

# Determinación de espesores de capas nanométricas en heteroestructuras de GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As mediante SEM

T. PRUTSKIJ

*Centro de Investigación en Dispositivos Semiconductores, IC-BUAP  
Apartado postal 1651, 72000 Puebla, Pue., México*

R. SILVA

*Instituto de Física "Luis Rivera Terrazas", BUAP  
Apartado postal J-48, 72570 Puebla, Pue., México*

F. CHÁVEZ Y F. SILVA-ANDRADE\*

*Centro de Investigación en Dispositivos Semiconductores, IC-BUAP  
Apartado postal 1651, 72000 Puebla, Pue., México*

Recibido el 9 de marzo de 1994; aceptado el 15 de enero de 1995

**RESUMEN.** Se reportan los resultados de la observación directa mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) de los espesores de capas nanométricas en heteroestructuras multicapas de GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As. Las heteroestructuras crecidas sobre sustratos de GaAs, usando el método de epitaxia en fase líquida, contienen capas epitaxiales con diferentes contenidos de Al y distintos espesores. Ya que éstos están por debajo de la resolución de un microscopio óptico, se prepararon dichas heteroestructuras para su observación por SEM. El método consiste en la preparación de un canto recién clivado atacado selectivamente y la observación de un segundo canto clivado posteriormente en la dirección transversal al primero. Mediante este procedimiento se lograron medir capas del orden de 50 nm.

**ABSTRACT.** Nanometric layers on GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As heterostructures, was observed using scanning electron microscopy (SEM). Multi-layer heterostructures of GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As deposited on GaAs substrate were grown by liquid phase epitaxy with different Al contents, and thicknesses of each layer. Since the measurement of the thickness layers is not possible by optical microscopy, the samples have to be specially prepared to be analyzed by SEM. The method consists in observing a selectively etched fresh cleaved facet. After etching a new cleaved surface is made on the perpendicular direction of the first one. The layer thickness is then obtained by measuring the step relief on this new surface produced by the etching solution and the cleavage. As a result thicknesses as thin as 50 nm have been measured.

PACS: 68.65; 61.16.B

---

\*Becario del CONACyT y estudiante del programa de Doctorado del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN.

## 1. INTRODUCCIÓN

El campo de aplicaciones de las heteroestructuras de GaAs-Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As en la optoelectrónica moderna es muy amplio. Con base en éstas se hacen fotodiodos, diodos emisores de luz, celdas solares y láseres semiconductores, entre otros dispositivos [1,2]. La mayoría de los parámetros de estos dispositivos dependen directamente de los espesores de las capas en las heteroestructuras obtenidas. De este hecho resulta que la medición del espesor y su consecuente control sea extremadamente importante. En la actualidad existe una tendencia en disminuir los espesores de las capas que constituyen la heteroestructura, en particular el de la capa activa, con el objeto de mejorar el funcionamiento de dispositivos emisores de luz, tales como láseres y LED's. Esta disminución lleva, en primer lugar, a la obtención de bajas corrientes de umbral, que es una de las características más importantes del dispositivo, la cual garantiza entre otras cosas un mayor tiempo de servicio [3]. Además, en los láseres, bajas corrientes de umbral permiten disminuir las exigencias sobre los problemas de soldadura y montaje. Por otro lado, cuando los espesores de las capas activas de los dispositivos son comparables con la longitud de onda del electrón en el cristal (50 nm para el GaAs) pueden presentarse efectos cuánticos [4]. Nuestro interés en las heteroestructuras obtenidas es el estudio de estos efectos.

Para la medición de los espesores en las estructuras con multicapas se emplean muchos métodos, tanto directos [5,6] como indirectos [7,8]. Los métodos directos, que casi siempre son destructivos, en muchos casos tienen como base el uso de microscopía electrónica tanto de transmisión (TEM) como de barrido (SEM).

Aquí presentamos un método de observación directa de capas nanométricas de heteroestructuras mediante microscopía electrónica de barrido. Este método se basa en una preparación adecuada de la muestra, para crear en ella un perfil geométrico que facilite la observación mediante SEM.

## 2. OBTENCIÓN Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Las heteroestructuras con capas múltiples a base de Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As-GaAs fueron obtenidas por epitaxia en fase líquida a bajas temperaturas [9] en el Centro de Investigación en Dispositivos Semiconductores de la BUAP. Las estructuras obtenidas fueron hechas con el fin de estudiar fotoluminiscencia en pozos cuánticos. Es por esto que la determinación precisa de los espesores de las capas activas es de gran importancia para nosotros.

Todas las estructuras estudiadas fueron crecidas sobre sustratos de GaAs tipo *n* con concentración de portadores de  $10^{17}$  cm<sup>-3</sup>; orientados en el plano (100). Una estructura típica para el estudio de fotoluminiscencia consiste de 3 capas monocristalinas. Primero se crece una capa de Al<sub>0.7</sub>Ga<sub>0.3</sub>As con un espesor de aproximadamente 1 μm. La segunda capa fue la capa activa de Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>As con un espesor menor que 0.1 μm. La medición precisa de este espesor es el objetivo principal de este trabajo. La tercera y última capa fue Al<sub>0.7</sub>Ga<sub>0.3</sub>As con un espesor entre 0.6 y 0.1 μm. Ninguna de estas capas fue especialmente impurificada. También fueron observadas estructuras más complejas de 6 capas epitaxiales, que forman láseres semiconductores, obtenidas con el mismo método de crecimiento; los detalles de su obtención se reportan en la Ref. [10]. El método de medición de los



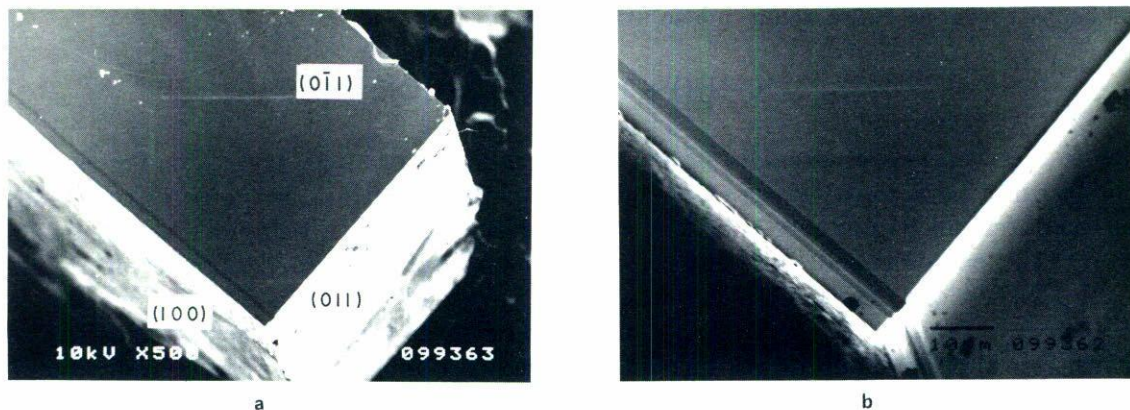


FIGURA 1. Estructura laser PR-265 clivada y atacada: a) Vista general del perfil creado por el ataque, b) Acercamiento a la región de las capas epitaxiales.

espesores que estamos presentando aquí, fue aplicado para determinar los espesores de esta estructura (véase Fig. 1).

### 3. METODOLOGÍA

La observación directa mediante SEM de un canto de la estructura recién clivado, que para nuestro sustrato, orientado en el plano cristalino (100), va a corresponder al plano (011) de la estructura, es un método directo y relativamente rápido. Si esta observación se lleva a cabo en el régimen de los electrones secundarios, es posible distinguir y determinar los espesores de las capas anchas de  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ , puesto que se observa el contraste debido a las distintas eficiencias de emisión en las distintas capas. Por ejemplo, podemos ver este efecto en la Fig. 1. Lamentablemente las capas finas, con espesores menores que  $\sim 0.2 \mu\text{m}$ , ya no se distinguen en este régimen. Si ahora se forma un perfil geométrico con estas dimensiones ( $0.2 \mu\text{m}$ ), o incluso menores, éste será perfectamente detectable. El perfil creado en el canto de la estructura puede aumentar la resolución de la medición de los espesores. A fin de conseguir una detección aún mejor se realiza un segundo clivaje en la dirección perpendicular al primero, es decir, en el plano cristalino (01 $\bar{1}$ ).

Por otro lado, nuestras heteroestructuras están formadas de distintos materiales y es por lo tanto posible encontrar un atacante químico selectivo adecuado. Esto significa que en nuestro caso la velocidad de ataque de la solución debe ser función del contenido de Al, y puesto que las diferentes capas contienen cantidades diferentes de Al, entonces se producirá un perfil geométrico cuando el canto de la heteroestructura se exponga al atacante. Además, el atacante apropiado debe ser lo bastante selectivo a fin de evitar errores en la determinación de los espesores. La selectividad del atacante se puede juzgar por lo abrupto del perfil formado, es decir, los ángulos deben acercarse a ángulos rectos. De este modo el método que aquí se presenta para el estudio en SEM de las estructuras antes mencionadas consiste en un ataque selectivo del canto transversal al plano de crecimiento



de las estructuras. La solución que se utilizó fue



donde  $z$  se varió en el intervalo de 1 a 8, buscando la adecuada selectividad y rapidez del atacante para conseguir de este modo una mejor resolución. Los mejores resultados fueron obtenidos para el caso cuando  $z = 4$ . Asimismo se varió el tiempo de ataque de 5 a 20 seg. El tiempo óptimo, o sea el tiempo que mejor resolución dió, resultó ser de 15 seg.

La solución que empleamos tiene una mayor velocidad de acción mientras menor sea el contenido de Al en la capa, de este modo las capas de GaAs se atacan, mientras que otras, con alto contenido de Al, quedan prácticamente intactas. Si el tiempo de ataque es mayor que el óptimo, las capas que contienen Al pueden verse reducidas por el ataque y como consecuencia se introducirá un error sistemático en la medición de los espesores. Por otro lado, si el tiempo de ataque es menor que el óptimo, la devastación de las capas de GaAs en la heteroestructura no será suficiente para formar un perfil adecuado.

Después de formar el perfil geométrico en un canto, la estructura se cliva nuevamente en la dirección perpendicular al canto atacado. La calidad de este segundo clivado es muy importante para la observación de las capas y sólo es posible determinarla mediante la observación en SEM. A fin de conseguir una buena calidad de este clivado, el sustrato de la estructura se redujo de los  $450 \mu\text{m}$ , que originalmente tenía a un espesor entre 100 y  $200 \mu\text{m}$  por medio de pulimento mecánico. Este nuevo canto con el relieve creado por el ataque selectivo se observó en un microscopio electrónico de barrido, modelo JSM 5400 LV, del Instituto de Física de la BUAP y se determinaron los espesores de las capas epitaxiales. En la Fig. 1 podemos ver un ejemplo en el cual se efectuaron exitosamente ambos cortes.

#### 4. RESULTADOS

En la Fig. 1a se muestra un claro ejemplo de los cortes efectuados para la observación de las capas en la heteroestructura PR-265. La superficie sombreada es el plano cristalino  $(0\bar{1}1)$ , resultado del segundo corte. Las superficies claras representan, a la izquierda, una metalización de oro en la superficie de la estructura, el plano  $(100)$ ; y, a la derecha, el resultado de efectuar el primer corte en la dirección transversal al plano de crecimiento, o sea plano cristalino  $(011)$ , el cual fue atacado. En la parte inferior de la superficie sombreada, cerca de la superficie metalizada, se observa claramente una franja oscura que corresponde a las capas epitaxiales de  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  con distinto contenido de Al. Un acercamiento de esta región nos permite ver el caso de 4 capas epitaxiales (Fig. 1b).

Como se buscaba que la solución atacante tuviera un efecto en las capas finas y las definiera mejor, se hicieron pruebas combinando la acción del ataque selectivo con el ultrasonido. Como era de esperarse la resolución en este caso se mejora, gracias a que los perfiles creados son más profundos. Desafortunadamente, este método tiene dos desventajas. La primera consiste en que el ataque afecta fuertemente las capas que contienen Al; este efecto indeseable lo determinamos al comparar las mediciones hechas en la misma estructura preparada sin y con ultrasonido, encontrándose un error sistemático en estas

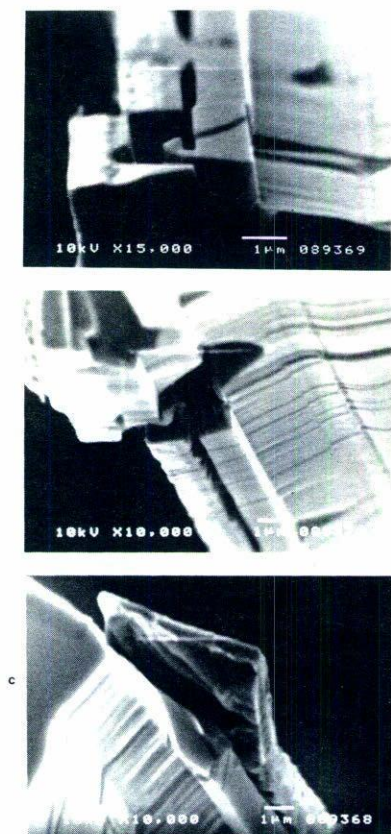


FIGURA 2. (a, b y c) Resultado de un ataque selectivo con ultrasonido, mostrando las desventajas de su uso.

últimas. La segunda desventaja consiste en el empeoramiento drástico de la calidad del segundo clivado, el cual, como ya se destacó, es determinante para la clara observación de las estructuras. Este clivado se ve seriamente afectado en todas las muestras tratadas con ultrasonido. La causa más probable de esto es, en nuestra opinión, la formación de microgrietas en el volumen de la estructura, que no son visibles en la superficie de la misma. En las Figs. 2a, b y c mostramos varios ejemplos de los cortes defectuosos producto del previo tratamiento con ultrasonido. De esta forma los intentos de emplear ultrasonido para mejorar la resolución no dieron buenos resultados.

Por último, presentamos varias fotografías de las estructuras en las cuales se midieron los espesores de las capas, como ejemplos de la aplicación exitosa del método.

La estructura PR-390, presentada en la Fig. 3a está formada por 5 capas epitaxiales. Los contrastes de las capas que se observan en la foto corresponden a distintos contenidos de Al en ellas. En este caso el ataque selectivo nos permitió determinar los espesores de las capas 1 y 3 (emisores) que en este caso eran de 0.8 y 0.6  $\mu\text{m}$ , respectivamente, así como también el espesor de tres capas situadas entre ellas (región 2 de la Fig. 3a) que era de 0.15  $\mu\text{m}$ . Cabe destacar que en este caso el ataque no reveló la capa activa, cuya presencia fue determinada independientemente por fotoluminiscencia.



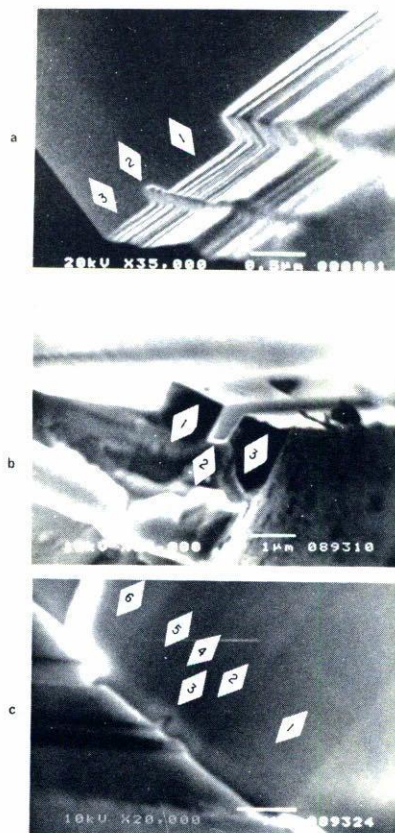


FIGURA 3. Heteroestructuras medidas: a) PR-390, b) PR-389 y c) PR-265 (ver texto).

Para la estructura PR-389 presentada en la Fig. 3b los dos emisores (capas 1 y 3) tienen espesores de  $1.3$  y  $1.0 \mu\text{m}$ . Las tres capas intermedias (región 2 de la Fig. 3b) tienen un espesor de  $0.5 \mu\text{m}$ . Como se puede observar en la foto, la capa activa en esta estructura está junto a la capa 1. En este caso, aunque el ataque dejó ver donde está situada la capa activa, no permitió, sin embargo, determinar su espesor.

La estructura PR-265 (Fig. 3c) presentada anteriormente en la Fig. 1, es una estructura típica de un láser semiconductor. En ella se pudieron medir los espesores de los emisores (capa 1 y 5) siendo éstos de  $1.8$  y  $1.0 \mu\text{m}$ , respectivamente, así como también las capas que forman la zona de confinamiento de los fotones (capas 2 y 4) de  $0.7$  y  $0.2 \mu\text{m}$  y una capa activa (capa 3) con un espesor de  $0.14 \mu\text{m}$ . Además, se pudo determinar que el espesor de la capa 6 (capa de contacto) es de  $3 \mu\text{m}$  (ver Fig. 1b). El ataque más fuerte se produjo en la zona activa, lo que permitió determinar con precisión su espesor.

En las Figs. 4a y b se presentan las estructuras especialmente crecidas para el estudio de fotoluminiscencia en las capas cuánticas. Estas estructuras consisten de dos capas de  $\text{Al}_{0.7}\text{Ga}_{0.3}\text{As}$  (capas 1 y 3), entre las cuales se encuentra una capa de  $\text{Al}_{0.1}\text{Ga}_{0.9}\text{As}$  (capa 2), cuyo espesor se varía de una estructura a otra. En la estructura representada en la Fig. 4a, que corresponde a la estructura PR-399, se observan claramente los dos emisores (capas 1 y 3) con los espesores de  $0.7$  y  $0.6 \mu\text{m}$ , respectivamente, y la capa activa

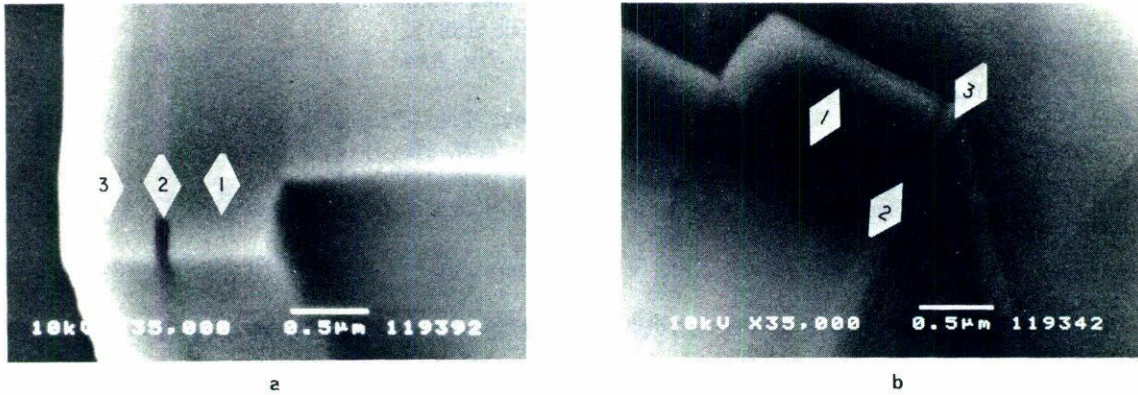


FIGURA 4. Heteroestructuras para estudios de fotoluminiscencia.

(capa 2) con el espesor de  $0.07 \mu\text{m}$ . La estructura PR-401 representada en la Fig. 4b tiene el primer emisor (capa 1) de  $1.4 \mu\text{m}$ , una capa activa (capa 2) de  $0.05 \mu\text{m}$  y un segundo emisor (capa 3) de  $0.15 \mu\text{m}$ . Aunque el enfoque en este caso no es muy bueno, la Fig. 4b nos permitió determinar el menor espesor que se logró observar; éste fue el de la capa activa de esta estructura ( $0.05 \mu\text{m}$ ).

## 5. CONCLUSIONES

Se desarrolló un procedimiento que permitió determinar con buena precisión los espesores en las heteroestructuras  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As-GaAs}$  con ayuda de la microscopía electrónica de barrido. La preparación de la muestra fue: Un clivado y un ataque selectivo a un canto de la muestra con el fin de formar un perfil geométrico de la heteroestructura a observar, y un clivado en la dirección perpendicular al primer clivado para que de este modo el perfil quede lo mejor definido en la esquina que forman los dos cortes practicados. Se observaron varias heteroestructuras hallándose los espesores de las distintas capas epitaxiales que las forman.

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue apoyado parcialmente por CONACyT.

## REFERENCIAS

1. Alan Chappell, *Optoelectronics: Theory and Practice*, McGraw-Hill, Book Company, New York (1978).
2. William J. Mooney, *Optoelectronic Devices and Principles*, Prentice-Hall, Inc. New Jersey (1991) p. 321.
3. H.C. Casey, and Jr. M.B. Panish, *Heterostructures Laser*, Academic Press, Inc; San Diego California (1978) p. 165.

4. Yoshihisa Yamamoto, *Coherence, Amplification and Quantum Effects in Semiconductor Lasers*, A. Wiley-Interscience Publication, New York (1991).
5. V.A. Solov'ov, S.A. Solov'ov, and V.E. Umansky, *Izv. Akad. Nauk. SSSR, Ser.Fiz.* **54** (1990) 232 (en ruso).
6. V.M. Andreev, V.R. Larionov, A.M. Mintairov, T.A. Prutskij, V.D. Rumyantsev, K.E. Smekalin, and V.P. Khvostikov, *Sov. Tech. Phys. Lett.* **16** (5) (1990) 325.
7. S.G. Konnikov, and K. Yu. Pogrebitsy, *Surf. Sci.* **228** (1990) 532.
8. C. Bocchi, C. Ferrari, P. Frazosi, M. Scaffardi, P. Diaz, J. G. Rodríguez, and T.A. Prutskij, *Journal of Crystal Growth* **113** (1991) 540.
9. P. Díaz, T.A. Prutskij, M. Sánchez, V.R. Larionov, and V.P. Khvostikov, *Crystal Research and Technology* **24** (1989) 921.
10. J. Martínez, F. Chávez y T.A. Prutskij, *Superficies y Vacío de México* (aceptado para su publicación).