



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSI

FACULTAD DE CIENCIAS



Caracterización de heteroestructuras
 $\text{In}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) sintetizadas por
MBE

TESIS PROFESIONAL
para obtener el título de

Maestro en Ciencias Aplicadas

PRESENTA:

Octavio Villalobos Fernández

SAN LUIS POTOSI, S. L. P. Enero 2005



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ
FACULTAD DE CIENCIAS



Caracterización de heteroestructuras
 $\text{In}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) sintetizadas por MBE

TESIS PROFESIONAL
para obtener el título de

Maestría en Ciencias Aplicadas

PRESENTA:

Octavio Villalobos Fernández

ASESOR DE TESIS:

Dr. Raúl Balderas Navarro

Dra. Adriana Gaona Couto

Dr. Alfonso Lastras Martínez

SAN LUIS POTOSÍ, S. L. P. Enero 2005



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSI

FACULTAD DE CIENCIAS



Caracterización de heteroestructuras
 $\text{In}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) sintetizadas por MBE

Dr. Raúl Balderas Navarro

Dra. Adriana Gaona Couto

Dr. Alfonso Lastras Martínez

Dr. Ángel Gabriel Rodríguez Vázquez

SAN LUIS POTOSI, S. L. P. Enero 2005

Al Señor
Todopoderoso
ADONAI

Agradecimientos

A mis asesores: Dra. Adriana Gaona, Dr. Alfonso Lastras Martínez. y Dr. Raúl Balderas. Por dirigirme en este trabajo de tesis y trabajar conmigo todo este tiempo.

A Jorge Ortega, por su apoyo en el laboratorio, por aclararme muchas dudas y sobre todo por su amistad.

Al Dr. Ángel por su apoyo en Raman.

Al Maestro José Nieto, Blanquita, Jorge Fortuna, Irvin, Ismael, Nadia, por apoyarme en los laboratorios.

A Lupita y Paty por su gran disposición para ayudarme, muchas gracias.

Al Dr. Carlos Medel, por su tiempo, consejos y ayuda.

A mis compañeros: Elba, Vanessa, Jeovana, Elvia, Paola, Rebeca, Mayra, Jorge, Noé, Memo, Mario Echenique, Paco, Ismael por su compañía y apoyo.

A Arisbé por apoyarme y animarme siempre.

A mis padres por su apoyo incondicional, mil gracias.

Pero sobre todo a Dios por que de El proviene todo conocimiento.

Resumen

En el presente trabajo de Tesis, se muestra la caracterización de películas de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ crecidas sobre sustrato de $GaAs(001)$.

Se hicieron dos estudios diferentes. 1) Se caracterizaron por Espectroscopia de Reflectancia Diferencial RD muestras de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ a distintos espesores de película.

Es conocido que las películas heteroepitaxiales crecen bajo un esfuerzo compresivo tetragonal, debido al crecimiento pseudomórfico. La película crecerá de esta manera hasta un espesor crítico, en donde tendrá que relajarse generando así dislocaciones interfaciales o cambios en la rugosidad.

Al caracterizar por RD observamos la evolución de la tensión debido al espesor de la película. Las mediciones se hicieron alrededor de los puntos críticos E_1 y $E_1 + \Delta_1$. Es conocido que la separación de estas transiciones está relacionada a la tensión en la película. De esta manera con RD se pudo observar la evolución de la tensión al aumentar el espesor de la película. De la misma manera se caracterizó con Espectroscopia Raman para encontrar una correlación, la cual no fue posible encontrar dado que el pico del fonón de la aleación $InGaAs$ está traslapado junto con el LO del $GaAs$ para las muestras tensadas.

2) Se aplicó un tratamiento térmico (recocido) a otra serie de muestras, y se caracterizó por RD y Microscopia de Fuerza Atómica AFM antes y después del recocido. En este punto encontramos que la intensidad de RD aumenta en un rango de temperaturas de recocido de 350-425 °C, y este aumento fue atribuido a la desorción de óxido superficial. También se encontró que la rugosidad aumenta en el primer recocido, pero después de este se mantiene aproximadamente constante. No se encontró correlación alguna entre el aumento en la amplitud RD y la rugosidad. Se utilizó una técnica auxiliar, la Espectroscopia Raman. Con esta técnica se esperó apoyar la RD, aunque finalmente se concluye que Raman no es tan sensible a cambios superficiales como es RD.

La explicación del aumento en la intensidad RD se dio al comparar con muestras de $GaAs$, también sometidas a un tratamiento térmico.

Índice

Capítulo 1

Introducción	1
--------------------	---

Capítulo 2

Aspectos Teóricos

2.1 Esfuerzos en películas heteroepitaxiales	6
2.2 Efecto de la deformación en el desdoblamiento de bandas.....	7

Capítulo 3

Sistemas Experimentales

3.1 Epitaxia por Haces Moleculares (MBE)	9
3.2 Espectroscopia de Reflectancia Diferencial (RD)	12
3.3 Microscopia de Fuerza Atómica (AFM)	13
3.4 Espectroscopia Raman	15
3.5 Horno de recocido	18

Capítulo 4

Resultados Experimentales

4.1 Reflectancia diferencial y Espectroscopia Raman de <i>InGaAs GaAs</i> en función del espesor de la película epitaxial	21
4.2 Resultados experimentales de RD y AFM para muestras recocidas	26

Capítulo 5

Conclusiones	33
--------------------	----

Bibliografía	35
--------------------	----

Capítulo 1

Introducción

Las heteroestructuras semiconductoras han tenido gran éxito en las últimas décadas por sus importantes aplicaciones tecnológicas en dispositivos electro-ópticos. Entre estos semiconductores tenemos los compuestos III-V formados por elementos de las columnas III y V de la tabla periódica. Tomado como base estos elementos podemos sintetizar aleaciones binarias (*GaAs*, *InAs*, *InP*, etc.), ternarias (*InGaAs*, *AlGaAs*, *AlGaP*, etc.) y cuaternarias (*InGaAsSb*, *InGaAsP*, etc.). Cambiando su composición, es posible modular la brecha energética (gap) de los semiconductores III-V en un intervalo muy amplio de energía, desde el infrarrojo medio hasta el ultravioleta, con la consecuente modificación de sus propiedades ópticas y eléctricas. En la Fig. 1.1 se muestran los anchos de banda prohibida contra la constante de red para diferentes semiconductores.

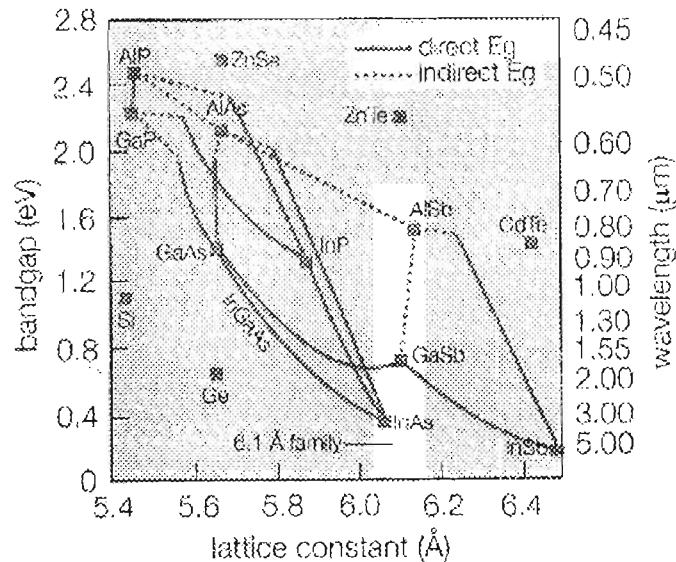


Figura 1.1 Grafica de los anchos de banda de energía de algunos semiconductores con la estructura diamante y blenda de cinc contra su constante de red. Los semiconductores unidos por las líneas forman aleaciones estables entre ellos

Las aleaciones III-V pueden ser unidas a otro semiconductor, formando así uniones. Las uniones de un mismo semiconductor son llamadas homouniones. A la unión de dos materiales semiconductores con diferentes características físicas (ancho de banda, afinidad electrónica, constante dieléctrica, etc.) se le llama heterounión^[2]. Por otro lado, como ya lo mencionamos, podemos modular el ancho de la banda de energía (E_g) de un semiconductor III-V escogiendo su composición química. Así, por ejemplo, en el sistema $In_x(Ga)_{1-x}As$ podemos variar el ancho de la banda al variar la concentración x de In , dado que la concentración está relacionada directamente con la constante de red del material y esta a su vez con el ancho de la banda de energía.

Para tener una heterounión con pocos defectos interfaciales y alta calidad cristalina es esencial que las constantes de red de los materiales involucrados estén bien acopladas. Esto es importante, ya que si las constantes de red están desacopladas podrían formar dislocaciones debido a la relajación de los esfuerzos provocados por dicho desacople de red. Estas dislocaciones son defectos que hacen que la heteroestructura no sea tan eficiente en sus aplicaciones tecnológicas.

En esta tesis se estudiaron heterouniones $InGaAs-GaAs$. Dado que estos materiales tienen diferente energía de banda prohibida, el diagrama de bandas de la heterounión tiene una discontinuidad en la interfase. Para nuestro estudio se hicieron crecimientos de películas de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ sobre $GaAs(001)$ por Epitaxia por Haces Moleculares (MBE, del inglés Molecular Beam Epitaxy). Previo al crecimiento de las películas de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$, sobre un sustrato de $GaAs$ se creció una capa colchón (buffer) del mismo material para quitar defectos de la superficie (ver Fig. 1.2).

El $GaAs$ tiene la estructura blanda de cinc (Fig. 1.3)^[3] misma que adquiere la película epitaxial de $InGaAs$. En esta aleación el In sustituye algunos átomos de Ga en la estructura del $GaAs$. Dado que los átomos de In son 1.14 veces más grandes que los de Ga , la constante de red del $InGaAs$ es más grande que la del $GaAs$ (ver Fig. 1.1). Dependiendo de la concentración de In existe un desacople de red entre la película y el sustrato. Para una película de $InGaAs$ con una concentración del 30% de In crecida sobre un sustrato de

GaAs se tiene un desacople de red del 2.1%^[11] La película de $In_{0.5}Ga_{0.5}As$, tiene una $E_g = 1.01$ eV y una constante de red de 5.78 \AA [21].

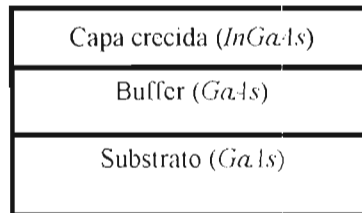


Figura 1.2 Esquema de crecimiento de una película de *InGaAs* sobre un sustrato de *GaAs*. Sobre el sustrato se crece una capa buffer de *GaAs* material para después crecer la película ternaria.

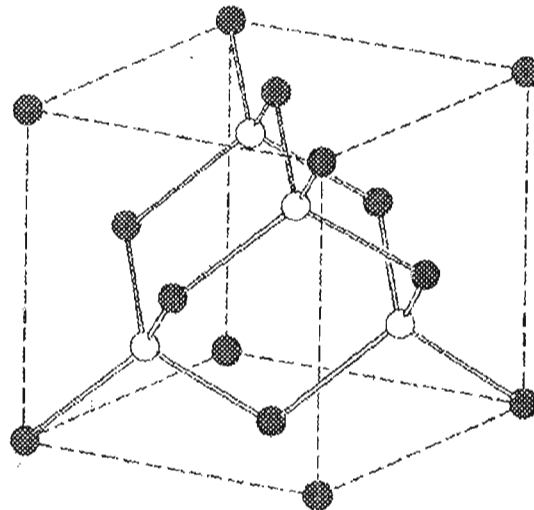


Figura 1.3 Estructura blenda de zinc típica del semiconductor *GaAs*. En esta celda los átomos de *As* –esferas negras- ocupan las posiciones de los átomos de una celda CCC (Cúbica Centrada en las Caras). Los átomos de *Ga* –esferas blancas- ocupan la mitad de las posiciones tetraédricas intersticiales (cuatro átomos). En el *InGaAs* algunos átomos de *Ga* son sustituidos por los átomos de *In*.

Las heterouniones *InGaAs/GaAs* tienen aplicaciones importantes en la tecnología electro-óptica. Se han creado diversos dispositivos a base de heteroestructuras *InGaAs/GaAs* entre ellos, fotodiodos, diodos láser, láseres de pozos cuánticos, celdas fotovoltaicas, detectores, termistores, transistores del tipo HEMT (High Electron Mobility Transistor) y celdas solares, entre otros [4]. El $In_xGa_{1-x}As$ ha sido un material muy usado

como detector para la región de $1\mu\text{m}$ a $1.6\mu\text{m}$ ^[5] y puede ser fácilmente crecido en substratos de *GaAs*.

Aparte de sus aplicaciones tecnológicas en el campo de la opto-electrónica existe otro aspecto por el cual también son importantes las heteroestructuras *InGaAs/GaAs*. Este es, la investigación científica. El *InGaAs* en los últimos años ha sido investigado bastante por el fenómeno que presenta al crecerlo sobre substratos de *GaAs*. Debido al desacople de los parámetros de red del substrato y de la película, esta última crece muy tensada, de tal manera que al llegar a un espesor crítico, se relaja, creando dislocaciones o formando rugosidades^[11].

En esta tesis se planteo el objetivo de estudiar ex-situ, la heteroestructuras *InGaAs/GaAs*. Con la técnica de caracterización espectroscopia de Reflectancia Diferencial RD. Esta técnica es muy útil dado que para un semiconductor cúbico, el espectro de RD alrededor de las energías de los puntos críticos, refleja los estados electrónicos modificados por la pérdida de la simetría cúbica en la vecindad de superficies o interfaces. La sensibilidad de la técnica se basa en el hecho de que las propiedades ópticas de volumen de los materiales cúbicos son nominalmente isotrópicas, de tal manera que cualquier anisotropía observada en la forma de línea del espectro de RD debería estar asociada con fenómenos de superficie.

También tuvimos interés en estudiar la topografía superficial de la heteroestructura *InGaAs/GaAs*. Los resultados de este estudio son importantes ya que nos revelan la calidad de nuestro crecimiento, reflejada en el estado de la superficie, que ayuda o afecta al momento de aplicar este material a algún dispositivo. Así, un material muy rugoso ofrece grandes limitantes para la fabricación de dispositivos electro-ópticos. Las mediciones de la topografía son una herramienta importantísima para el mejoramiento de los semiconductores y a su vez del desarrollo tecnológico de los mismos.

La topografía dependerá de la relajación o tensión que pueda tener la película crecida. El esfuerzo, relajación y topografía superficial de semiconductores

heteroepitaxiales son de gran importancia tecnológica en dos aspectos principales. Primero, la incorporación de películas tensadas en dispositivos electrónicos tales como transistores avanzados de alta movilidad electrónica o heteroestructuras láser, se ha convertido en una estrategia actual para mejorar su funcionamiento. En segundo lugar, el número limitado de los materiales disponibles para acoplar los substratos, al de la capa activa del dispositivo. En ambos casos, las capas usualmente presentan topografías rugosas, las cuales limitan la fabricación subsiguiente de dispositivos y degrada sus especificaciones^{18,91}. La caracterización de la topografía superficial se lleva a cabo con la técnica de microscopía de fuerza atómica (AFM, del inglés Atomic Force Microscopy).

La caracterización de las películas de *InGaAs/GaAs*, se dividió en dos partes. Primeramente se hicieron estudios de RD en muestras con distintos espesores de película epitaxial. Con estos estudios se buscó determinar la relación de la forma de línea de RD y el espesor de la película y en caso de encontrar una dependencia encontrarle una explicación. Después, con otro grupo de muestras se hicieron tratamientos térmicos (recocidos) caracterizando las muestras antes y después del recocido con RD y AFM. El objetivo de esta parte del trabajo fue el de investigar el efecto de estos tratamientos sobre la topografía superficial y sobre la forma de línea del espectro de RD. Adicionalmente, como técnica auxiliar, en algunas muestras se usó la Espectroscopia Raman.

La organización de la tesis es como sigue. En el Capítulo 2 se incluyen algunos aspectos teóricos importantes para una mejor comprensión de la tesis y de sus resultados. En el Capítulo 3 se describen en detalle cada una de las técnicas de caracterización empleadas, juntamente con una breve explicación de los principios del sistema de crecimiento en MBE. En el Capítulo 4 se discuten y analizan los resultados obtenidos durante este trabajo. En el Capítulo 5 se dan las conclusiones de la tesis.

Capítulo 2

Aspectos Teóricos

En este Capítulo se presentan algunos aspectos teóricos generales, los cuales serán de gran ayuda para comprender las condiciones en las que se encuentran las películas epitaxiales estudiadas. Se describen los esfuerzos a los que es sometida una película heteroepitaxial, además del efecto que estos esfuerzos y las deformaciones resultantes producen en las bandas de energía de dicha película.

2.1 Esfuerzos en películas heteroepitaxiales

La diferencia en los parámetros de red en heterouniones es muy importante debido a que induce deformaciones en la película epitaxial. En las etapas iniciales esta película crece pseudomórficamente; es decir, se deforma elásticamente para tener el mismo espaciado interatómico que el sustrato^[10]. Para crecimientos sobre una superficie (001) la película se deforma con una simetría tetragonal. Si la diferencia de parámetros de red es muy elevada, el régimen pseudomórfico solo se extiende por unas cuantas monocapas, generando después procesos de relajación, para liberar la energía elástica almacenada. La relajación se produce por la generación de dislocaciones interfaciales, o por un cambio en la topografía superficial. En la Fig. 2.1 se ilustran los esfuerzos a los que es sometida una película cúbica con parámetro de red diferente al del sustrato.

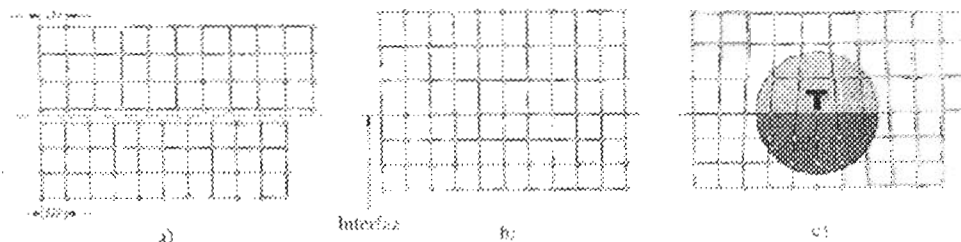


Figura 2.1. Esfuerzos sufridos por una película heteroepitaxial cúbica. a) Diagrama mostrando las constantes de red naturales del sustrato y la película epitaxial. b) Película epitaxial crecida

pseudomórficamente sobre el sustrato. En este caso la película sufre un esfuerzo tetragonal compresivo. c) Película epitaxial relajada mediante la formación de dislocaciones interfaciales

Consideremos esto más en detalle. Una película epitaxial con parámetro de red b la queremos depositar en un sustrato de parámetro de red a . Se tienen dos casos. Cuando $b > a$, bajo el régimen pseudomórfico se presenta un esfuerzo a compresión. El segundo caso cuando $b < a$, tenemos un esfuerzo de tensión. Cuando se sobrepasa el espesor crítico, es cuando se presentan los mecanismos de relajación. Estos mecanismos pueden crear defectos que se propaguen hacia la película, o pueden actuar induciendo cambios morfológicos en la superficie^[11]

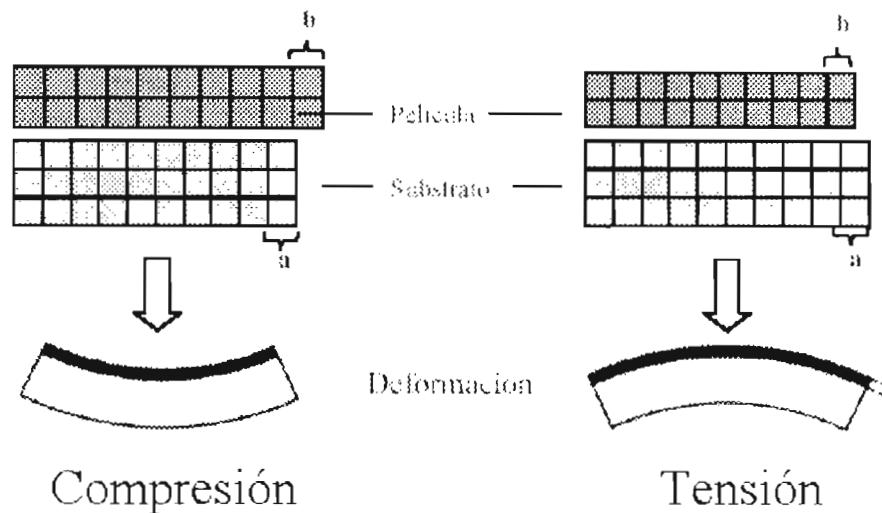


Figura 2.2 Esquema de la formación de esfuerzos al crecer una película epitaxial. Con parámetro de red $b > a$, lo cual produce una compresión y $b < a$ que produce una tensión sobre la película.

2.2 Efecto de la deformación en el desdoblamiento de bandas

La deformación tetragonal producida en una película pseudomórfica afecta la estructura de bandas del semiconductor^[12]. Los semiconductores de tipo Zinc Blenda tienen una estructura de bandas como se ilustra en la Fig. 2.3, en donde vemos un desdoblamiento en la banda de valencia con un ancho de energía Δ_1

Como ya se menciona, si el parámetro de red de la película es mayor al del sustrato, entonces crecerá la película pseudomórficamente generando una compresión tetragonal

Este es nuestro caso, dado que el parámetro de red del *InGaAs* es mayor al del sustrato de *GaAs*. En la Fig. 2.4 se ilustra la modificación en la estructura de bandas en un semiconductor bajo una compresión, la cual lleva a un desdoblamiento de todas las bandas.

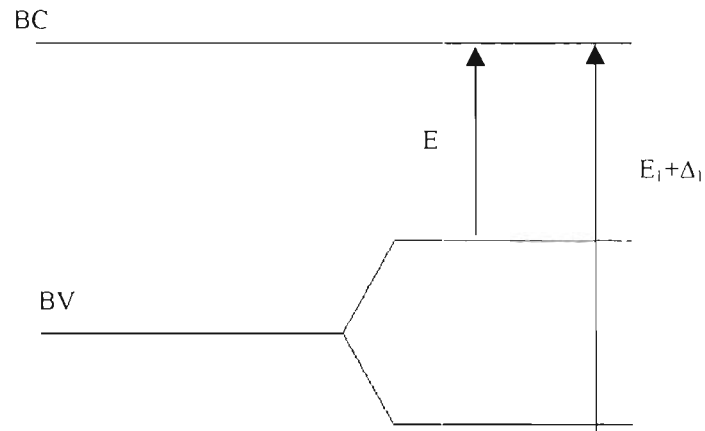


Fig. 2.3. Estructura de bandas para un semiconductor tipo Zinc Blenda. Las flechas señalan las transiciones E_1 y $E_1 + \Delta_1$.

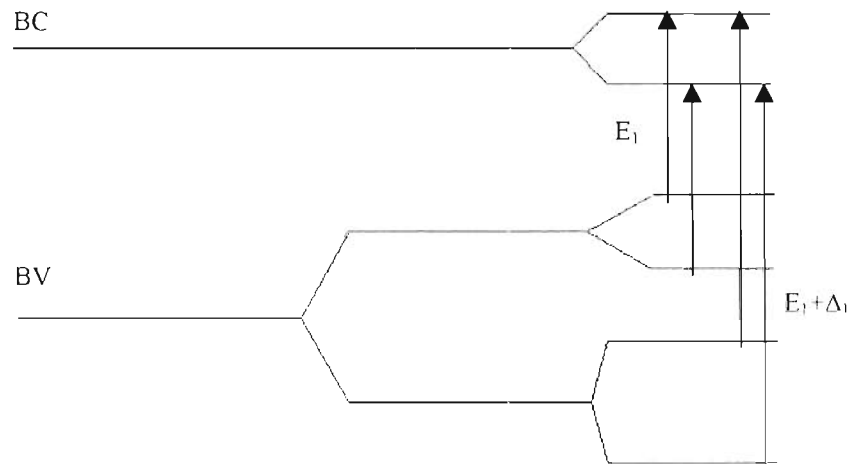


Fig. 2.4. Estructura de bandas de un semiconductor tipo Zinc Blenda bajo una deformación. La deformación genera un desdoblamiento en las bandas, de esta manera se tienen dos valores para las transiciones E_1 y $E_1 + \Delta_1$.

Capítulo 3

Sistemas Experimentales

En este capítulo se presentan los sistemas experimentales empleados. La síntesis de las películas epitaxiales se llevó a cabo por Epitaxia por Haces Moleculares MBE. La caracterización de dichas películas fue realizada *ex-situ* por medio de Espectroscopia de Reflectancia Diferencial y Microscopia de Fuerza Atómica, además de que se uso como técnica complementaria la Espectroscopia Raman.

3.1 Epitaxia por Haces Moleculares (MBE)

La Epitaxia por Haces Moleculares (MBE del inglés Molecular Beam Epitaxy) es una técnica muy usada para hacer crecimientos de heteroestructuras semiconductoras por la gran perfección cristalina que alcanza. Esta técnica consiste en hacer incidir un flujo de átomos o moléculas sobre la superficie de un sustrato caliente, de tal manera que los átomos se acomodan y enlacen sobre la superficie creando así una película delgada (puede ser tan delgada del orden de Å)^[13].

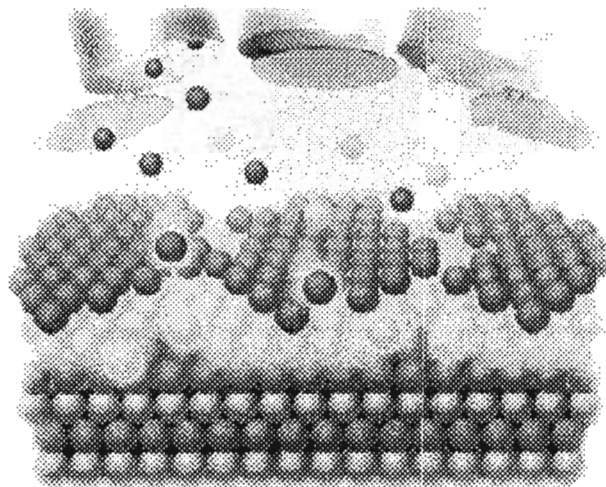


Figura 3.1 Flujo de átomos incidiendo sobre un sustrato, los átomos al llegar a la superficie se enlazan copiando la estructura de la red del sustrato.

La técnica de MBE, desarrollada inicialmente por J.R. Arthur y A.Y. Cho^[13], tiene como ventajas: 1) la reproducibilidad del crecimiento para espesores de monocapas atómicas, 2) el monitoreo del crecimiento *in-situ* (en tiempo real), 3) una baja velocidad de deposición, del orden de unos cuantos Angstroms por segundo y 4) un ambiente de depósito de ultra alto vacío (UHV, del inglés ultra high vacuum) con presiones en un rango $<10^{-9}$ Torr^[6,11,13]. El sistema de MBE que usamos en esta tesis es un Riber 32D, el cual se muestra en la Fig. 3.2. Esta compuesto de tres cámaras: cámara de introducción, cámara de análisis, y cámara de crecimiento. La cámara de crecimiento cuenta con 6 celdas de efusión del tipo Knudsen que contienen *Al*, *As*, *In*, *Be*, *Si* y *Ga*. Estos elementos están en estado sólido y son materiales de muy alta pureza. Las celdas de efusión son operadas a elevadas temperaturas de modo que se evaporen los elementos contenidos que son propulsados en forma de haces moleculares sobre la superficie del sustrato.

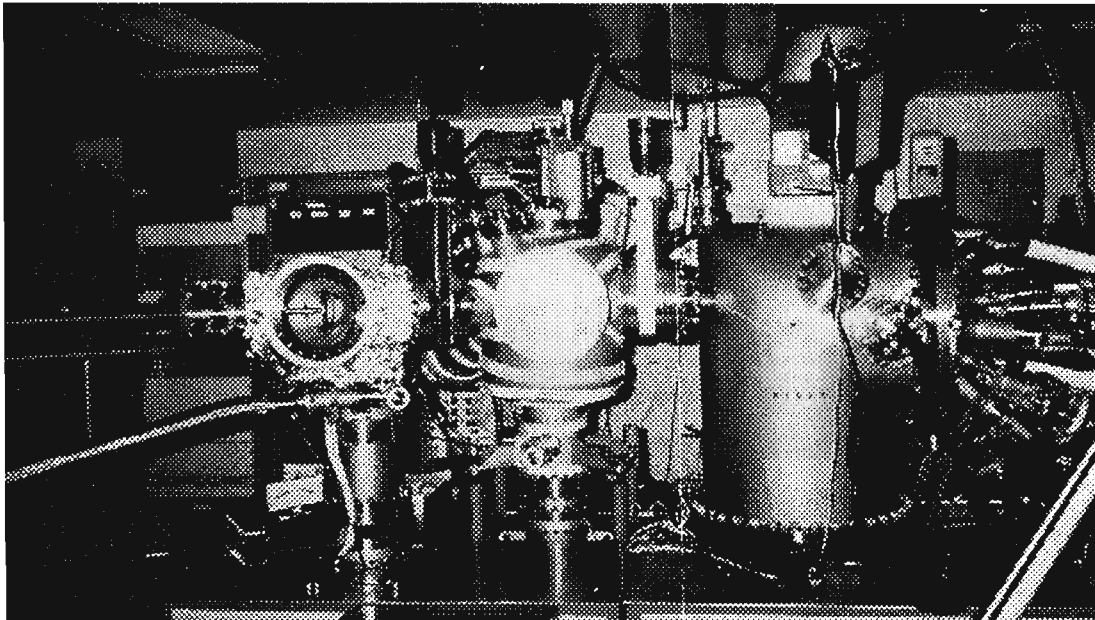


Figura 3.2 Configuración del sistema MBE 32D Riber utilizado para los crecimientos. A la izquierda se muestra la cámara de introducción, en la parte media la cámara de análisis y a la derecha la cámara de crecimiento.

Las celdas de efusión están cerradas por obturadores (shutters) los cuales se abren para iniciar el crecimiento. Están rodeadas por criopaneles los cuales se mantienen a la

temperatura del nitrógeno líquido durante el crecimiento; esto nos sirve para el atrapamiento de impurezas. Frente a las celdas se encuentra el sustrato montado en un porta sustrato de molibdeno (moliblock), que a su vez está montado en un manipulador el cual nos permite rotar la muestra durante la deposición para tener un crecimiento homogéneo. Aparte de rotar, el manipulador puede moverse en tres posiciones diferentes, la posición de transferencia, la posición de medición de flujos y la posición de crecimiento, en la cual el sustrato ve directamente hacia las celdas. Justo arriba del moliblock se encuentra un medidor de flujos del tipo Bayard-Alpert. Un esquema de la cámara de crecimiento se muestra en la Fig. 3.3. El crecimiento comienza cuando son abiertas las celdas de efusión y el flujo incide en el sustrato ya calentado a la temperatura de crecimiento. Además, el sistema cuenta con varias técnicas de caracterización, en la cámara de crecimiento se tiene RHEED, RD y LLS (estos dos últimos son externos al sistema), mientras que en la cámara de análisis se cuenta con AES y XPS.

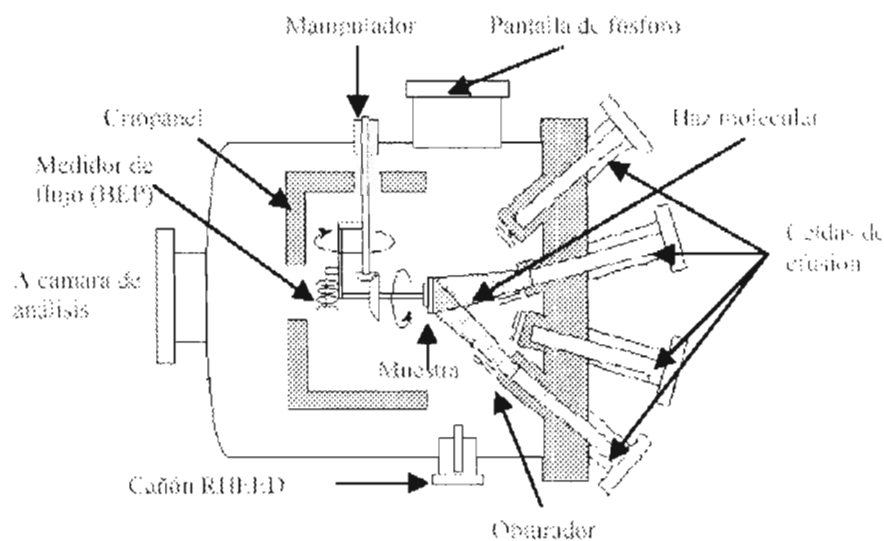


Figura 3.3 Esquema de la cámara de crecimiento del sistema MBE 32D con sus principales componentes (vista aérea).

La síntesis de $In_{0.5}Ga_{0.5}As$ $GaAs$ (001) se hizo a razones de crecimiento de 0.97 ML/s o 0.25 ML/s. Las temperaturas de las celdas están directamente relacionadas con el flujo que deseamos tener durante el crecimiento; es decir, a mayor temperatura mayor flujo molecular. Por lo tanto, esto también está relacionado directamente con la velocidad de crecimiento y con la concentración x en la película. La velocidad de crecimiento es determinada por las oscilaciones RHEED. Previo al crecimiento cada celda es desgasada. También la muestra es desgasada (aproximadamente en 600 °C). El primer paso para el crecimiento es exponer la muestra caliente a flujo de As . La temperatura del manipulador para crecer $InGaAs$ es alrededor de 500 °C.

3.2 Espectroscopia de Reflectancia Diferencial (RD)

La espectroscopia de reflectancia diferencial RD es una técnica óptica usada para la caracterización de semiconductores. Esta técnica se basa en la medición de anisotropías ópticas por la diferencia de reflectividades para dos diferentes estados de polarización de la luz incidente ortogonales entre sí ^[14]. Sabemos que para semiconductores cúbicos la función dieléctrica es isotrópica, por lo que cuando es medida la diferencia de reflectividades de las dos direcciones de polarización se cancela la contribución del bulto, dándonos así únicamente la información que proviene de las anisotropías de la superficie. Estas anisotropías pueden ser ocasionadas por dislocaciones, por reconstrucciones superficiales, por deformaciones, entre otras perturbaciones.

El diseño esquemático del espectrómetro de RD empleado se muestra en la Fig. 3.4. Dicho espectrómetro emplea luz blanca que proviene de una lámpara de xenón de 75 W. Esta luz se pasa primeramente por un monocromador para obtener la luz monocromática. Posteriormente, por medio de dos espejos, es dirigida hacia el polarizador, el cual solamente deja pasar un estado de polarización a un ángulo de 45° (haz ordinario) con respecto al plano de incidencia. Al salir del polarizador, la polarización de la luz es modulada a 50 KHz entre dos estados ortogonales por medio de un modulador fotoelástico. El haz modulado es hecho incidir sobre la muestra a un ángulo casi normal y después de reflejarse es enfocado sobre el fotodetector. La salida eléctrica del fotodetector es alimentada a un amplificador lock-in sensible a la fase entonado a la frecuencia de

modulación de la polarización (100 kHz), el cual responde solamente a la componente modulada de la reflectividad ΔR ^[15]. La PC lee la señal ΔR a la salida del amplificador lock-in y la señal R a la entrada del mismo, calcula la razón $\Delta R/R$ y grafica el espectro resultante y guarda los datos en disco duro. El programa de control del experimento esta escrito en el lenguaje LabVIEW (National Instruments 6.1).

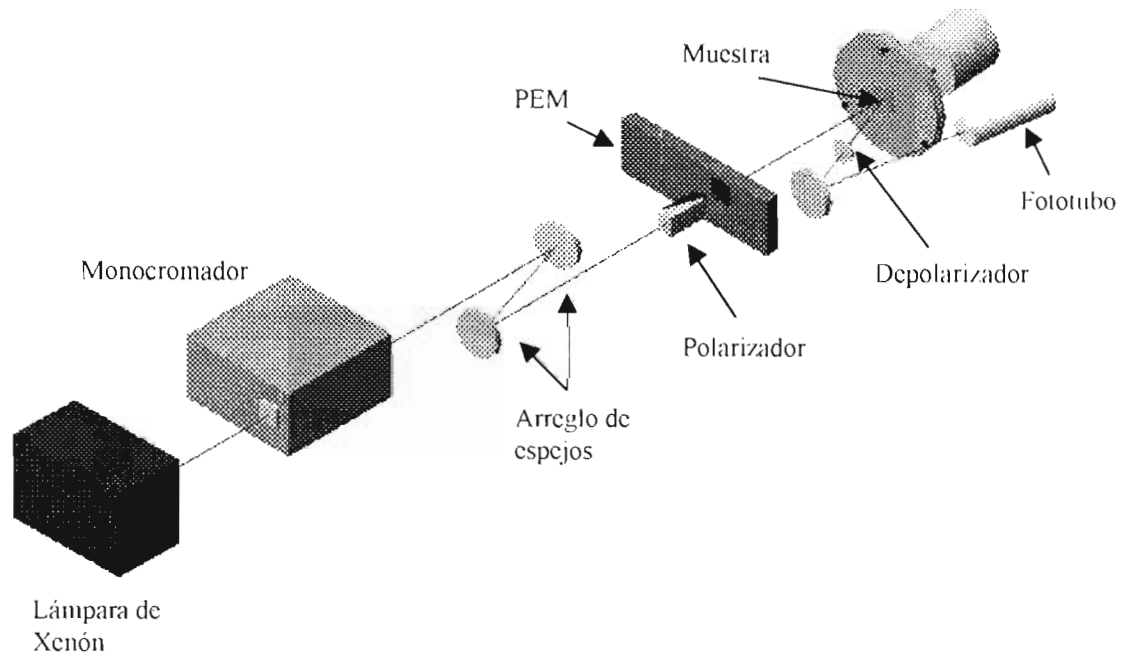


Figura 3.4 Esquema del espectrómetro de RD.

3.3 Microscopia de Fuerza Atómica (AFM)

AFM es una técnica basada en la construcción de imágenes digitales a partir de la medición de las fuerzas de atracción y de repulsión entre los átomos de una punta de prueba y los de la superficie a analizar. La AFM es usada primordialmente en esta tesis para medir la topografía superficial de las películas epitaxiales de *InGaAs*. El principio del funcionamiento de esta técnica es como sigue. Una punta muy delgada, la cual puede ser de Si_3N_4 , Si o Si grabado (químicamente), hace un barrido sobre la superficie de la muestra a

medir. La punta se encuentra al final de un cantilever reflector (ver Fig. 3.5). Un diodo láser se enfoca sobre el cantilever, el haz láser es reflejado por el cantilever hacia un fotodetector. Conforme la punta se mueve, la posición del punto láser en el fotodetector cambia. Las fuerzas entre la punta y la superficie de la muestra hacen que el cantilever se flexione. El foto-detector mide la deflexión a medida que la muestra se hace pasar por debajo de la punta. Dicha deflexión se envía como señal de entrada a un circuito de retroalimentación que mueve el escáner en donde está colocada la muestra hacia arriba o hacia abajo, manteniendo la deflexión del cantilever constante, respondiendo de esta manera a la topografía de la muestra. En este caso, la imagen se genera a partir del movimiento del escáner. Nosotros utilizamos un equipo Digital Instruments AFM-4, Serial No 811. Una de las herramientas importantes que utilizamos del sistema AFM es la Rugosidad RMS. La cual es descrita a continuación.

La rugosidad cuadrática media (RMS) es la desviación estándar de los valores de la altura Z en un área dada.

$$R_{rms} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (Z_i - Z_{ave})^2}{N}} \quad (1)$$

donde Z_{ave} es el valor promedio de la altura con el área dada, Z_i es el valor de la altura actual, y N es el número de puntos en una área dada^[16]

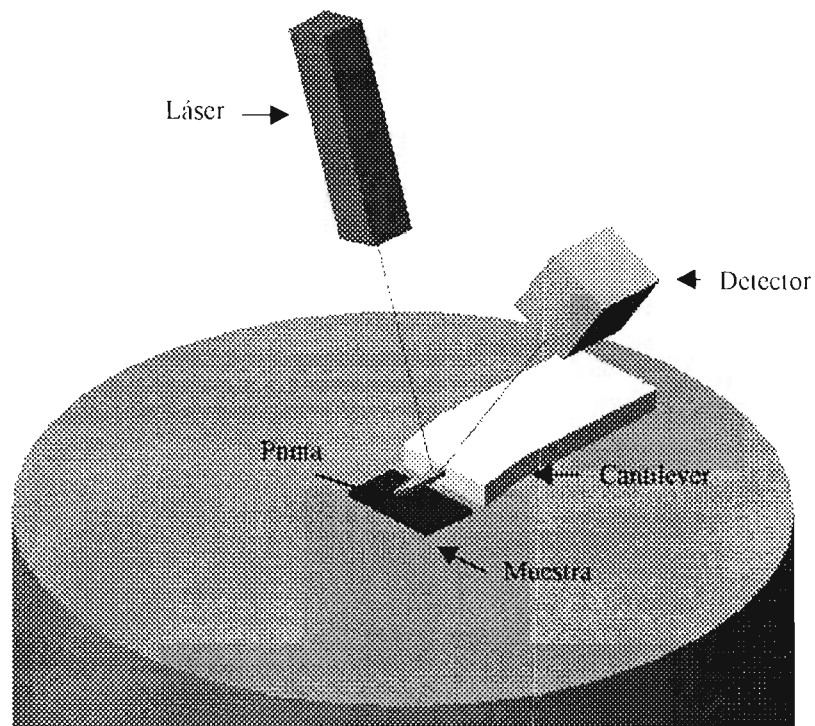


Figura 3.5 Esquema del barrido en el AFM. El láser incide sobre la punta de silicio. Esta lo refleja y el detector toma el haz reflejado y lo convierte a una señal eléctrica dando así la información de la topografía de la superficie.

3.4 Espectroscopia Raman

La espectroscopia Raman es una técnica muy valiosa de caracterización de materiales, utilizada para dar información sobre las frecuencias de vibración de la red entre otras características importantes de la física de los materiales.

Cuando se hace pasar un haz de luz a través de un medio, cierta cantidad de luz se dispersa. La mayor parte de la luz se dispersa sin cambio de longitud de onda, efecto conocido como dispersión Rayleigh. Sin embargo, hay una pequeña cantidad de luz dispersada que puede tener longitud de onda superior o inferior a la luz original. En este caso el espectro consta de líneas a longitudes de onda más larga y más corta que la luz incidente. Este efecto recibe el nombre de efecto Raman. En la Espectroscopia Raman, se

hace incidir a la muestra un haz muy intenso de luz monocromática (frecuentemente usando un láser), comúnmente se analiza la luz dispersada en ángulos rectos con respecto al rayo incidente de acuerdo a la frecuencia. El efecto Raman es el resultado de la interacción que se produce entre una molécula y un fotón. Cuando la molécula obtiene la energía ΔE , los fotones se dispersan con energía reducida $h\nu_0 - \Delta E$, (donde h es la constante de Planck, ν_0 la frecuencia del haz incidente y ΔE la energía absorbida por la molécula igual a $h\nu$) Y esta da lugar a líneas llamadas de Stokes que son de frecuencia inferior a la frecuencia ν_0 del haz incidente; su frecuencia es $\nu = \nu_0 - \Delta E/h$. Ahora cuando la molécula pierde energía debido a que inicialmente se encuentre en su estado excitado la frecuencia de estas líneas son $\nu = \nu_0 + \Delta E/h$, también llamadas líneas anti-Stokes. Estas líneas de dispersión son parte de la dispersión Raman^[17-19] En la Fig. 3.6 observamos el haz incidente con energía $h\nu_0$ y dos haces representativos de la dispersión, uno con energía igual $h\nu_0$ -dispersión Rayleigh- y otro con energía $h\nu_0 \pm h\nu$ -dispersión Raman-.

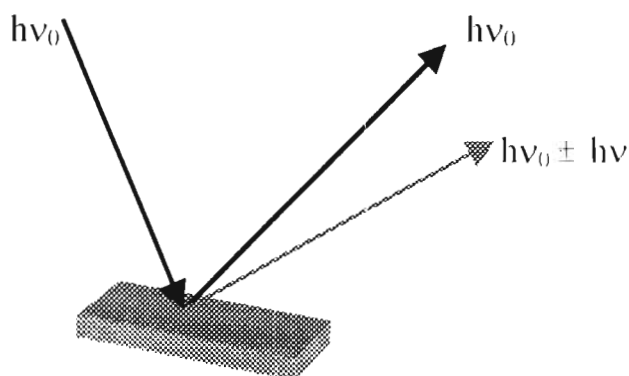


Figura 3.6. Modos de dispersión que ocurren cuando un haz de luz incide en la muestra. El haz verde muestra luz con energía $h\nu_0$, el cual al ser dispersado puede salir con energía igual -haz verde- o energía mayor o menor -haz azul- según el estado de las moléculas.

La dispersión Raman contiene información importante de la simetría del cristal. En la dispersión Raman, las posiciones de los picos son sensibles a perturbaciones internas como por ejemplo campos eléctricos, deformaciones fraccionales (strain) por esfuerzos internos y sustitucionales; y a perturbaciones externas como ataques químicos, iónicos, deformaciones fraccionales por esfuerzos ejercidos por substratos y temperatura. La

dispersión Raman es una sonda óptica que además es sensible a los cambios composicionales en aleaciones.

Una forma de monitorear la disposición estructural de los átomos, así como un posible cambio de estructura cristalina, es por medio de su dispersión Raman. En particular, la forma de línea del espectro Raman permite hacer una estimación del tamaño promedio de las regiones cristalinas en la aleación. En una aleación las sustituciones producen rompimiento de la simetría trasnacional, manifestándose esto como un ensanchamiento asimétrico de la forma de línea Raman. Además, los corrimientos de los fonones Raman en las aleaciones con respecto al del substrato se puede explicar también en base a efectos adicionales de esfuerzo sobre la red de la aleación. y que producen una deformación fraccional de ésta.

Con espectroscopia Raman también es posible observar estados de tensión o de relajación en una película. Esto por el corrimiento en las energías de los fonones. Una de las formas comunes de tensión en las películas es por el crecimiento pseudomórfico con una compresión tetragonal paralela a la superficie de la muestra. La forma de determinar el corrimiento en la energía del fonón en películas tensadas por el crecimiento pseudomórfico es con la siguiente ecuación.

$$\Delta\omega = -2\omega_0 \varepsilon \left\{ \frac{\alpha_s}{3} \left(1 + \frac{2C_{12}}{C_{11}} \right) + \gamma \left(1 - \frac{C_{12}}{C_{11}} \right) \right\} \quad (2)$$

en donde ω_0 es la frecuencia de vibración de la red sin la perturbación tetragonal, ε es la constante de deformación, α_s es el parámetro de deformación fonónico, γ es el parámetro de Gruneisen y C_{12} , C_{11} son las constantes elásticas^[22].

Existen dos modos de vibración de la red en un material: el TO (transversal óptico) y el LO (Longitudinal óptico), de acuerdo a su desplazamiento perpendicular o paralelo a la dirección del vector de onda de la luz, respectivamente. En un cristal orientado en (001) y con un haz de luz incidiendo en forma normal a su superficie, los fonones que se generan

son LO. Aunque es posible observar fonones del tipo TO, dado que puede existir algún desorden atómico, sobre todo en películas heteroepitaxiales crecidas^[1,19].

En este trabajo utilizó un Espectrómetro Raman Jovin-Yvon T64000, con un láser de Argón a una longitud de onda de 514.5 nm. El espectrómetro usa un detector tipo CCD que es utilizado a baja temperatura, 140 K (enfriado con N_2 líquido). También se usó una cámara de video y un microscopio (a 50x) para enfocar el haz en la muestra. La señal recibida por el detector es mandada a una PC donde se grafica la intensidad Raman (unidades arbitrarias) en función del número de onda (en cm^{-1}). En el presente trabajo, los experimentos se realizaron en la geometría de retro-dispersión, esto es, el haz incide perpendicular a la muestra en z (con polarización en x) y el haz que se dispersa es detectado perpendicularmente en -z (con polarización en y).

Antes de la medición con la muestra de *InGaAs*, se coloca una muestra de *Si*, esto para verificar si el instrumento está operando correctamente. El *Si* posee una línea principal en 521 cm^{-1} , si la línea está corrida; en nuestra medición ajustamos este corrimiento.

3.5 Horno de Recocido

El horno utilizado para hacer los recocidos fue fabricado en el Instituto (ver Fig. 3.7). Alcanza una temperatura máxima de $1000\text{ }^\circ\text{C}$ y es posible llevar a cabo los recocidos en atmósfera de hidrógeno. Para este propósito se emplea hidrógeno comercial, que es hecho pasar a través de un purificador de paladio marca Matheson modelo 8371v. Al usar flujo de hidrógeno nos aseguramos de dos cosas: 1) que durante el recocido el flujo de H_2 mantiene una atmósfera limpia, 2) que la atmósfera queda libre de oxígeno dado que el H_2 reacciona con este formando moléculas de agua. Para controlar la temperatura del horno se usa un termopar tipo K con un controlador Eurotherm 990.

La cámara donde se hace el recocido es un tubo de cuarzo. La muestra es colocada dentro de la cámara en un porta muestras de grafito. Al final de tratamiento térmico la muestra es enfriada rápidamente hasta temperatura ambiente con la ayuda de un ventilador. Cabe mencionar que la muestra es caracterizada antes y después del recocido.



Figura 3.7 Sistema utilizado para realizar los recocidos.

Capítulo 4

Resultados Experimentales

En este Capítulo se muestran y discuten los resultados de las mediciones de Reflectancia Diferencial (RD) y Espectroscopia Raman en heteroestructuras *InGaAs/GaAs(001)* para diferentes espesores de la película epitaxial. Las muestras fueron crecidas por Epitaxia por Haces Moleculares (MBE). Se demostrará que la espectroscopia de RD es una técnica sensible a la relajación de la tensión interfacial que ocurre a medida que se incrementa el espesor de la película. En forma adicional, se discute la correlación entre las mediciones RD y Raman que muestran, dado que, se observa el fonón de *InGaAs* corrido hacia bajas energías por la relajación que ocurre por el incremento en el espesor de la película, lo cual también es observado en RD. Se presentan también mediciones de RD, Microscopia de Fuerza Atómica (AFM) y Dispersión Raman realizadas en películas de *InGaAs/GaAs* sujetas a tratamientos térmicos (recocidos) en atmósfera de hidrógeno. Se demuestra que el recocido da origen a un incremento en la rugosidad superficial y a un cambio en la forma de línea del espectro de RD debido a la desorción de la capa de óxido superficial

4.1 Reflectancia diferencial y Espectroscopia Raman de *InGaAs/GaAs* en función del espesor de la película epitaxial

Debido al desacople en el parámetro de red, la película epitaxial en el sistema *InGaAs/GaAs* crece en un régimen pseudomórfico bajo una compresión tetragonal. Es bien conocido que esta compresión se mantiene hasta un cierto espesor crítico^{*} a partir del cual se relaja por mecanismos que incluyen la formación de dislocaciones interfaciales y el incremento en la rugosidad superficial. En esta sección se describirán mediciones de RD y de Espectroscopia Raman para películas epitaxiales de *In_{0.5}Ga_{0.5}As* con espesores en el rango 9-176 ML.

^{*} Se han reportado varios espesores críticos para películas de *InGaAs*, en este trabajo hemos tomado la ref [25,26] en la cual el espesor crítico está alrededor de 130 Å, el cual se aproxima mucho a lo que nosotros estamos observando

En el Fig. 4.1 se muestran los espectros de RD obtenidos para las muestras #388, #238, #310 y #434, con espesores de 9, 26, 60 y 176 ML, en forma respectiva. Los espectros de RD se midieron alrededor de las transiciones E_1 y $E_1 + \Delta_1$ y muestran una evolución con el espesor de la película epitaxial. Esta evolución está asociada a la relajación de la tensión de las películas a medida que crece su espesor. En efecto, sabemos que la diferencia ΔE en energía entre las transiciones E_1 y $E_1 + \Delta_1$ crece con la tensión tetragonal^[24]. Una medida del grado de relajación de la película está entonces dada por ΔE , que es igual a Δ_1 en una película enteramente relajada.

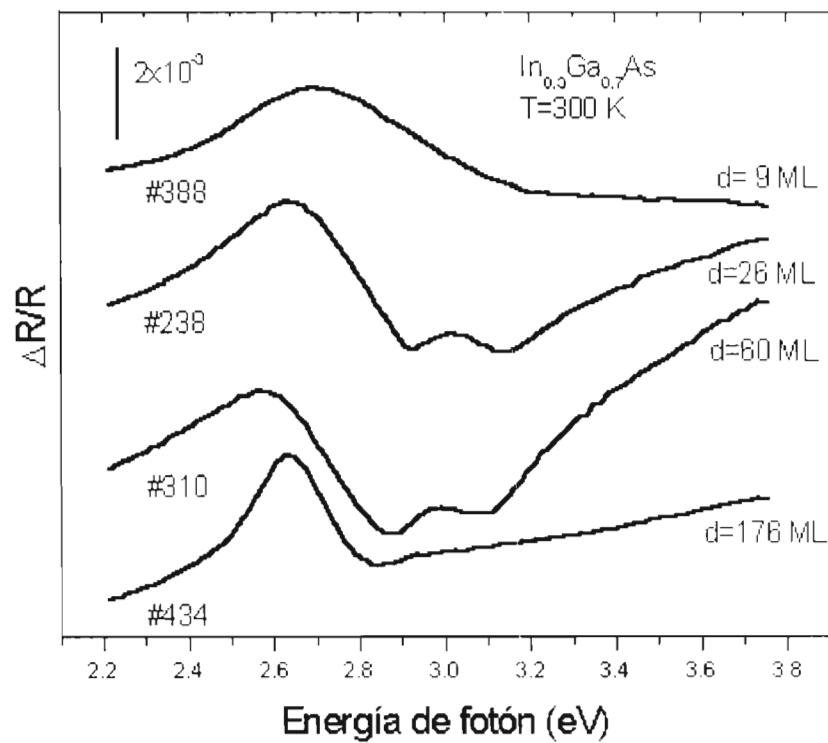


Figura 4.1 Espectros de RD para películas epitaxiales de *InGaAs* muestras con diferentes espesores.

La evolución de ΔE con el espesor de la película puede ser mejor apreciada derivando los espectros de RD con respecto a la energía. En la figura 4.2 se muestran las derivadas de los espectros de la Fig. 4.1. Los valores de las energías E_1 y $E_1 + \Delta_1$ están indicadas por flechas verticales. Podemos observar que ΔE es aproximadamente constante ($\Delta E \approx 0.5$ eV) para las películas #388, #238, #310, con espesores de 9, 26 y 60 ML, respectivamente. En

contraste, para la película #434 con un espesor de 176 ML, Δ_1 es prácticamente igual a $\Delta_1=0.23$ eV, lo que indica que la película está prácticamente relajada.

Es claro que para la muestra con espesor de 60 ML aun no existe una relajación, por esto podemos decir que el espesor critico se encuentra en un rango de 60 ML a 176 ML o de 173 Å a 500 Å. Lo cual no esta relacionado con lo observado en la literatura para diferentes autores, el dato más cercano es el que da Matthews ^[25,26], el cual indica un espesor critico en 130 Å.

Los resultados anteriores nos muestran el potencial de la espectroscopia de RD para la caracterización del estado de relajación de películas heteroepitaxiales.

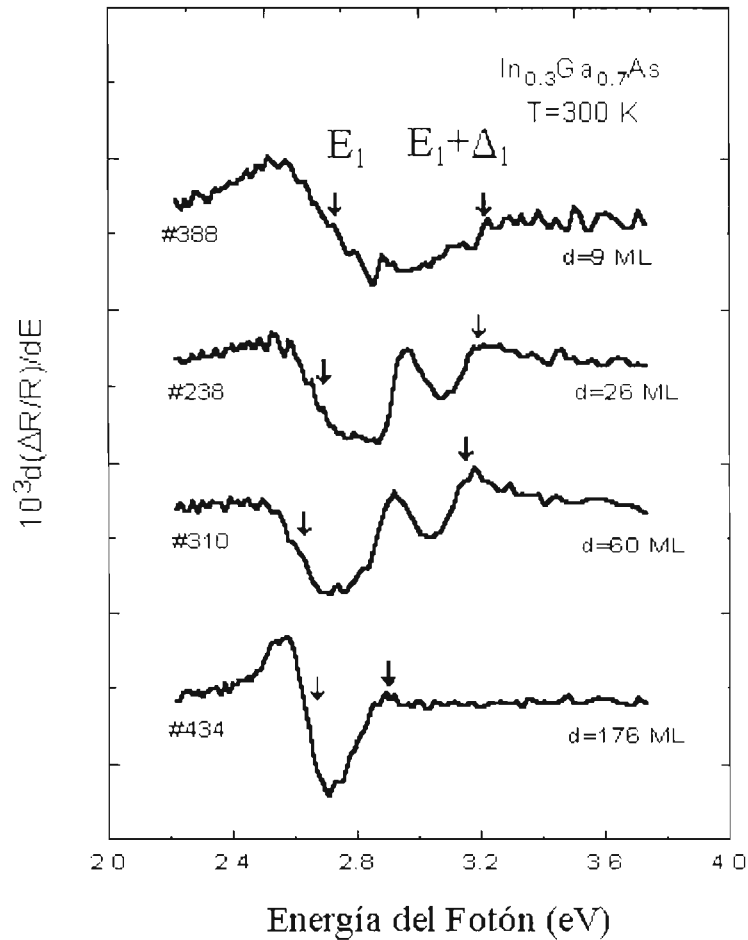


Figura 4.2. Derivadas de los espectros de RD de la Fig. 4.1 con respecto a la energía. Con los espectros derivados puede ser mejor apreciada la disminución de la tensión al aumentar el espesor de la película.

En la Fig. 4.3 se muestran los espectros Raman de las muestras #388, #238, #310 y #434. En las muestras #388, #238 y #310 aparecen dos picos, los cuales se han asociado al fonón TO del $GaAs$ (267cm^{-1}) y al fonón LO del $GaAs$ (291cm^{-1})^[20]. Se observa que el pico referente al fonón LO de $GaAs$ esta mejor definido para las muestras #388, #238 y #310, que para la muestra #434. En la muestra #434 también se tienen dos picos, uno asociado a la aleación $In_{0.5}Ga_{0.5}As$ (277cm^{-1})^[20], y el otro fonón LO del $GaAs$. Dado que el fonón LO del $In_{0.5}Ga_{0.5}As$ está en 277cm^{-1} no es posible observar a detalle el fonón TO del $GaAs$. Es conocido que para películas tensadas, existe un corrimiento Raman hacia altas energías^[22,23]. Puesto que no aparece el fonón del $In_{0.5}Ga_{0.5}As$ en las muestras #388, #238 y #310, es probable que este traslapado con el LO del $GaAs$. Con esta hipótesis hicimos el siguiente calculo del corrimiento del fonón LO para el $In_{0.5}Ga_{0.5}As$.

Utilizamos la ecuación (2) del capítulo 3, la cual atribuye un corrimiento del fonón en la película debido solamente al crecimiento pseudomórfico^[22]

$$\Delta\omega = -2\omega_0 \varepsilon \left\{ \frac{\alpha_s}{3} \left(1 + \frac{2C_{12}}{C_{11}} \right) + \gamma \left(1 - \frac{C_{12}}{C_{11}} \right) \right\}.$$

en donde ω_0 es la frecuencia de vibración de la red sin la perturbación debida a la compresión tetragonal, ε es la constante de deformación, α_s es el parámetro de deformación fonónico, γ es el parámetro de Gruneisen y C_{12} , C_{11} son las constantes elásticas^[22]. Se hizo un ajuste lineal para determinar cada uno de estos valores para el $In_{0.5}Ga_{0.5}As$ tomando los valores del $InAs$ y el $GaAs$. Los valores obtenidos son los siguientes. $\omega_0 = 5.21 \times 10^{13} \text{s}^{-1}$, $\varepsilon = -0.026$, $\alpha_s = 0.32$, $\gamma = 1.12$, $C_{12} = 5 \times 10^{11} \text{din cm}^{-2}$ y $C_{11} = 10.77 \times 10^{11} \text{din cm}^{-2}$. El corrimiento del fonón para una película de $In_{0.5}Ga_{0.5}As$ tensada es de 11.57cm^{-1} hacia altas energías. Considerando que la muestra #434 esta prácticamente relajada, podemos tomar este fonón como base, el cual esta en 277cm^{-1} (ver Fig. 4.3). Así que el fonón del $In_{0.5}Ga_{0.5}As$ bajo un esfuerzo compresivo debido al crecimiento pseudomórfico esta aproximadamente en 289cm^{-1} . Lo cual esta muy cerca del fonón LO del $GaAs$ (291cm^{-1}), y por lo tanto estos dos fonones se están traslapando. Es por esto también que el pico en 291cm^{-1} esta mas definido en las muestras #388, #238 y #310, debido al traslape de ambos

fonones. De esta manera podemos ver que Raman puede ser usado conjuntamente con RD para observar relajaciones en películas tensadas, siempre y cuando puedan ser observados los picos sin estar traslapados. También es claro que no pudimos encontrar una correlación entre Raman y RD en todas las etapas para cada espesor. Dado que con las muestras más delgadas #388, #238 y #310, el pico de la aleación estaba traslapado. Es hasta la muestra #434 (176ML), cuando ambas técnicas muestran relajación. En Raman podemos apreciar el fonón de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ en 277 cm^{-1} , y en RD vemos como la diferencia ΔE es prácticamente Δ_1 , indicando esto una película relajada.

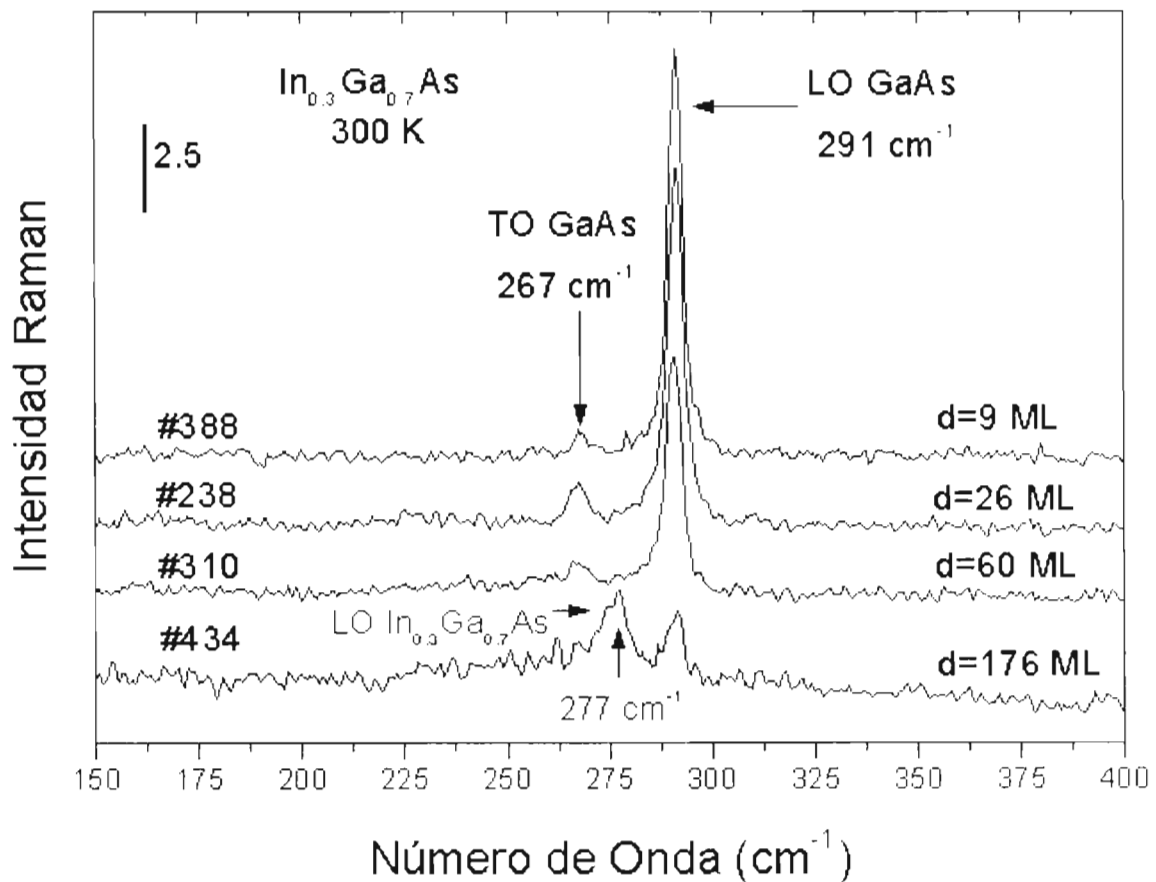


Figura 4.3. Espectros Raman de cuatro muestras con diferentes espesores de la película epitaxial. El fonón del $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ está en 289 cm^{-1} . En consecuencia en las muestras #388, #238 y #310 está traslapado con el fonón LO del GaAs (291 cm^{-1}). Al relajarse la película al sobrepasar el espesor crítico, el fonón del $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ se corre a bajas energías hasta 277 cm^{-1} por lo que es posible diferenciarlo del fonón LO de GaAs (muestra #434).

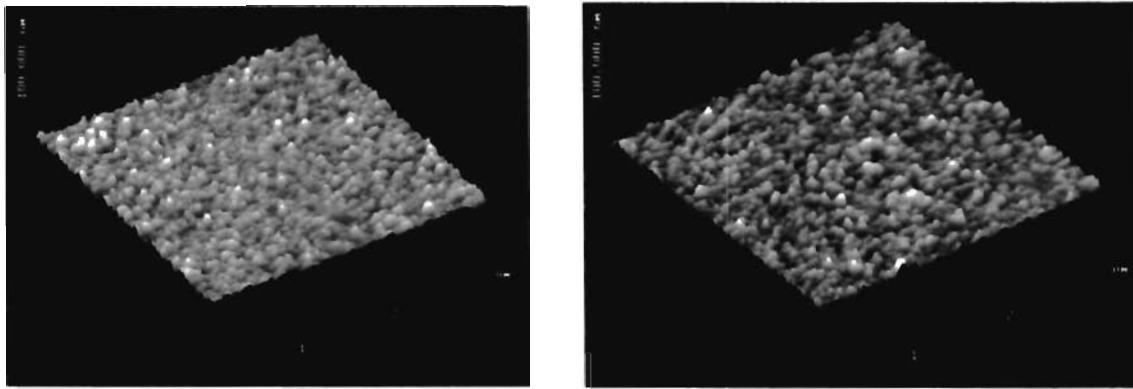
4.2 Resultados experimentales de RD y AFM para muestras recocidas

Se hicieron varios experimentos preliminares en los que se observó un incremento en la intensidad de RD al recocer la muestra en un rango de temperatura de 350-425 °C, concurrentemente con un incremento en la rugosidad superficial medida por AFM. Con el objeto de confirmar estas observaciones preliminares se llevaron a cabo experimentos detallados en los que se recocieron muestras de *InGaAs GaAs* en el rango de temperaturas 250-425°C. Después de cada recocido se midió el espectro de RD y la topografía superficial por AFM.

En la Tabla 4.1 se resumen los resultados de RD y AFM realizados con una película de *In_{0.3}Ga_{0.7}As* (#434) con un espesor de 176 ML (509 Å) crecida por MBE sobre un sustrato de *GaAs (001)*. En dicha Tabla 4.1 se consignan los valores rms de rugosidad superficial después de cada recocido, medidos sobre áreas de 10x10 μm², 3x3 μm² y 1x1 μm². De la Tabla 4.1 podemos ver que la rugosidad cambia significativamente después del primer recocido a 250 °C, manteniéndose aproximadamente constante con los recocidos posteriores. Se observó el mismo comportamiento con experimentos anteriores, permitiéndonos concluir que el cambio importante en rugosidad ocurre durante un primer recocido. El cambio en la topografía superficial está ilustrado en la Fig. 4.4 mediante imágenes de AFM y en la Fig. 4.5 tenemos la relación de rugosidad con la temperatura de recocido.

Tabla 4.1 Resumen de resultados experimentales con la muestra #434

Recocido #	Temperatura (°C)	Tiempo (min.)	Amplitud RD x10 ⁻⁴	rms (nm) a 100 μm ²	rms (nm) a 9 μm ²	rms (nm) a 1 μm ²
0	-----	-----	7.46	1.30	1.12	1.00
1	250	10	7.29	1.59	1.76	1.89
2	300	10	7.63	1.58	1.87	1.78
3	350	10	7.70	1.57	1.96	1.75
4	375	10	7.85	1.56	1.85	1.83
5	400	10	8.84	1.53	1.87	1.82
6	400	10	9.03	1.29	1.65	1.70
7	425	10	9.18	1.59	1.69	1.27



a)

b)

Figura 4.4. Imágenes de la topografía de la muestra 434 tomadas por AFM: a) antes y b) después del primer recocido (área de barrido, $3 \times 3 \mu\text{m}^2$).

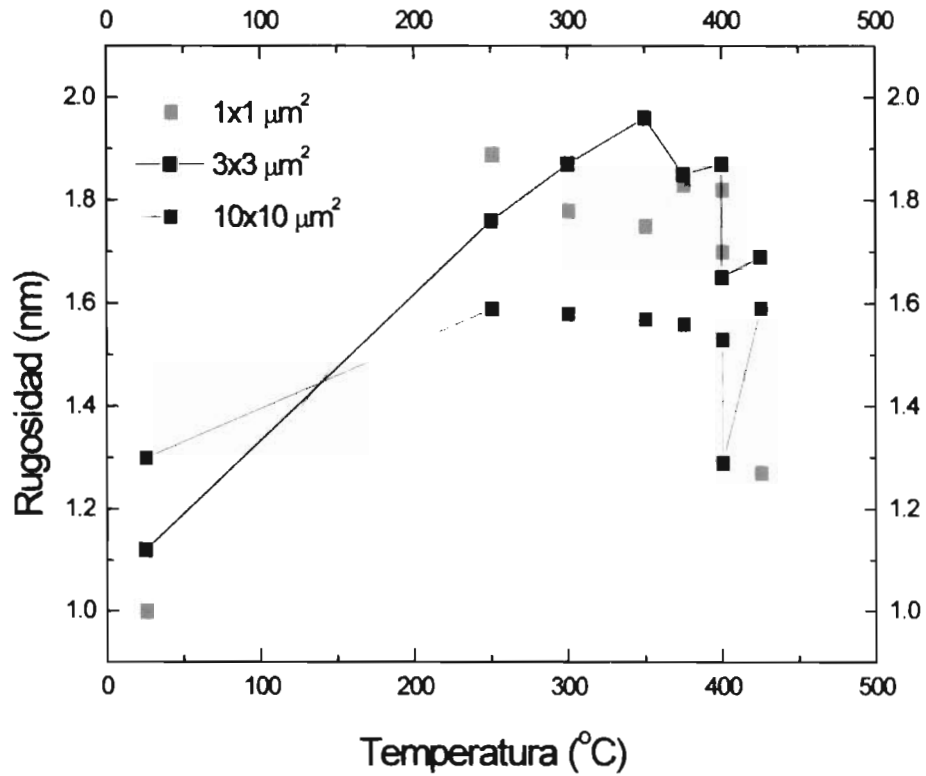


Figura 4.5. Evolución de la rugosidad con la temperatura de recocido. Se muestra que el cambio importante en general ocurre en el primer recocido.

Se hace notar por otro lado que para barridos grandes ($20 \times 20 \mu\text{m}^2$) las imágenes de AFM presentan grandes cúmulos de material que van creciendo con cada recocido. Consideramos, sin embargo, que dado que estos cúmulos ocupan una fracción del área superficial muy pequeña no contribuyen de manera significativa a la amplitud de RD y no son por lo tanto significativos en nuestro estudio. En la Fig. 4.6 tenemos una relación del estudio hecho a la topografía, donde tenemos como evoluciona el número de granos, el diámetro promedio y la altura promedio de estos granos con la temperatura del recocido. De esta figura (4.6), vemos como de la muestra sin recocer a la recocida hay un aumento en el número de granos y en la altura de estos, mientras que el diámetro se mantiene prácticamente igual. Cuando continuamos con la secuencia de recocido, ocurren procesos complejos con cada uno de estos parámetros, los cuales necesitan un estudio mayor. Es importante mencionar lo que ocurre de $350-375^\circ\text{C}$ y de $375-400^\circ\text{C}$. De $350-375^\circ\text{C}$, vemos que hay una disminución en el número de granos y en la altura de estos; sin embargo el diámetro tiende a aumentar. De $375-400^\circ\text{C}$, hay un aumento en la cantidad de granos pero una disminución en sus alturas y en su diámetro. Lo cual nos puede sugerir una desorción de óxido dado que las alturas disminuyen, como lo veremos más adelante ya que en este rango de temperatura existe el cambio en amplitud de RD. En promedio, en la Fig. 4.6 vemos que el número de granos y la altura tienden a aumentar, en cambio el diámetro de los granos tiende a disminuir. Una probable razón es que con el aumento en la energía debido al recocido, existe movimiento de átomos, y algunos de ellos tienden a subir a la superficie generando un aumento en la altura. Este mismo movimiento de átomos ocasiona que los granos se fraccionen generando granos más pequeños. Este es uno de los puntos que necesitan más estudio y se deja como trabajo a futuro.

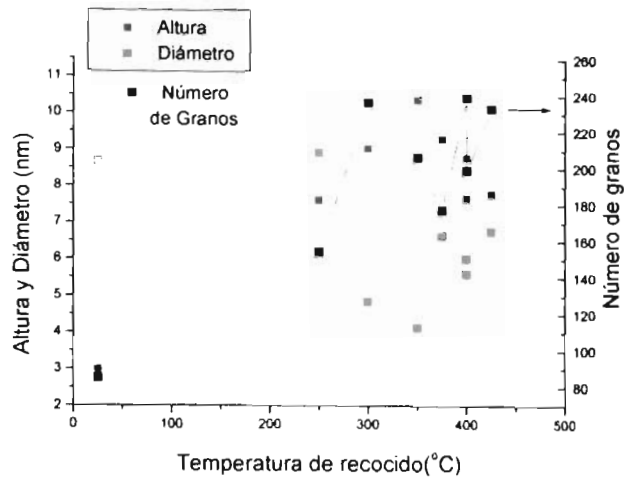


Figura 4.6. Número de granos, altura y diámetro promedio de los granos en función de la temperatura del recocido de la muestra 434.

En la Fig. 4.7 se muestra la evolución de la amplitud del espectro de RD de la muestra #434 alrededor de las transiciones E_1 y $E_1 + \Delta_1$ durante el proceso de recocido. La evolución del espectro de RD puede ser mejor apreciada en la Fig.4.8, en donde se ha graficado la amplitud RD – definida como la diferencia en altura entre el máximo espectral en 2.63 eV y el correspondiente mínimo en 2.87 eV – en función de la temperatura de recocido. De la Fig. 4.8 es posible observar que la amplitud RD experimenta un crecimiento a una temperatura de recocido de 400 °C. Este comportamiento fue también observado con otras muestras, aunque de una manera menos clara, posiblemente debido a condiciones de recocido no reproducibles.

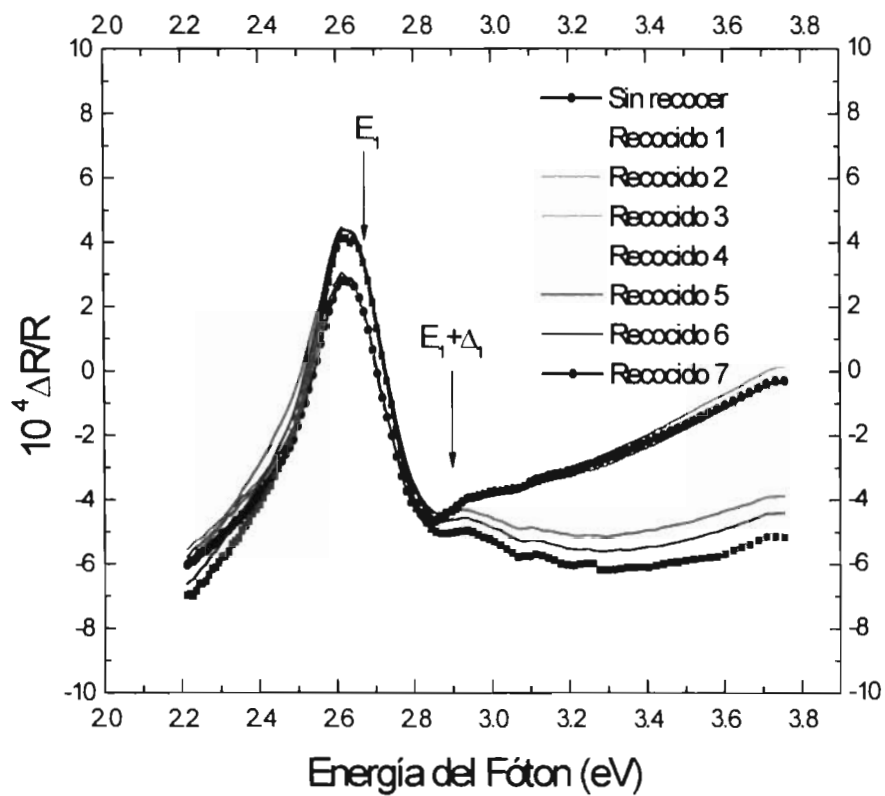


Figura 4.7. Evolución de la amplitud de los espectros de RD correspondientes a la muestra #434.

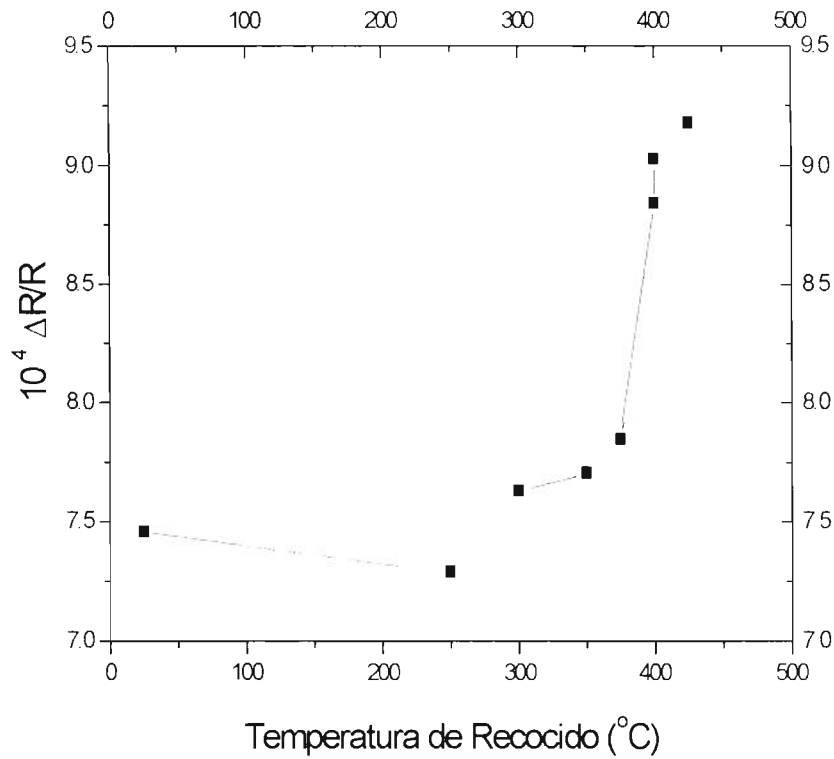


Figura 4.8. Amplitud del espectro de RD en función de la temperatura de recocido correspondiente a la muestra #434. Se puede observar un incremento en esta amplitud a una temperatura de recocido de 400 °C.

Es claro que esta serie de experimentos demuestran que para el rango de temperaturas de 350-425 °C hay un incremento real en la intensidad de RD el cual hemos asociado a la desorción del óxido superficial de la película. En principio se pensó que el aumento en la intensidad de RD se debía a que el *In* se estaba difundiendo hacia la superficie, lo cual mostramos que no es así debido a que el *GaAs* tiene estos mismos cambios. Se hizo una comparación con muestras recocidas de *GaAs* con el fin de mostrar esto. Esta comparación la vemos en la Fig. 4.9.

En la Fig. 4.9 el espectro (a) resulta de tomar la diferencia de los espectros de RD de la Fig. 4.7, correspondientes a los tratamientos térmicos a 375 °C y 400 °C. El cambio en la forma de línea del espectro de RD es debido a la desorción del óxido superficial. Esta

conclusión se alcanza cuando comparamos la diferencia en espectros (espectro (b) en la Fig. 4.9) de un cristal de *GaAs* sujeto antes y después de desorber el óxido superficial mediante un tratamiento térmico similar al que se dio a la capa de *InGaAs*. Como puede verse, los espectros 4.9a y 4.9b son muy similares, mostrando un desplazamiento en energía que es consecuente con el cambio en la energía de la transición E_1 , marcada con flechas verticales.

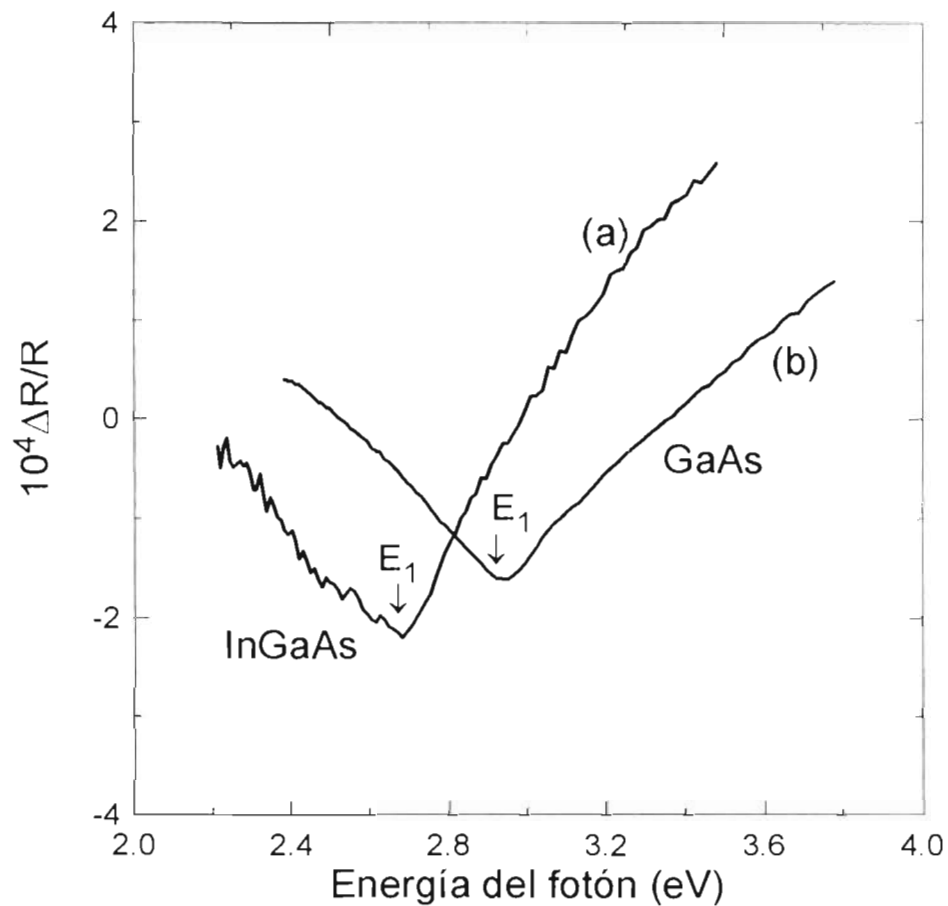


Figura 4.9. Diferencia de intensidades de espectros de Reflectancia Diferencial (a) *InGaAs* espectro de una película tratada térmicamente a 375 °C menos espectro de la misma película tratada a 400 °C. (b) *GaAs*: espectro de un cristal sin recocer menos el recocido en H_2 a 600 °C

Capítulo 5

Conclusiones

En este trabajo de tesis se realizaron estudios ópticos y estructurales para diferentes muestras de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ GaAs(001) a distintos espesores de película. Las muestras fueron crecidas por la técnica de epitaxia por haces moleculares y caracterizadas *ex-situ* utilizando la espectroscopia de reflectancia diferencial (RD), la espectroscopia Raman y la microscopia de fuerza atómica. Específicamente, nuestro interés tuvo dos direcciones: 1) caracterizar la evolución de las películas en función del espesor y 2) estudiar el efecto que tiene recocer las muestras en atmósfera de hidrógeno en sus propiedades ópticas y estructurales.

Para el caso 1) se encontró que la tensión dentro de las películas evoluciona en función del espesor de éstas, pasando por estados intermedios de estrés, desde tensión tetragonal a la casi completa relajación, deformación romboedral. Esto último se probó con la RD durante todo el proceso. Por otro lado, en forma paralela, se encontró que el fonón de la aleación $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ está traslapado con el fonón LO del GaAs para las muestras delgadas, y fue solamente para la muestra más gruesa en la cual el pico Raman asociado a la película, aparecía justo en la posición de relajación. Por estas observaciones, no encontramos una relación de RD y Raman en todas las etapas, por lo que se establece que la RD es mucho más sensible que la espectroscopia Raman para la realización de este tipo de estudios en películas delgadas.

Para el caso 2) se caracterizaron por RD, AFM y Raman, muestras de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ GaAs sometidas a un recocido que consistió en tratamientos térmicos a diferentes temperaturas en el rango de $250^{\circ}C < T < 500^{\circ}C$, en atmósfera de hidrógeno. Se encontró que el espectro de RD para películas de $In_{0.3}Ga_{0.7}As$ tiende a crecer en amplitud, al someterlas a un tratamiento térmico (recocido) a temperaturas en el rango de 350 a 425 °C). Concluimos que el aumento en la intensidad de RD está asociado a la desorción de óxido y no a la difusión de *In* como se había pensado inicialmente. Además,

no se observó una correlación entre el aumento en la intensidad RD y la rugosidad. Solamente se observó un aumento en la rugosidad al recocer las muestras por primera vez, no obstante, al continuar la secuencia de recocidos no hubo cambios significativos.

Por todo lo anterior, se propone a la técnica de RD como una herramienta poderosa y complementaria para la caracterización de procesos *ex-situ* durante la fabricación de dispositivos optoelectrónicos basados en este tipo de sistemas ternarios, en forma de películas delgadas y sometidas a diferentes tratamientos térmicos.

Para trabajo a futuro se proponen las siguientes líneas:

- Mediciones similares a los reportados en esta tesis para recocidos en diferentes atmósferas, tales como oxígeno y nitrógeno.
- Efectos de calentamiento a altas temperaturas ($700\text{ }^{\circ}\text{C}$) durante tiempos muy cortos.
- Encontrar las condiciones óptimas para poder observar efectos importantes relacionados con segregación de *In* a la superficie y la posterior evaporación de este y el arsénico, para poder realizar un estudio detallado sobre el proceso de difusión de ambos.
- Un estudio paralelo para poder correlacionar con RD, AFM, los efectos en donde la contribución de las dislocaciones domine.

Bibliografía.

- [1] Peter Y. Yu, Manuel Cardona, Fundamentals of semiconductor, Springer, 1996
- [2] Donald A. Neamen, Semiconductor Physics and Devices, Second Edition. Irwin McGraw-Hill, 8, 1997
- [3] Charles Kittel, Introduction to Solid State Physics. Seventh Edition, Wiley, 1996
- [4] www.mitsubishichips.com, www.hamamatsu.es, www.sc.ic.ac.uk
- [5] John Wilson, John Hawkes, Optoelectronics, Third edition, Prentice Hall Europe, 7 1998.
- [6] Nadia Saucedo Zeni, Estudio de la Síntesis de Puntos Cuánticos Autoensamblados de InAs sobre Submonocapas de Si Crecidas por MBE sobre substratos de GaAs (100). Tesis de Maestría UASLP, México 2001
- [7] M.U. González, Y. González, L. González, Appl. Surf Sci. 188, 128 (2002)
- [8] M.U. González, Y. González, L. González, Appl. Phys. Lett, 81, 22, 4162, 2002
- [9] M.U. González, Y. González, L. González, M. Calleja, J.A. Sánchez-Gil, J Appl Phys 89, 5, 2665 (2001).
- [10] www.tdx.cbuc.es
- [11] Medel Ruiz C.I., Espectroscopia de Reflectancia Diferencial *in situ* de películas de GaAs e InGaAs crecidas sobre GaAs por epitaxia por haces moleculares, Tesis Doctoral, UASLP, México 2004.
- [12] L.F. Lastras Martínez, M. Chavira Rodríguez, A. Lastras Martínez and R.E. Balderas Navarro, Phys. Rev. B, 66, 075315, 2002.
- [13] Luis Zamora Peredo, Crecimiento y Caracterización de Heteroestructuras AlGaAs/GaAs para Dispositivos de Efecto Hall Cuántico, Tesis de Maestría UASLP, México 2001
- [14] A. Lastras-Martínez, R.E. Balderas-Navarro, C.I. Medel-Ruiz, J.M. Flores-Camacho, A. Gaona-Couto and L.F. Lastras-Martínez, Phys. Stat. Sol. (2003)
- [15] L.F. Lastras-Martínez, A. Lastras-Martínez and R.E. Balderas-Navarro, Rev. Sci. Instrum. 64(8), 2147, 1993
- [16] Digital Instruments, Scanning Probe Microscopy Training Notebook, Veeco, 2000
- [17] Hanna, Mecánica Cuántica para Químicos, Fondo Educativo Interamericano, 1985
- [18] Leidler, Meiser, Fisicoquímica, CECSA, 2003
- [19] Ferrero, Nakamoto, Introductory Raman Spectroscopy, Academic Press, 1994
- [20] O. Madelung, M. Shulz, H. Weiss, Landolt-Bornstein, Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology, New series, Group III Crystal and Solid State Physics, Vol. 17 Semiconductors, -Springer-Verlag-Berlin-Heidekberg, New York, 1982
- [21] Sandra L. Gallardo Cruz, Propiedades ópticas de estructuras GaAs/In_xGa_{1-x}As/GaAs, Tesis de Maestría, UASLP, México, 1999
- [22] Marlon Rojas López, Aplicación de la espectroscopia Raman al estudio estructural de los semiconductores, Tesis Doctoral, UASLP, México, 2000.
- [23] Thomas P. Pearsall, Strained-Layer Superlattice: Physics, Semiconductors and semimetals, Vol. 32, Academic press, 1990.
- [24] L.C. Andreabi, D. De Nova, S. Di Lernia, M. Geddo, G. Guizzetti, and M. Patrini, J Appl Phys. 78, 6745, 1995
- [25] Ákos Nemesics, Thin Solid Films 367, 302-305, 2000.
- [26] J. W. Matthews. Epitaxial Growth, Part B, Academic Press, New York, 1975