weih, R., Kamp, M., and Hofling, S., (2015) Submonolayer Uniformity of Type II InAs/GaSb W-shaped Quantum Wells Probed by Full-Wafer Photoluminescence Mapping in the Mid-infrared Spectral Range. *Nanoscale Research Letters*. 10.
- [13] Patten, E.A., Goetz, P.M., Vilela, M.F., Olsson, K., Lofgreen, D.D., Vodicka, J.G., and Johnson, S.M., (2010) High-Performance MWIR/LWIR Dual-Band 640 × 480 HgCdTe/Si FPAs. *Journal of Electronic Materials*. 39(10): p. 2215-2219.
- [14] Wróbel, J., Grodecki, K., Benyahia, D., Murawski, K., Michalczewski, K., Grzonka, J., Boguski, J., Gorczyca, K., Umana-Membreno, G.A., Kubiszyn, Ł., Kębłowski, A., Michałowski, P.P., Gomółka, E., Martyniuk, P., Piotrowski, J., Rogalski, A. (2018), Structural and optical characterization of the high quality Be-doped InAs epitaxial layer grown on GaAs substrate., *Proceedings of SPIE*, 108300S, doi:10.1117/12.2503624.
- [15] Szybowski, M., Dychalska, A. (2016), Charakteryzacja struktur grafenowych na podłożach stałych metodami spektroskopowymi. *LAB Lab. Apar. Badania* 21, 20–27.