

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

FACULTAD DE CC. FÍSICAS  
Departamento de Física de Materiales



**CARACTERIZACIÓN INSITU DE LA MORFOLOGÍA Y  
LOS PROCESOS DE RELAJACIÓN DURANTE EL  
CRECIMIENTO MEDIANTE EPITAXIA POR HACES  
MOLECULARES DE HETEROESTRUCTURAS DE  
SEMICONDUCTORES III-V**

**MEMORIA PRESENTADA PARA OPTAR AL GRADO DE  
DOCTOR POR María Ujué González Sagardoy**

Bajo la dirección de las Doctoras:  
Luisa González Sotos  
Yolanda González Díez

**Madrid, 2002**

**ISBN: 84-669-1739-X**



**CARACTERIZACIÓN *IN SITU***  
**DE LA MORFOLOGÍA Y LOS PROCESOS DE RELAJACIÓN**  
**DURANTE EL CRECIMIENTO MEDIANTE**  
**EPITAXIA POR HACES MOLECULARES**  
**DE HETEROESTRUCTURAS DE SEMICONDUCTORES III-V**

*Universidad Complutense de Madrid*  
*UnivFacultad de Ciencias Físicas Madrid*  
*Departamento de Física de Materiales*  
*Departamento de Física de Materiales*

Tesis doctoral presentada por

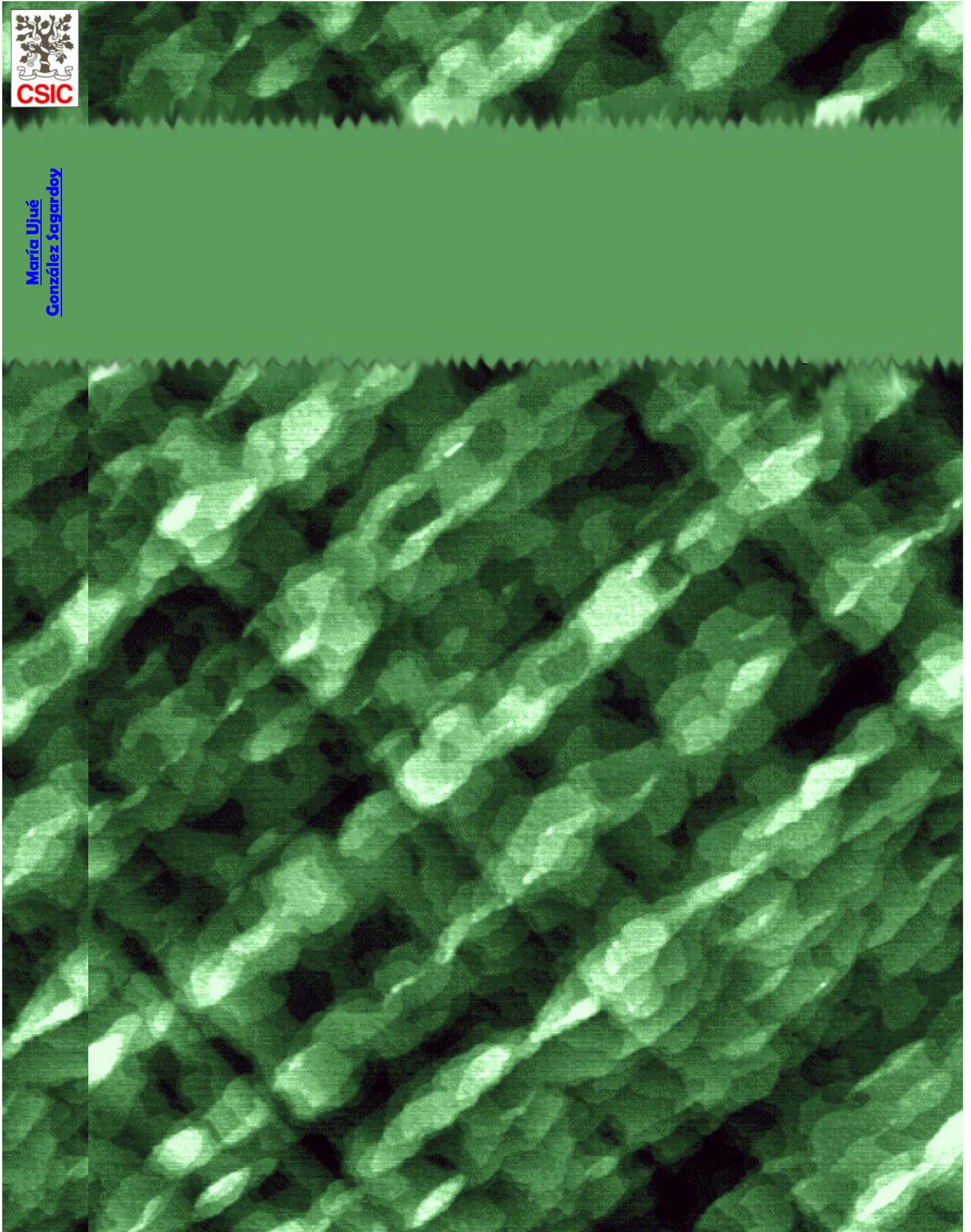
**María Ujué González Sagardoy**

y dirigida por las doctoras  
Luisa González Sotos y Yolanda González Díez

*Instituto de Microelectrónica de Madrid (CNM-CSIC)*  
*Tres Cantos, Julio 2002*



María Ujué  
González Sagardoy



*Universidad Complutense de Madrid  
Facultad de Ciencias Físicas  
Departamento de Física de Materiales*

**CARACTERIZACIÓN *IN SITU* DE LA MORFOLOGÍA Y  
LOS PROCESOS DE RELAJACIÓN DURANTE EL  
CRECIMIENTO MEDIANTE EPITAXIA POR HACES  
MOLECULARES DE HETEROESTRUCTURAS DE  
SEMICONDUCTORES III-V**

Memoria para optar al grado de  
Doctora en Ciencias Físicas  
presentada por

**María Ujué González Sagardoy**

y dirigida por las doctoras

**Luisa González Sotos y Yolanda González Díez**

*Instituto de Microelectrónica de Madrid  
Centro Nacional de Microelectrónica  
Consejo Superior de Investigaciones Científicas*

*Tres Cantos, Julio 2002*



Este trabajo ha sido financiado por la Consejería de Educación y Cultura de la Comunidad de Madrid a través de una beca predoctoral perteneciente al programa de Formación de Personal Investigador.



Este trabajo ha sido realizado en:

Instituto de Microelectrónica de Madrid (CNM-CSIC)  
C/ Isaac Newton, 8 (PTM)  
28760-Tres Cantos, Madrid



*A mis padres, Loli y José María,  
por su amor y su confianza en mí*

*A mis hermanos, Beatriz y Jorge,  
por estar siempre tan cerca*

*A Juan Pedro, por todo eso y además  
...las risas, los besos, las palabras...*



*Muere lentamente,  
quien abandona un proyecto antes de iniciarlo,  
no preguntando de un asunto que desconoce o  
no respondiendo cuando le indagan sobre algo  
que sabe.*

Autor desconocido (texto apócrifo  
atribuido a Pablo Neruda)



## Contenido

<i>Agradecimientos</i> .....	<i>xiii</i>
<b>Capítulo I:</b>	
<b>Introducción</b> .....	<b>3</b>
I.1. Sistemas heteroepitaxiales .....	4
I.2. Motivación del trabajo: caracterización <i>in situ</i> y en tiempo real de los procesos de relajación y la evolución de la morfología en sistemas heteroepitaxiales .....	7
I.3. Organización de la memoria de tesis doctoral .....	8
<b>Capítulo II:</b>	
<b>Desarrollo de técnicas experimentales para la caracterización <i>in situ</i> de la morfología y los procesos de relajación</b> .....	<b>11</b>
II.1. Introducción .....	12
II.2. Técnica para medir <i>in situ</i> la evolución de la morfología: dispersión de luz.....	12
II.2.1. Rugosidad superficial y dispersión de luz .....	15
II.2.1.a. Descripción estadística de una superficie rugosa .....	15
II.2.1.b. Distribución angular de la luz dispersada por una superficie rugosa.....	19
II.2.2. Dispersión de luz láser polarizada con resolución angular: resultados experimentales.....	22
II.2.2.a. Sistema experimental .....	25
II.2.2.b. Distribución de la luz dispersada por diversas morfologías características en heteroestructuras III-V .....	28
II.2.2.c. Topografía superficial obtenida a partir de las medidas de dispersión de luz .....	36
II.2.3. Dispersión de luz láser <i>in situ</i> y en tiempo real .....	47
II.3. Técnica para medir <i>in situ</i> la evolución de la tensión: seguimiento óptico de la curvatura del sustrato.....	49
II.4. Otras técnicas experimentales.....	57
II.4.1. Epitaxia por haces moleculares .....	58
II.4.1.a. Epitaxia por haces moleculares capa atómica a capa atómica .....	64
II.4.2. Reflectancia diferencial .....	65
II.4.3. Difracción de rayos X.....	66
II.4.4. Microscopía de fuerzas .....	68
<i>Bibliografía</i> .....	69

<b>Capítulo III:</b>	
<b>Sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña:</b>	
<b>In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As/GaAs (001)</b> .....	<b>79</b>
III.1. Introducción.....	80
III.2. Estudios <i>in situ</i> de los procesos de relajación durante el crecimiento de In <sub>0,2</sub> Ga <sub>0,8</sub> As/GaAs .....	82
III.2.1. Procesos de relajación en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ( $\epsilon_0 <  2 $ %) .....	82
III.2.2. Medidas <i>in situ</i> de la evolución de la tensión durante el crecimiento de In <sub>0,2</sub> Ga <sub>0,8</sub> As/GaAs (001) a 500 °C .....	89
III.2.2.a. Régimen pseudomórfico .....	91
III.2.2.b. Procesos de relajación.....	93
III.3. Estudios <i>in situ</i> de la evolución de la morfología durante el crecimiento de In <sub>0,2</sub> Ga <sub>0,8</sub> As/GaAs (001) a 500 °C .....	108
III.4. Desarrollo de capas adaptadoras del parámetro de red a partir de estudios <i>in situ</i> de evolución de la morfología y la relajación .....	123
III.4.1. Influencia de la temperatura en la evolución de la morfología y en los procesos de relajación durante el crecimiento de In <sub>0,2</sub> Ga <sub>0,8</sub> As/GaAs (001).....	124
III.4.2. Optimización del proceso de crecimiento de capas adaptadoras del parámetro de red .....	135
III.5. Conclusiones.....	140
<i>Bibliografía</i> .....	141
<b>Capítulo IV:</b>	
<b>Sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red grande:</b>	
<b>InAs/InP (001)</b> .....	<b>147</b>
IV.1. Introducción.....	148
IV.2. Formación de hilos cuánticos de InAs/InP (001) .....	151
IV.2.1. Proceso de fabricación de los hilos cuánticos de InAs/InP (001) .....	152
IV.2.2. Medidas <i>in situ</i> de la evolución de la tensión acumulada durante el crecimiento de hilos cuánticos de InAs/InP (001).....	154
IV.3. Procesos de intercambio entre arsénico y fósforo durante el crecimiento de InAs/InP (001) .....	160
IV.4. Conclusiones .....	168
<i>Bibliografía</i> .....	169
<b>Capítulo V:</b>	
<b>Conclusiones</b> .....	<b>173</b>

<b>Apéndices:</b>	
Apéndice A.....	177
Apéndice B.....	183
<b>Publicaciones.....</b>	<b>187</b>



## Gracias a ...

Me gustaría dar las gracias a mis directoras de tesis, Luisa y Yolanda, por haber puesto este trabajo en marcha y todo de su parte para que saliera adelante, por todo el entusiasmo que han mostrado siempre, y por haberme hecho participe de él. Muchas gracias, Luisa, por haber tenido siempre tiempo para discutir y comentar cualquier detalle, para explicarme cualquier nueva idea, para echarme una mano en lo que hiciera falta. Muchas gracias, Yolanda, por todas las horas delante de las gráficas, para entenderlas nosotras o para hacer que las entendieran otros, y por todas las horas con las piezas, montando y desmontando, para conseguir medir lo que buscábamos. Gracias de nuevo, a las dos, por todo lo que me habéis enseñado.

Quisiera agradecer a José Antonio Sánchez Gil su colaboración para poner en marcha la técnica de dispersión de luz, y el enorme esfuerzo que realizó para traducir la PSD a parámetros que nos resultaran más cercanos para describir las distintas morfologías, así como su disposición siempre para responder a mis preguntas: si algo entiendo hoy de la dispersión de luz ha sido sin duda gracias a su ayuda. También doy las gracias desde aquí a Eugenio Méndez, pues a partir de sus consejos acerca del montaje experimental comenzamos a ver la luz (dispersada).

Quiero agradecer al equipo "lenguetero" pionero del MBE, Fernando Briones, Juan Pedro Silveira y Jorge García, su contribución y su ayuda con la técnica de seguimiento óptico de la curvatura del sustrato, así como las fructíferas discusiones a la hora de interpretar los resultados. Trabajar con ellos en el estudio de la formación de los hilos cuánticos ha sido una experiencia muy enriquecedora, que me encantaría repetir. Por otro lado, agradezco a Fernando todos los consejos e ideas que me dio para mejorar los distintos montajes ópticos que he utilizado, y a Jorge el que siempre estuviera dispuesto a echarme una mano con una pieza, o con una foto.

Asimismo, agradezco a los miembros del Laboratorio de Fuerzas y Túnel del Instituto de Microelectrónica de Madrid, y a su director Ricardo García, por la caracterización de las superficies mediante microscopía de fuerzas. En concreto, gracias a aquellos que realizaron las imágenes: Ricardo García, Marta Tello, Christophe Tromas, Álvaro San Paulo y, sobre todo, Montserrat Calleja, que midió muchas (muchas) muestras.

I would like to thank Eric Chason for his nice welcome in Brown University, and for the opportunity he gave me to work with the spectroscopic light scattering and the multi-beam optical stress sensor. My stay there was very fruitful, since I learnt a lot both about the techniques and about myself.

Doy las gracias a Gaspar Armelles por haberme propuesto las medidas de dispersión de luz magneto-óptica, y por lo que esto trajo consigo. Con él he aprendido mucho, y de muchas cosas (de dispersión de luz, de magnetismo, de óptica, de medir) y además he disfrutado.

Quiero extender mi agradecimiento a toda la gente del Instituto de Microelectrónica de Madrid, la que está y la que estuvo, porque con vuestra ayuda, o con vuestras

risas, o con vuestra charla, habéis hecho mucho más ameno, fácil y llevadero el trabajo.

Desde aquí mando un beso muy fuerte a Montse y Álvaro, muchas gracias por vuestro apoyo y por vuestra amistad. Álvaro, espero que sigamos manteniendo por mucho tiempo nuestras conversaciones, de física, de la ciencia o de la vida, me encanta hablar contigo.

A mi familia, mis padres y mis hermanos, que me han apoyado siempre, me han entendido y me han animado, les envío un abrazo muy fuerte, con todo mi cariño. Y a Juanpi, que tiene mucha culpa de que todo haya sido para bien, muchos besos, ahora y siempre.

**CARACTERIZACIÓN *IN SITU* DE LA MORFOLOGÍA Y  
LOS PROCESOS DE RELAJACIÓN DURANTE EL  
CRECIMIENTO MEDIANTE EPITAXIA POR HACES  
MOLECULARES DE HETEROESTRUCTURAS DE  
SEMICONDUCTORES III-V**

## Capítulo I. Introducción

I.1. Sistemas heteroepitaxiales .....	4
I.2. Motivación del trabajo: caracterización <i>in situ</i> y en tiempo real de los procesos de relajación y la evolución de la morfología en sistemas heteroepitaxiales .....	7
I.3. Organización de la memoria de tesis doctoral .....	8

---

En este trabajo de tesis doctoral se ha abordado el estudio *in situ* de dos aspectos fundamentales en el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red: los procesos de relajación y la evolución de la morfología. Para llevar a cabo el seguimiento de la morfología hemos utilizado la técnica de dispersión de luz, mientras que la evolución de la relajación ha sido determinada mediante la monitorización óptica, a través de la deflexión de un haz láser, de la curvatura inducida en el sustrato por la tensión a que se ve sometida la capa. Puesto que los mecanismos que intervienen en la relajación de los sistemas y en la evolución de la morfología dependen de que la diferencia de parámetro de red entre los constituyentes del sistema heteroepitaxial sea grande ( $\epsilon_0 \geq |2| \%$ ) o pequeña ( $\epsilon_0 < |2| \%$ ), hemos analizado ambos tipos de sistemas. En concreto, hemos estudiado el sistema  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) ( $\epsilon_0 = -1,4 \%$ ), que se caracteriza porque la relajación se produce mediante la formación de una red ordenada de dislocaciones de desacople en la intercara y por el desarrollo en la superficie de una morfología de surcos entrecruzados, y el sistema  $\text{InAs}/\text{InP}$  (001) ( $\epsilon_0 = -3,2\%$ ), donde la relajación se produce de manera elástica a través de la formación de hilos cuánticos.

---

## I.1. Sistemas heteroepitaxiales

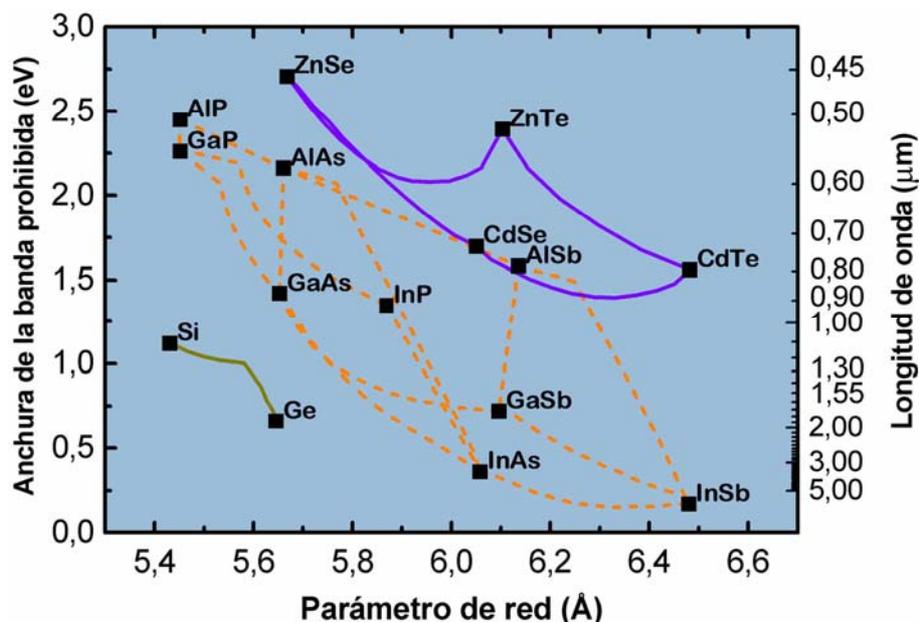
En 1969, Esaki y Tsu propusieron por primera vez la manipulación artificial de la estructura de bandas electrónicas de los semiconductores mediante la creación de heteroestructuras con capas delgadas epitaxiales de diferentes materiales,\* lo que hoy en día se conoce como “ingeniería del ancho de banda”. De este concepto fundamental, unido al desarrollo de las técnicas de crecimiento epitaxial que han hecho posible la fabricación de dichas heteroestructuras, tales como la epitaxia por haces moleculares, han surgido multitud de dispositivos electrónicos y optoelectrónicos basados en el diseño de la estructura de bandas electrónicas de los semiconductores.\*\* Los transistores de alta movilidad electrónica, HEMT (del inglés “*High-Electron-Mobility Transistor*”); los transistores bipolares de heterounión, HBT (de “*Hetero-Bipolar Transistor*”); los diodos de emisión de luz, o LEDs (de “*Light-Emitting Diode*”), basados en transiciones interbanda; los diodos láser; los fotodiodos de interbanda; los fotodiodos de infrarrojo basados en pozos cuánticos, QWIP (acrónimo del inglés “*Quantum Well Infrared Photodetector*”) o los láseres de cascada cuántica son distintos ejemplos de dispositivos basados en el control de la estructura de bandas mediante la fabricación de sistemas heteroepitaxiales, y algunos de ellos —como los diodos láser en los lectores de discos compactos o los transistores de alta movilidad en los teléfonos móviles— ya están completamente integrados en nuestro día a día. Junto con su interés tecnológico, los sistemas heteroepitaxiales también poseen un gran interés en investigación básica y aplicada, pues permiten explorar nuevos aspectos de la física de estado sólido.

Dentro de los sistemas heteroepitaxiales, podemos distinguir dos categorías: por un lado, aquellos sistemas en los que todos sus componentes tienen el mismo parámetro de red, y por otro, aquellos en los que el parámetro de red de los constituyentes es diferente. La figura I.1 muestra un diagrama con los parámetros de red y las anchuras de la banda prohibida de varios materiales semiconductores.\*\*\* Inicialmente, fue el primer tipo de sistemas heteroepitaxiales el que atrajo toda la atención, puesto que ofrece bastantes posibilidades de combinación de distintas anchuras de banda y evita los inconvenientes que entraña el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales con diferente parámetro de red, donde se generan gran cantidad de tensiones en el material. Sin embargo, el crecimiento de los sistemas heteroepitaxiales se realiza a partir de un sustrato, y el acceso a determinadas longitudes de onda a partir de los sustratos disponibles en el mercado (Si, GaAs, InP, GaP, GaSb, ZnSe, ...) no es posible manteniendo siempre el mismo parámetro de red, de modo que la demanda de dispositivos en otras longitudes de onda ha despertado el interés por los

\*L. Esaki y R. Tsu, *Superlattice and negative differential conductivity in semiconductors*, IBM J. Res. Devel. **14**, 61 (1970).

\*\* La importancia del desarrollo de las heteroestructuras ha sido recientemente reconocida con la concesión del premio Nobel de Física en el año 2000 a Zhores I. Alferov y Herbert Kroemer “por el desarrollo de las heteroestructuras de semiconductores utilizadas en electrónica de alta velocidad y optoelectrónica”.

\*\*\* Los nitruros, cuyo parámetro de red es mucho menor, no aparecen en esta figura. El parámetro de red en el plano (001),  $a$ , del nitruro de galio es  $a_{\text{GaN}} = 0,3189$  nm, y su anchura de la banda prohibida a 300 K es 3,36 eV.



**Figura I.1:** Anchura de la banda prohibida en función del parámetro de red para diversos semiconductores elementales del grupo IV, semiconductores compuestos III-V y semiconductores compuestos II-VI. Las líneas que unen dos semiconductores entre sí representan el parámetro de red y la correspondiente anchura de banda de la aleación entre los dos materiales de los extremos.

sistemas con diferencia de parámetro de red. Además, el crecimiento de sistemas con parámetro de red diferente también proporciona una mayor flexibilidad a la hora de elegir los materiales en las heterouniones de transistores de alta movilidad, pues permite incorporar materiales de mayor movilidad electrónica (como InAs) en los substratos habituales (GaAs). Por otro lado, la tensión que la diferencia en el parámetro de red introduce en la heteroestructura modifica la estructura de las bandas electrónicas, y el efecto principal de esta modificación es una reducción en la degeneración de la parte superior de la banda de valencia, y por lo tanto en su densidad de estados. Esto provoca la disminución de la densidad de portadores necesaria para conseguir la inversión de población en los diodos láser, y se obtiene una mayor eficiencia en estos dispositivos, lo cual supone una ventaja adicional de los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red.

Una capa epitaxial con parámetro de red diferente al del substrato crece inicialmente acoplada a éste, y la tensión biaxial que el desajuste entre los parámetros de red genera en el plano de crecimiento se acomoda mediante la deformación tetragonal de la capa, de modo que ésta acumula energía elástica. En esta etapa del crecimiento, denominada régimen pseudomórfico, el sistema es termodinámicamente estable, y la energía elástica aumenta linealmente con el espesor de la capa. Esta situación persiste hasta alcanzar un determinado espesor, que se conoce como espesor crítico, en el que la energía acumulada es suficiente para provocar la aparición de mecanismos de relajación en la capa. La capa se puede relajar de manera plástica, es

decir, mediante la introducción de dislocaciones de desacople en la intercara, o elásticamente, a través del desarrollo de rugosidad o la formación de núcleos tridimensionales en la superficie. Los mecanismos plásticos gobiernan la relajación de los sistemas heteroepitaxiales en los que el desajuste de parámetro de red entre la capa y el sustrato,  $\epsilon_0$ , es pequeño,  $\epsilon_0 < |2| \%$ , mientras que en los sistemas con diferencia de parámetro de red grande,  $\epsilon_0 \geq |2| \%$ , son los procesos elásticos los que aparecen en primer lugar.

Conocer y controlar, en función de las condiciones de crecimiento, los procesos de relajación es fundamental para poder utilizar los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red en dispositivos. Por un lado, las capas que se mantienen en el régimen pseudomórfico se pueden incorporar como zona activa en dispositivos electrónicos y optoelectrónicos, y para poder realizar un diseño adecuado es necesario tener bien caracterizado el espesor crítico del material correspondiente. Por otro lado, en el caso de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña se forma, una vez superado el espesor crítico, una red ordenada de dislocaciones en la intercara que desacopla la capa del sustrato, de manera que el parámetro de red de ésta evoluciona hacia su valor característico. Así, estas capas se pueden emplear como capas adaptadoras del parámetro de red con las que, partiendo de un sustrato dado, conseguimos alcanzar un nuevo parámetro de red que nos permite la fabricación de un dispositivo que hubiera sido imposible de conseguir directamente sobre el sustrato. Para poder obtener y diseñar estas capas adaptadoras del parámetro de red es imprescindible conocer el ritmo de relajación de las capas, lo que equivale a conocer el parámetro de red alcanzado en función del espesor crecido. En cuanto a los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red grande, los núcleos tridimensionales que se forman durante los procesos de relajación elástica poseen dimensiones nanométricas y en ellos aparecen fenómenos de confinamiento cuántico, por lo que su introducción en las capas activas de dispositivos tales como diodos láser permite mejorar aún más su eficiencia. Ahora bien, para que esto sea posible es preciso un buen control del tamaño, la distribución y la densidad de estas nanoestructuras, y de ahí la importancia del estudio de los mecanismos por los que se generan.

La evolución de la morfología superficial, proceso intrínsecamente relacionado con la relajación, es otro aspecto crucial en el crecimiento de los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red. En el caso de los sistemas con diferencia de parámetro de red grande ( $\epsilon_0 \geq |2| \%$ ) es precisamente el desarrollo de la rugosidad en la superficie el mecanismo responsable de la relajación de la capa. Los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña, por otra parte, se caracterizan por el desarrollo en la superficie de una morfología rugosa denominada morfología de surcos entrecruzados (“*crosshatch*” en inglés) una vez que comienzan a formarse las dislocaciones de desacople. Esta rugosidad degrada la calidad de las capas y perjudica sus posibles aplicaciones en dispositivos, de modo que se han llevado a cabo numerosos estudios con el objetivo de averiguar las causas de su aparición, determinar los parámetros que controlan su evolución y obtener procedimientos para inhibir su desarrollo.

## I.2. Motivación del trabajo: caracterización *in situ* y en tiempo real de los procesos de relajación y la evolución de la morfología en sistemas heteroepitaxiales

La morfología y la relajación constituyen por tanto dos aspectos fundamentales en el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red, y en este trabajo de tesis doctoral se aborda el estudio de ambos aspectos mediante técnicas *in situ* y en tiempo real. La caracterización *in situ* de cualquier proceso durante el crecimiento, ya sea relajación, morfología, estequiometría superficial, composición, etc., es muy útil, puesto que se obtiene información continua de dicho proceso y de cómo le afectan los distintos parámetros del crecimiento, y además proporciona la posibilidad de actuación en tiempo real. Sin embargo, no es fácil encontrar técnicas que sean compatibles con el crecimiento, bien por limitaciones geométricas de los montajes experimentales, o bien porque la propia técnica podría interferir en el crecimiento, de modo que a pesar de su gran potencial la caracterización *in situ* no es un campo muy extendido. Así, aunque el objetivo principal de este trabajo ha consistido en el estudio *in situ* de la evolución de la morfología y los procesos de relajación durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de heteroestructuras de semiconductores III-V, un primer objetivo parcial, y desde luego imprescindible para la posterior realización del trabajo, lo constituye el desarrollo y la puesta a punto de las técnicas necesarias para llevar a cabo dicha caracterización.

Las técnicas ópticas, tales como elipsometría, espectroscopía por reflectancia diferencial o dispersión de luz, ofrecen muchas ventajas para ser utilizadas como técnicas de caracterización *in situ* y en tiempo real durante el crecimiento epitaxial. Son técnicas sencillas, rápidas, no destructivas, no invasivas y que no requieren contacto directo con la muestra ni condiciones de vacío, por lo que pueden emplearse en cualesquiera de las técnicas de crecimiento epitaxial utilizadas hoy en día, como epitaxia por haces moleculares o deposición química en fase de vapor a partir de compuestos metalorgánicos. En este trabajo hemos utilizado la técnica de dispersión de luz para seguir la evolución de la morfología superficial y una técnica de medida *in situ* de la evolución de la tensión basada en la monitorización óptica de la curvatura del substrato para conocer los procesos de relajación.

La técnica de dispersión de luz proporciona información acerca de la rugosidad de una superficie, y con este trabajo de tesis doctoral se ha puesto en marcha esta técnica en el Instituto de Microelectrónica de Madrid. Esto ha incluido tanto el montaje, automatización y puesta a punto de un sistema de dispersión de luz láser *in situ* como el de otro sistema *ex situ* de medida con resolución angular de la luz dispersada por una superficie. Con este último montaje se ha llevado a cabo una exhaustiva caracterización *ex situ* de la luz dispersada por morfologías que aparecen frecuentemente durante la fabricación mediante epitaxia por haces moleculares de heteroestructuras de semiconductores III-V, necesaria para poder interpretar correctamente las medidas *in situ* de dispersión de luz así como para poder elegir la disposición geométrica de medida más adecuada en cada caso. En cuanto a la técnica empleada para medir *in situ*

la evolución de la tensión y los procesos de relajación durante la fabricación de las heteroestructuras, se basa en determinar la tensión a que está sometido un material a partir de la curvatura que ésta le induce, la cual a su vez puede ser detectada por la deflexión que produce en un haz láser que incide sobre él. Esta técnica se había desarrollado con anterioridad en el Instituto de Microelectrónica de Madrid, y durante la realización de este trabajo se ha introducido una nueva variante en el sistema de medida que permite efectuar medidas de relajación en procesos que involucren cambios en la temperatura del sustrato.

Puesto que los mecanismos que intervienen en la relajación de los sistemas, y por consiguiente también la evolución de la morfología, dependen de que la diferencia de parámetro de red entre los constituyentes del sistema heteroepitaxial sea grande o pequeña ( $\epsilon_0 \geq |2| \%$  ó  $\epsilon_0 < |2| \%$ ), en este trabajo se han analizado ambos tipos de sistemas. En concreto, hemos estudiado el sistema  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) (en el que  $\epsilon_0 = -1,4 \%$ ), que se caracteriza porque la relajación se produce mediante la introducción de una red ordenada de dislocaciones de desacople y por el desarrollo en la superficie de una morfología de surcos entrecruzados, así como el sistema  $\text{InAs}/\text{InP}$  (001) ( $\epsilon_0 = -3,2 \%$ ), donde la relajación se produce de manera elástica a través de la formación de hilos cuánticos.

### **I.3. Organización de la memoria de tesis doctoral**

Esta memoria recoge los resultados obtenidos a partir de los estudios *in situ* relativos a la evolución de la morfología y los procesos de relajación que se han llevado a cabo durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de los dos sistemas heteroepitaxiales mencionados más arriba, así como la caracterización *ex situ* preliminar que ha sido necesaria para poner a punto las técnicas *in situ*.

Así, el capítulo II contiene, junto con los fundamentos de las técnicas experimentales utilizadas para llevar a cabo la caracterización *in situ* de la evolución de morfología y los procesos de relajación durante el crecimiento de las heteroestructuras, los resultados experimentales obtenidos de la caracterización *ex situ* mediante dispersión de luz de dos morfologías habituales en heteroestructuras de semiconductores III-V: la morfología de surcos entrecruzados, y la presencia de una alta densidad de defectos ovales en la superficie de una capa. Esta caracterización *ex situ* ha sido imprescindible tanto para poder elegir la configuración geométrica más adecuada en las medidas *in situ* como para interpretar correctamente dichas medidas, como ya se ha comentado más atrás. Además, esta caracterización ha servido para establecer las posibilidades de la técnica de dispersión de luz en el análisis de la rugosidad superficial de estos sistemas heteroepitaxiales. Por otro lado, y puesto que en la realización de este trabajo han intervenido otras técnicas experimentales, no sólo las de caracterización *in situ* de la morfología y la relajación, este capítulo incluye también una somera descripción del resto de técnicas empleadas.

El capítulo III está dedicado a los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña, es decir, a  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) en este caso. En él se expone la aplicación de las técnicas *in situ* al estudio de la secuencia completa del proceso de relajación en este sistema y al de la formación de la morfología de surcos entrecruzados. Además, se analiza la influencia de distintos parámetros del crecimiento, tales como la temperatura del sustrato o la velocidad del crecimiento, en el desarrollo de la morfología y en la relajación. A partir de los resultados obtenidos se ha desarrollado un proceso para fabricar capas adaptadoras del parámetro de red con una morfología óptima y un alto grado de relajación.

En el capítulo IV se examinan, a partir de las medidas realizadas *in situ* y en tiempo real, los mecanismos de relajación en un sistema heteroepitaxial con diferencia de parámetro de red grande,  $\text{InAs}/\text{InP}$  (001), y se propone una explicación que justifica el hecho de que en este sistema se formen hilos cuánticos en lugar de puntos, a pesar de que estas últimas estructuras son más eficaces para relajar la tensión del sistema.

Por último, en el capítulo V se resumen las principales conclusiones que se derivan de este trabajo.

## Capítulo II. Desarrollo de técnicas experimentales para la caracterización *in situ* de la morfología y los procesos de relajación

II.1. Introducción .....	13
II.2. Técnica para medir <i>in situ</i> la evolución de la morfología: dispersión de luz.....	13
II.2.1. Rugosidad superficial y dispersión de luz .....	16
II.2.1.a. Descripción estadística de una superficie rugosa .....	16
II.2.1.b. Distribución angular de la luz dispersada por una superficie rugosa.....	20
II.2.2. Dispersión de luz láser polarizada con resolución angular: resultados experimentales.....	23
II.2.2.a. Sistema experimental .....	26
II.2.2.b. Distribución de la luz dispersada por diversas morfologías características en heteroestructuras III-V .....	29
II.2.2.c. Topografía superficial obtenida a partir de las medidas de dispersión de luz .....	37
II.2.3. Dispersión de luz láser <i>in situ</i> y en tiempo real .....	48
II.3. Técnica para medir <i>in situ</i> la evolución de la tensión: seguimiento óptico de la curvatura del sustrato.....	50
II.4. Otras técnicas experimentales.....	58
II.4.1. Epitaxia por haces moleculares .....	59
II.4.1.a. Epitaxia por haces moleculares capa atómica a capa atómica .....	65
II.4.2. Reflectancia diferencial .....	66
II.4.3. Difracción de rayos X.....	67
II.4.4. Microscopía de fuerzas .....	69
Bibliografía.....	70

---

Este capítulo está dedicado a las técnicas experimentales utilizadas en este trabajo para llevar a cabo la caracterización *in situ* de la morfología y los procesos de relajación durante el crecimiento de heteroestructuras de semiconductores III-V: dispersión de luz y seguimiento óptico de la curvatura del sustrato, respectivamente. En él se explican, de manera detallada, los fundamentos y las condiciones de aplicación de dichas técnicas y se presentan los montajes experimentales desarrollados para llevar a cabo las medidas. En el caso de la dispersión de luz, la puesta en marcha de la técnica ha requerido la caracterización *ex situ* de diversas morfologías habituales durante el crecimiento de las heteroestructuras, y los resultados extraídos de dicha caracterización también se recogen aquí. En la última parte del capítulo se describen de modo somero las demás técnicas experimentales, tanto de fabricación como de caracterización,

empleadas en el transcurso del trabajo.

---

## II.1. Introducción

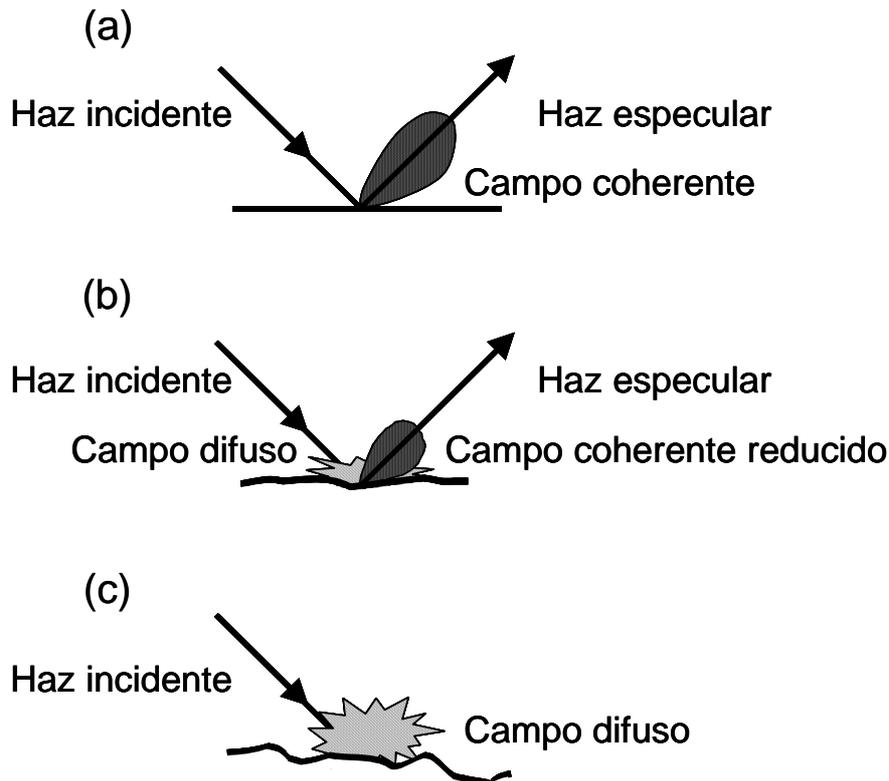
Para llevar a cabo este trabajo de tesis doctoral ha sido necesario utilizar varias técnicas experimentales, pero dos de ellas tienen una mayor relevancia sobre las demás, y son las técnicas de caracterización *in situ* de la morfología y los procesos de relajación, es decir, la dispersión de luz y el seguimiento óptico de la curvatura del sustrato. Estas técnicas poseen una gran importancia en el marco de este trabajo de investigación por dos razones: en primer lugar, porque son las que nos han permitido determinar, *in situ* y en tiempo real, la evolución de la morfología y la relajación en las heteroestructuras durante el proceso de crecimiento epitaxial y en segundo lugar, porque su estudio, puesta en marcha y utilización han constituido una parte fundamental del trabajo desarrollado. De hecho, el esfuerzo realizado ha culminado con el establecimiento de la técnica de dispersión de luz como una nueva herramienta de caracterización en el Instituto de Microelectrónica de Madrid y con la generalización de la técnica de monitorización óptica de la curvatura del sustrato, que ya estaba implementada con anterioridad, al estudio de los procesos de relajación en capas gruesas (> 50 nm) y durante la aplicación de tratamientos térmicos.

En este capítulo se explican los fundamentos de ambas técnicas de caracterización *in situ*, las posibilidades que ofrecen, las condiciones en las que se pueden aplicar y las configuraciones de medida empleadas. Además, en el caso de la dispersión de luz ha sido necesario caracterizar *ex situ* (fuera de la cámara de crecimiento) diversas morfologías habituales en heteroestructuras epitaxiales de semiconductores compuestos III-V para poder elegir la configuración geométrica más adecuada en las medidas *in situ* y para interpretar correctamente dichas medidas. Los resultados experimentales extraídos de esta caracterización *ex situ*, junto con su análisis, también están incluidos en este capítulo, ya que pueden ayudar a comprender mejor la técnica de dispersión de luz y qué información proporciona.

Por otro lado, las de caracterización *in situ* no han sido las únicas técnicas experimentales utilizadas en este trabajo, y la última parte del capítulo está dedicada al resto de técnicas empleadas: epitaxia por haces moleculares, reflectancia diferencial, difracción de rayos X y microscopía de fuerzas.

## II.2. Técnica para medir *in situ* la evolución de la morfología: dispersión de luz

La luz dispersada por una superficie contiene información acerca de la rugosidad de dicha superficie.<sup>[1-3]</sup> En general, una superficie plana iluminada por un haz incidente da lugar a un fuerte campo de luz coherente en la dirección especular<sup>[1]</sup> (ver figura II.1-(a)). Si la superficie es ligeramente rugosa, parte de la luz incidente se ve reflejada en distintas direcciones sin relación las unas con las otras, de manera que aparece un campo difuso incoherente,<sup>[1]</sup> cuya intensidad aumenta con la rugosidad de la



**Figura II.1:** Dibujo esquemático del cambio en la distribución de luz dispersada por una superficie de tamaño finito cuando la rugosidad de la superficie aumenta: (a) superficie plana, (b) superficie ligeramente rugosa, (c) superficie muy rugosa. (Tomado de [1]).

superficie.<sup>[1-3]</sup> Por otro lado, la intensidad del campo coherente se ve reducida en un factor que depende exponencialmente de la rugosidad promedio de la superficie<sup>[1,2]</sup> (ver figura II.1-(b)). Cuando la superficie es muy rugosa, el campo coherente se anula completamente y sólo produce luz difusa, también llamada dispersada o esparcida (ver figura II.1-(c)). Por otro lado, la rugosidad no es una propiedad intrínseca de la superficie, sino que depende también de la onda incidente.<sup>[1]</sup> Así, en función del ángulo de incidencia y de su longitud de onda, la misma superficie puede aparecer como muy rugosa o casi plana. La longitud de onda ha de ser del orden del tamaño lateral de la rugosidad para que se produzca dispersión, y en cuanto al ángulo de incidencia, una superficie parece más rugosa cuanto menor es dicho ángulo.

El primero en estudiar el fenómeno de la dispersión fue Lord Rayleigh en 1871, quien determinó que la intensidad de luz dispersada por partículas aisladas de menor tamaño que la longitud de onda es proporcional a la inversa de la longitud de onda a la cuarta potencia, lo que explica el color azul del cielo. Más adelante (1908), Gustave Mie extendió el cálculo para partículas de forma esférica pero de tamaño e índice de refracción arbitrarios. Lord Rayleigh siguió trabajando en los fenómenos de dispersión de luz, y en 1907 publicó su teoría, basada en técnicas de cálculo vectorial de

perturbaciones, sobre la dispersión de una onda que incide perpendicularmente sobre una superficie rugosa con corrugación sinusoidal.<sup>[4]</sup> Rice (1951) extendió este método a superficies rugosas desordenadas.<sup>[5]</sup> Desde entonces, se ha dedicado un gran esfuerzo para tratar de generalizar el estudio a todo tipo de superficies y de ondas,<sup>[6-42]</sup> pues el problema es de interés en áreas aparentemente tan distintas como la ecografía médica, la detección sónica, la obtención de imagen por radar, la física de estado sólido, los biosensores, la óptica o la astronomía. Además, la caracterización de la rugosidad mediante dispersión de luz tiene importantes aplicaciones industriales, desde la más generalizada de control de calidad y metrología de superficies ópticas, hasta la detección de partículas contaminantes en obleas de silicio, la caracterización de la textura en discos duros de ordenador o incluso la optimización de los procesos de manufactura de rodamientos para obtener los niveles de rugosidad más adecuados para su funcionamiento.<sup>[3]</sup> En la actualidad, se están estudiando en el Instituto de Microelectrónica de Madrid las posibilidades que ofrece la dispersión de luz para estudiar la evolución de la magnetización en superficies e intercaras de materiales ferromagnéticos.<sup>[43]</sup>

Las dos aproximaciones más comunes para calcular la onda dispersada por una superficie rugosa son la teoría de difracción de Kirchhoff<sup>[6,1,3]</sup> y la teoría de perturbaciones,<sup>[1-5,8-18]</sup> que puede formularse tanto para ondas escalares como para ondas vectoriales. La teoría de Kirchhoff es la más utilizada para estudiar superficies con radios de curvatura grandes frente a la longitud de onda, pero sólo tiene solución analítica para metales conductores perfectos. Por otro lado, la teoría de perturbaciones es válida cuando la rugosidad de la superficie es pequeña comparada con la longitud de onda de la luz incidente,<sup>[1-3,16]</sup> y cuando se cumple esta condición esta teoría proporciona expresiones que nos permiten obtener la rugosidad promedio de la superficie (con resolución de décimas de nanómetro) a partir de la intensidad total de luz dispersada, e información acerca de los tamaños laterales de dicha rugosidad a partir de su distribución angular.<sup>[1-3,27,28,32]</sup>

Los valores de rugosidad que aparecen de forma típica durante el crecimiento por MBE satisfacen con creces el criterio de aplicación de la teoría de perturbaciones, por lo que la dispersión de luz es una técnica muy adecuada para estudiar la morfología de las heteroestructuras fabricadas. Además, la técnica es compatible con el proceso de crecimiento, puesto que no requiere contacto con la muestra, no es destructiva ni invasiva, y además es rápida, por lo que puede ser utilizada *in situ* y en tiempo real para seguir la evolución de la topografía durante la fabricación de las muestras. Otra ventaja adicional de la técnica es que no necesita condiciones de vacío, por lo que puede aplicarse asimismo durante el crecimiento por otros métodos que no requieran ultra alto vacío. Sin embargo, la implementación de la técnica durante el crecimiento por MBE está limitada por las restricciones geométricas impuestas por la cámara de ultra alto vacío, que no permite obtener la distribución espacial de la luz dispersada ni la intensidad total, sino únicamente la evolución temporal de la luz dispersada en un ángulo fijo. No obstante, esto puede proporcionar información importante acerca del desarrollo de la morfología siempre que se elija la configuración adecuada, y se tenga algo de información previa acerca de la distribución de la luz dispersada por las

diversas topografías que pueden aparecer. Por lo tanto, y como un primer paso para poder aplicar la técnica *in situ*, es muy conveniente realizar un estudio *ex situ* de la luz dispersada por las superficies que más comúnmente pueden aparecer durante el crecimiento.

A continuación, se explica de forma más detallada la relación entre la luz dispersada y la morfología superficial cuando es posible aplicar la teoría de perturbaciones, y qué información se puede obtener acerca de la morfología superficial midiendo la distribución angular de la luz dispersada (apartado II.2.1). El apartado II.2.2 está dedicado a la caracterización *ex situ* de dos tipos de rugosidad que aparecen de manera habitual durante el crecimiento de heteroestructuras de semiconductores III-V: un patrón de surcos entrecruzados (conocido en inglés como “*crosshatch*”) y la presencia de defectos ovales en la superficie. En este apartado se describe el montaje experimental utilizado para medir *ex situ* la luz dispersada por la superficie, y se explica, aplicado a los dos tipos de topografía mencionados, el tipo de caracterización que con dicho montaje es posible realizar. Los datos experimentales de luz dispersada se evalúan mediante teoría de perturbaciones, y se analiza la información cuantitativa que se puede obtener acerca de la topografía superficial, contrastándola con la información obtenida mediante microscopía de fuerzas (también AFM a partir de ahora, del inglés “*Atomic Force Microscopy*”). Finalmente, se presenta el montaje experimental que se utiliza para seguir *in situ* la evolución de la morfología y el tipo de información que proporciona (apartado II.2.3).

### II.2.1. Rugosidad superficial y dispersión de luz

#### II.2.1.a. Descripción estadística de una superficie rugosa

Para caracterizar la rugosidad de una superficie de manera general, y poder compararla con otras superficies, se utilizan parámetros estadísticos.<sup>[1-3]</sup> Además, la información que obtenemos de la rugosidad de una superficie a partir de la luz que dispersa es información estadística de toda el área iluminada. Para garantizar que la descripción estadística de una zona de la superficie sea representativa de dicha superficie es necesario que se verifiquen ciertas hipótesis.<sup>[1]</sup> La superficie tiene que ser estacionaria, es decir, ha de presentar invariancia de traslación. Esto significa que la probabilidad de que un punto  $\mathbf{r}$  presente una altura  $h(\mathbf{r})$  sea independiente de dicho punto, y además que cualquier propiedad estadística de dicha superficie en la que intervengan dos o más puntos tiene que depender de la posición relativa de dichos puntos, pero no de la absoluta. Para una superficie real, es más apropiado restringir la hipótesis de que sea estacionaria a la de “estacionaria dentro de un intervalo”, que implica que las propiedades estadísticas determinadas a partir de zonas diferentes de la superficie serán similares siempre y cuando se hayan obtenido a partir de zonas de tamaño parecido. Además, nunca hay que olvidar que las propiedades estadísticas de la superficie han de determinarse a partir de zonas lo suficientemente grandes como para revelar la verdadera naturaleza estadística de dicha superficie. Por otro lado, un conjunto de parámetros estadísticos define no una sino infinitas superficies, y cada una

de ellas constituye una realización estadística de la superficie. Otra hipótesis importante en la teoría de dispersión de luz es que las superficies son ergódicas, es decir, que cualquier promedio estadístico obtenido a partir de zonas diferentes de una misma realización es igual que un promedio obtenido a partir de varias realizaciones.

El perfil de una superficie, considerada ésta como una realización de un proceso aleatorio estacionario, puede describirse mediante una función  $\zeta(\mathbf{r})$  que define la altura de cada punto de la superficie. Esta función se elige de tal manera que su valor promedio sea cero, es decir,  $\bar{\zeta}(\mathbf{r}) = 0$ . También es posible describir el perfil mediante una función discreta,  $\zeta_{nm}$ , que define la altura para los puntos discretos  $(x_n, y_m)$  de la superficie. Esto es lo que hacen muchos dispositivos de medida de la topografía superficial, entre ellos el microscopio de fuerzas. En el caso de la función discreta, el valor promedio también ha de ser cero,  $\bar{\zeta}_{nm} = \frac{1}{MN} \sum_{n=0}^{N-1} \sum_{m=0}^{M-1} \zeta_{nm} = 0$ .

Se define la raíz cuadrada del valor medio cuadrático de la rugosidad,  $\delta$ , llamado abreviadamente rugosidad rms (del inglés “*root-mean-square*”), como:

$$\delta = \langle \zeta^2(\mathbf{r}) \rangle^{1/2}, \quad (\text{Ec. II.1})$$

donde los corchetes angulares denotan el promedio sobre el conjunto de realizaciones de la superficie. En el caso de un perfil expresado mediante una función discreta, la rugosidad rms se calcula a partir de:

$$\delta = \left[ \frac{1}{MN} \sum_{n=0}^{N-1} \sum_{m=0}^{M-1} \zeta_{nm}^2 \right]^{1/2}. \quad (\text{Ec. II.2})$$

En una superficie también pueden obtenerse perfiles unidimensionales, es decir, a lo largo de una línea,  $\zeta(x)$  o en el caso discreto  $\zeta(x_n)$ , y la rugosidad rms en esa dirección se define de manera análoga al caso bidimensional, con  $M=1$ . En el caso sencillo en el que el perfil de la superficie pueda ser descrito por una senoide perfecta, la rugosidad rms es  $\sqrt{2}/2$  de la amplitud de la senoide, y por lo tanto la altura de pico a valle de la superficie es  $2\sqrt{2}\delta$ . Para otro tipo de perfiles, la relación entre la altura de pico a valle y  $\delta$  es diferente.

La rugosidad rms es uno de los parámetros estadísticos más importantes para describir una superficie, y puede determinarse a través de la medida del perfil de dicha superficie y también mediante medidas de dispersión de luz. Sin embargo, hay que tener en cuenta que no hay un único valor de la rugosidad rms para una superficie, sino que dependerá de las condiciones de medida. Así, la rugosidad rms obtenida será distinta en función de tres parámetros que determinan las distancias laterales mínima y

máxima de las rugosidades a las que accedemos con las técnicas de caracterización utilizadas: (a) el tamaño de la zona de la superficie medida, (b) la resolución lateral de la medida, y (c) la distancia mínima entre los puntos de medida, o distancia de muestreo. Church y sus colaboradores<sup>[27,29]</sup> hicieron hincapié en el concepto de medidas de rugosidad limitadas por el intervalo de tamaños accesibles, y este concepto es muy importante a la hora de comparar valores de rugosidad rms obtenidos mediante técnicas diferentes. En el caso concreto de valores obtenidos mediante dispersión de luz con resolución angular, veremos que el intervalo de tamaños de rugosidad a los que se accede está entre  $\sim\lambda/2$  y  $\sim 150\lambda$ .

Otra propiedad estadística importante de una superficie es la función de autocorrelación, que mide las propiedades de correlación de la rugosidad. La función de autocorrelación,  $W(\mathbf{R})$ , consiste en el producto, normalizado por la rugosidad rms, de dos copias del perfil de la superficie desplazadas la una con respecto a la otra:

$$W(\mathbf{R}) = \frac{\langle \zeta(\mathbf{r}) \zeta(\mathbf{r} + \mathbf{R}) \rangle}{\delta^2} . \quad (\text{Ec. II.3})$$

Según esta definición,  $W(0)=1$ . A partir de la función de autocorrelación se puede definir la longitud de correlación de una superficie, que es el valor de desplazamiento relativo para el cual la función de autocorrelación decae al valor  $1/e$ . La longitud de correlación es la magnitud que nos da el tamaño de las características importantes de una superficie,<sup>[2]</sup> como pueden ser agujeros, protuberancias, surcos, etc. Una superficie muy rugosa en distancias pequeñas tendrá una longitud de correlación corta, mientras que una superficie de perfil suave y ondulado tendrá una longitud de correlación mayor. La longitud de correlación, así como la función de autocorrelación, son también cantidades limitadas por el intervalo de tamaños accesibles.

La función de autocorrelación de una superficie rugosa aleatoria ideal es una función gaussiana:<sup>[1,32]</sup>

$$W(|\mathbf{R}|) = \exp\left(-\frac{|\mathbf{R}|^2}{a_L^2}\right), \quad (\text{Ec. II.4})$$

donde  $a_L$  es la longitud de correlación. Habitualmente, la función de autocorrelación obtenida al caracterizar topografías superficiales se ajusta a una función de este tipo. Otra función de correlación frecuente en superficies reales es la función exponencial.<sup>[1,32]</sup>

$$W(|\mathbf{R}|) = \exp\left(-\frac{|\mathbf{R}|}{a_L}\right). \quad (\text{Ec. II.5})$$

con  $a_L$  de nuevo la longitud de correlación. Éstos son los dos tipos de funciones de

correlación más utilizados, aunque en la literatura se han propuesto también otras formas alternativas.

La transformada de Fourier\* de la función de autocorrelación es la función de densidad espectral de potencias de la superficie, o función PSD (del inglés “*power spectral density*”), y la denotaremos  $g(\mathbf{K})$ :

$$g(\mathbf{K}) = \delta^2 \int_{-\infty}^{\infty} d\mathbf{r} W(\mathbf{r}) \exp(i\mathbf{K} \cdot \mathbf{r}). \quad (\text{Ec. II.6})$$

Esta función, que es la cantidad estadística más importante para caracterizar una superficie, representa el espectro de frecuencias espaciales de la rugosidad de la superficie, y tiene unidades de longitud a la cuarta potencia. Esto puede entenderse de la siguiente manera: si se considera la rugosidad de la superficie como una superposición infinita de ondas sinusoidales en todas las direcciones, todas ellas con amplitudes, frecuencias y fases diferentes, la densidad espectral de potencias proporciona la distribución del peso estadístico (proporcional a la amplitud al cuadrado) para cada frecuencia espacial  $\mathbf{K}$ . La frecuencia espacial, que es análoga a la frecuencia temporal, tiene unidades de inversa de longitud y se relaciona con la distancia lateral sobre la superficie,  $l$ , mediante:  $|\mathbf{K}| = 2\pi/l$ . Además, la integral de la función PSD es la rugosidad rms de la superficie, de manera que esta función posee información tanto de la altura de la rugosidad como de los tamaños laterales. A partir de la función PSD se puede obtener la función de autocorrelación de nuevo (es su transformada inversa) pero no el perfil concreto de la superficie, pues en la densidad espectral de potencias la información de las fases relativas de cada componente se pierde.

La función PSD nos da información sobre las frecuencias espaciales que producen dispersión de luz, y de hecho puede obtenerse a partir de las medidas de dispersión de luz con distribución angular. Cuando obtenemos la PSD a partir de medidas experimentales, no obtenemos toda la función sino únicamente la parte cuyas frecuencias espaciales se corresponden con el intervalo de tamaños medido. Así, y al igual que todas las cantidades estadísticas citadas hasta ahora, la PSD también está limitada por el intervalo de tamaños laterales accesibles o, dicho utilizando una denominación más extendida, limitada en la banda de frecuencias. Cuando se obtiene la PSD a partir de medidas de dispersión de luz con resolución angular, los límites de la banda de frecuencias vienen dados por la longitud de onda empleada, el ángulo de incidencia, y el intervalo angular de detección de luz dispersada.

La función PSD de una superficie es, obviamente, una función bidimensional,  $g^{2D}(\mathbf{K})$ . Sin embargo, en ocasiones la topografía superficial es tal que es necesaria únicamente una dirección de propagación de las frecuencias espaciales para representarla, y en ese caso tendremos una función densidad espectral de potencias unidimensional,  $g^{1D}(K)$ , que tiene unidades de longitud al cubo.<sup>[3,27,29,30]</sup> Un ejemplo de

---

\*La notación utilizada para la representación de Fourier es la siguiente:  $\zeta(\mathbf{r}) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{d\mathbf{K}}{(2\pi)^2} \hat{\zeta}(\mathbf{K}) \exp(i\mathbf{K} \cdot \mathbf{r})$ .

esto es una red de difracción ideal, donde la única componente de la PSD está en la dirección perpendicular a las líneas de la red. Por otro lado, si la superficie es isotrópica, es decir, si los perfiles tienen las mismas propiedades estadísticas independientemente de la dirección en la que los tracemos, la superficie puede describirse de manera equivalente mediante una PSD bidimensional o unidimensional.<sup>[3]</sup> En el caso de una superficie que sólo tenga rugosidad con componente unidimensional, se puede obtener una PSD bidimensional teniendo en cuenta que:  $g^{2D}(\mathbf{K}) = 2\pi g^{1D}(K_x)\delta(K_y)$ .

Una propiedad importante de la función PSD, ya mencionada anteriormente, y expresada para funciones tanto unidimensionales con bidimensionales, es:

$$\int \frac{dK^n}{(2\pi)^n} g^{nD}(\mathbf{K}) = \delta^n, \quad n = 1, 2 \quad (\text{Ec. II.7})$$

donde la integral incluye las frecuencias negativas.

### II.2.1.b. Distribución angular de la luz dispersada por una superficie rugosa

Una vez visto cómo se puede describir una superficie rugosa, nos queda ver cuánta luz dispersa dicha superficie, y con qué distribución angular. Al mismo tiempo, y desde el punto de vista práctico, nos interesa el problema inverso, es decir, qué información se puede obtener acerca de la rugosidad superficial midiendo la luz dispersada por una superficie.

Si se verifica que la rugosidad de la superficie es pequeña comparada con la longitud de onda incidente ( $\delta \ll \lambda$ ) y que las pendientes de la rugosidad son pequeñas ( $|\nabla\zeta(\mathbf{r})| \ll 1$ ), la distribución angular de la luz dispersada por la superficie se puede calcular mediante la teoría de perturbaciones. En ese caso, la amplitud del campo eléctrico de la onda de luz dispersada se puede desarrollar en potencias de la función que describe el perfil de la superficie,\* y si nos quedamos con el término de orden más bajo de este desarrollo, se obtiene que la intensidad de luz dispersada por unidad de ángulo sólido es proporcional a la función densidad espectral de potencias de la superficie:<sup>[1-3]</sup>

$$\frac{1}{I_i} \frac{\partial(I_{\text{disp}}(\mathbf{k}_{\text{disp}}))}{\partial\Omega} = F g(\mathbf{K}_{\text{disp}} - \mathbf{K}_i) + O\left[\left(\frac{\delta}{\lambda}\right)^4\right], \quad (\text{Ec. II.8})$$

donde  $I_i$  representa la intensidad de luz incidente e  $I_{\text{disp}}(\mathbf{k}_{\text{disp}})$  la intensidad de luz difusa en la dirección  $\mathbf{k}_{\text{disp}}$ . El sistema de coordenadas del problema se puede ver en la figura II.2. El factor de proporcionalidad  $F$  es un factor óptico que depende exclusivamente de la geometría de las ondas incidente y dispersada (longitud de onda, ángulo de

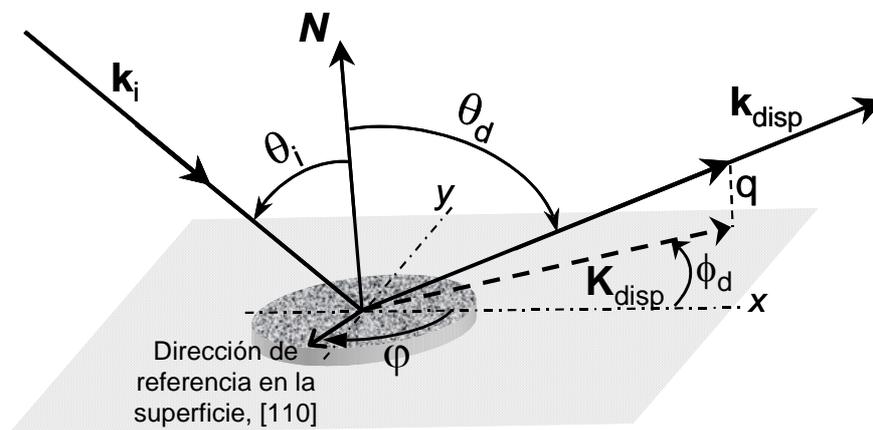
\*También existen otras teorías de perturbaciones en las que se desarrollan otras magnitudes, como por ejemplo la fase.

incidencia, ángulo de dispersión y estado de polarización de la luz) y de las propiedades ópticas masivas del medio de propagación de la luz (constante dieléctrica). Este tipo de relaciones de proporcionalidad se cumple, siempre que se verifiquen los criterios de aplicabilidad de la teoría de perturbaciones, tanto para un dieléctrico semiinfinito con superficie rugosa,<sup>[8-13]</sup> como para sistemas más complejos como películas delgadas<sup>[33]</sup> sobre sustratos planos o incluso estructuras de multicapas.<sup>[17-25]</sup> En todos los casos, la única dependencia con la rugosidad superficial aparece en la función PSD, y si se conoce el factor  $F$  es posible calcular la luz dispersada por una superficie poco rugosa, o bien recuperar la PSD de la superficie a partir de medidas de dispersión de luz.

Consideremos el caso más sencillo, en el que la superficie se considera como una intercara rugosa entre el vacío y un medio dieléctrico semiinfinito isótropo y homogéneo de constante dieléctrica  $\epsilon$ , y la onda incidente es una onda plana. El sistema de coordenadas del problema es otra vez el de la figura II.2. El vector de onda incidente,  $\mathbf{k}_i$ , y la normal a la superficie,  $\mathbf{N}$ , definen el plano de incidencia, y la intersección de este plano con el de la superficie se toma como el origen para los ángulos azimutales. En este caso, y considerando el estado de polarización de la luz incidente y el de la dispersada, se obtiene la siguiente expresión:<sup>[1-3,8-13]</sup>

$$I_{\alpha\beta}(\mathbf{k}_{\text{disp}}) = f_{\alpha\beta}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i) g(\mathbf{K}_{\text{disp}} - \mathbf{K}_i), \quad (\text{Ec. II.9})$$

donde  $I_{\alpha\beta}(\mathbf{k}_{\text{disp}})$  representa la intensidad de la luz dispersada por unidad de ángulo sólido y normalizada a la intensidad de luz incidente, con  $\alpha$  y  $\beta$  cualesquiera de los dos estados de polarización  $s$  (campo eléctrico perpendicular al plano de incidencia) y  $p$  (campo eléctrico contenido en el plano de incidencia) de la luz. El vector de onda dispersada (ver la figura II.2) es:



**Figura II. 2:** Dibujo esquemático de la geometría de dispersión de luz para una onda plana incidente.

$$\mathbf{k}_{\text{disp}} \equiv (\mathbf{K}_{\text{disp}}, q) = (2\pi/\lambda)(\text{sen } \theta_d \cos \phi_d, \text{sen } \theta_d \text{sen } \phi_d, \cos \theta_d), \quad (\text{Ec. II.10})$$

de manera que  $\mathbf{K}_{\text{disp}}$  es la componente del vector paralela al plano  $xy$  (plano promedio de la superficie) y  $q$  es la componente perpendicular. Los ángulos  $\theta_d$  y  $\phi_d$  son los ángulos de dispersión polar y azimutal, respectivamente, donde  $\theta_d$  está comprendido entre  $[0^\circ, 90^\circ]$  y  $\phi_d$  entre  $[0^\circ, 360^\circ)$ . El vector de onda incidente,  $\mathbf{k}_i$ , se define de manera análoga, tomando  $\phi_i \equiv 0$ .  $\mathbf{K}_i$  es la componente de dicho vector paralela al plano  $xy$ . Es importante diferenciar entre el ángulo azimutal de dispersión,  $\phi_d$ , y el ángulo azimutal de la superficie,  $\phi$ . Este último se utiliza para indicar la posición de las distintas direcciones de la superficie con respecto al plano de incidencia (ver figura II.2). Finalmente, el factor de proporcionalidad  $f_{\alpha\beta}$  en este caso es:

$$f_{\alpha\beta}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i) = \left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^4 \frac{|\varepsilon - 1|^2}{4(2\pi)^2} \cos^{-1} \theta_i |C_{\alpha\beta}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i)|^2, \quad (\text{Ec. II.11})$$

y las secciones eficaces de dispersión,  $C_{\alpha\beta}$ , en función de las distintas combinaciones del estado de polarización de la luz son:

$$C_{ss}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i) = T_s(\mathbf{K}_{\text{disp}})T_s(\mathbf{K}_i)\cos \phi_d, \quad (\text{Ec. II.12.a})$$

$$C_{sp}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i) = T_s(\mathbf{K}_{\text{disp}})T_p(\mathbf{K}_i)\text{sen } \phi_d \frac{(\varepsilon - \text{sen}^2 \theta_i)^{1/2}}{\varepsilon^{1/2}}, \quad (\text{Ec. II.12.b})$$

$$C_{ps}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i) = T_p(\mathbf{K}_{\text{disp}})T_s(\mathbf{K}_i)\text{sen } \phi_d \frac{(\varepsilon - \text{sen}^2 \theta_d)^{1/2}}{\varepsilon^{1/2}}, \quad (\text{Ec. II.12.c})$$

$$C_{pp}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i) = T_p(\mathbf{K}_{\text{disp}})T_p(\mathbf{K}_i)[\text{sen } \theta_d \text{sen } \theta_i - \varepsilon^{-1} \cos \phi_d (\varepsilon - \text{sen}^2 \theta_d)^{1/2} (\varepsilon - \text{sen}^2 \theta_i)^{1/2}], \quad (\text{Ec. II.12.d})$$

donde los coeficientes de transmisión de Fresnel,  $T_\alpha$ , vienen dados por:

$$T_s(\mathbf{K}_{\text{disp}}) = \frac{2q}{q + \left(\varepsilon |\mathbf{k}_{\text{disp}}|^2 - |\mathbf{K}_{\text{disp}}|^2\right)^{1/2}}, \quad (\text{Ec. II.13.a})$$

$$T_p(\mathbf{K}_{\text{disp}}) = \frac{2\varepsilon^{1/2}q}{\varepsilon q + \left(\varepsilon |\mathbf{k}_{\text{disp}}|^2 - |\mathbf{K}_{\text{disp}}|^2\right)^{1/2}}. \quad (\text{Ec. II.13.b})$$

Como se puede ver a partir de las ecuaciones II.9 y II.10, la luz dispersada en una dirección dada proviene de la componente de la rugosidad de la superficie cuya frecuencia espacial se corresponde con la diferencia de las proyecciones en el plano  $xy$  de los vectores de onda de la luz incidente y dispersada. Por lo tanto, la PSD de la superficie que puede obtenerse a partir de medidas de dispersión de luz está teóricamente limitada en la banda de frecuencias por el intervalo  $(0, 4\pi/\lambda)$ , o expresado en tamaños laterales de rugosidad, el intervalo es  $(\lambda/2, \infty)$ . Desde el punto de vista práctico, para acceder a rugosidades de tamaño mínimo  $\lambda/2$  es necesario medir la luz retrodispersada bajo incidencia rasante, y el tamaño máximo de la rugosidad que se puede medir viene limitado por lo cerca del haz especular que podemos medir la luz dispersada.

Si se recoge en un detector toda la luz dispersada por la superficie en la semiesfera de reflexión, lo que recibe el nombre de dispersión total integrada, se obtiene la integral de la PSD accesible de la superficie, es decir, la rugosidad rms de la superficie limitada en la banda de frecuencia por los ángulos a los que hemos tenido acceso. Para poder recuperar la PSD de la superficie, es necesario medir la distribución angular de la luz dispersada, y la técnica utilizada se denomina dispersión de luz con resolución angular.

Por otro lado, las ecuaciones II.12 predicen que, para la luz dispersada en el plano de incidencia ( $\phi_d = 0$ ), no hay efecto de despolarización de la luz, es decir, que si el estado de polarización de la luz incidente es s o p, la polarización de la luz difusa es la misma. Este resultado es general cuando al aplicar la teoría de perturbaciones nos quedamos únicamente con el término de orden más bajo,<sup>[12]</sup> y comprobar si existe o no dicho efecto en un caso concreto puede servir para ratificar la validez de la teoría de perturbaciones y para asegurar que la luz dispersada proviene únicamente de la rugosidad superficial. Por ejemplo, una superficie contaminada con partículas o un medio con inhomogeneidades en la constante dieléctrica sí pueden dar lugar al cruce de la polarización en el plano de incidencia. Otra manera de verificar la validez de las medidas de dispersión de luz con resolución angular consiste en calcular la PSD a partir de distintas configuraciones de medida (distintos ángulos de incidencia, distintas polarizaciones). Si en todos los casos se obtiene la misma función densidad espectral de potencias, la luz dispersada proviene de la superficie y no de otras posibles fuentes tales como daño subsuperficial. En ese caso, la técnica de dispersión de luz con resolución angular es una herramienta útil para la caracterización de dicha superficie.

### II.2.2. Dispersión de luz láser polarizada con resolución angular: resultados experimentales

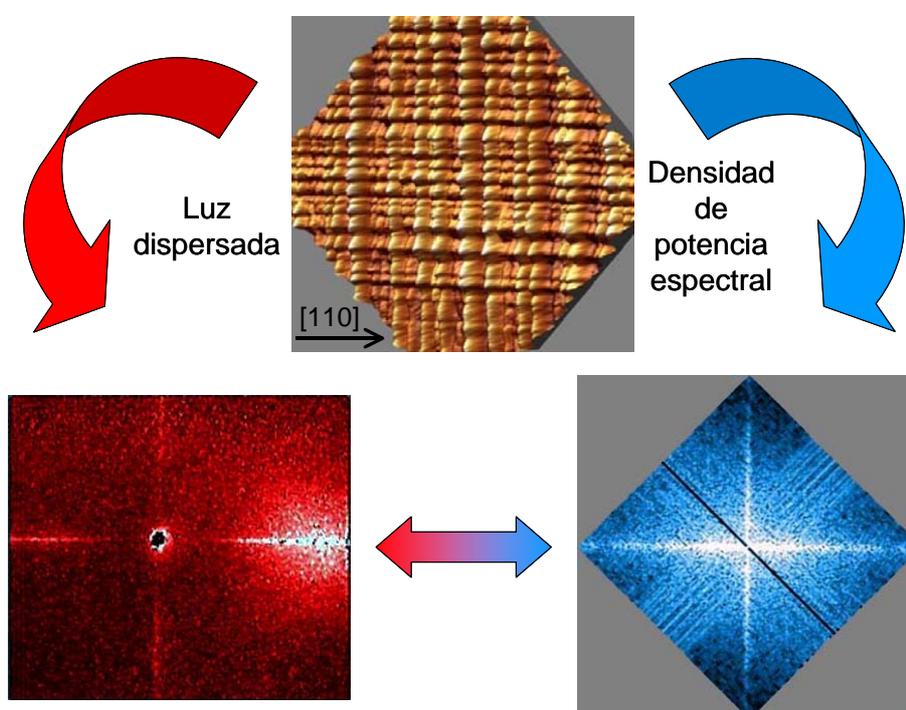
Como ya se ha mencionado anteriormente, para poder interpretar correctamente las medidas *in situ* de dispersión de luz, así como para poder elegir la disposición geométrica de medida más adecuada en cada caso, es necesario disponer de un cierto conocimiento previo de cómo dispersan la luz las diversas morfologías que pueden

aparecer durante el crecimiento. Para ello, hemos realizado una exhaustiva caracterización *ex situ* de la luz dispersada por dos tipos de morfologías que aparecen frecuentemente durante la fabricación por MBE de heteroestructuras de semiconductores III-V. Este estudio nos ha permitido, además de optimizar la técnica para monitorizar *in situ* y en tiempo real la evolución de la morfología, establecer las posibilidades de la técnica de dispersión de luz para caracterizar la topografía de este tipo de sistemas y asegurar la validez y utilidad de la teoría de perturbaciones en este caso.<sup>[42]</sup> Para llevarlo a cabo hemos contado con la colaboración del Dr. José Antonio Sánchez Gil, que estableció el formalismo para calcular las funciones PSD a partir de la distribución angular de la intensidad de luz dispersada medida y analizó las densidades espectrales de potencias obtenidas.

El estudio se ha centrado en la caracterización de la morfología de surcos entrecruzados (que en inglés se denomina “*crosshatch*”), y de superficies que presentan una alta densidad de defectos ovales. La morfología de surcos entrecruzados, que también llamaremos patrón de surcos entrecruzados,<sup>[44]</sup> es típica en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ( $\epsilon_0 < |2| \%$ ), como veremos en el siguiente capítulo, y el determinar *in situ* su evolución, así como controlarla en función de las condiciones de crecimiento, constituye uno de los aspectos fundamentales de este trabajo de tesis. Esta morfología consiste en la presencia en la superficie de caballones y surcos alineados a lo largo de las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$ , y por tanto entrecruzados entre sí, con una distancia promedio entre los surcos a lo largo de cada dirección bien definida. Su formación se debe a variaciones locales en la velocidad de crecimiento de la capa epitaxial tensada debidas a la existencia de campos de tensiones en la superficie generados por las dislocaciones de desacople del parámetro de red que se forman en la intercara durante los procesos de relajación plástica.<sup>[44-48]</sup> En la parte superior de la figura II.3 puede verse la representación tridimensional de una superficie con una morfología de este tipo, realizada a partir de las medidas con el microscopio de fuerzas de la topografía de dicha superficie.

El otro tipo de morfología estudiada consiste en la presencia de defectos ovales en la superficie. Los defectos ovales, a los que también se ha denominado defectos “grano de café”, son defectos aislados y distribuidos de forma aleatoria por la superficie, y su aparición ha sido atribuida principalmente a dos causas:<sup>[49-52]</sup> (i) la presencia, antes del crecimiento, de impurezas y partículas contaminantes en la superficie del sustrato, (ii) aglomeraciones de galio líquido y/u óxidos de galio provenientes de la célula de galio durante el crecimiento. La formación de defectos ovales es inevitable durante la fabricación de capas epitaxiales por MBE, aunque su densidad se ha visto considerablemente reducida en los últimos años con los avances tecnológicos en los sistemas de crecimiento.<sup>[53]</sup> En este caso, es importante analizar la contribución debida a la presencia en la superficie de este tipo de defectos al total de luz dispersada, para poder así discriminar la señal proveniente de estos defectos de la causada por el desarrollo de otro tipo de morfología más representativa del proceso de crecimiento, o para poder detectar rápidamente problemas de contaminación durante el crecimiento que dan lugar a un exceso de defectos ovales.

En la parte superior de la figura II.3 se muestra una superficie con una morfología de surcos entrecruzados, donde vemos los caballones y los surcos orientados a lo largo de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie. En la parte inferior derecha de dicha figura aparece la función de densidad espectral de potencias de esta misma superficie, calculada a partir del perfil de la superficie obtenido por AFM. Como ya se ha dicho en el apartado anterior, la función PSD de la superficie contiene toda la información estadística relevante para caracterizar una superficie. En este caso, la función PSD es claramente anisótropa, y está formada por dos componentes unidimensionales paralelas a los ejes  $\langle 110 \rangle$ , y una componente bidimensional. La componente unidimensional horizontal es mayor que la vertical, y ambas son mayores que la parte bidimensional de la PSD. Cuando la rugosidad de la superficie es pequeña comparada con la longitud de onda, como es el caso, la luz dispersada por la superficie es proporcional a su PSD. En la parte inferior izquierda de la figura II.3 podemos ver una fotografía de la luz dispersada por una superficie que presenta una morfología de este tipo cuando es



**Figura II.3:** Esquema de la caracterización de la topografía mediante la técnica de dispersión de luz. En la parte superior se muestra la representación tridimensional de la imagen obtenida mediante microscopía de fuerzas de una superficie rugosa que presenta una morfología de surcos entrecruzados. En la parte inferior derecha aparece la función PSD calculada a partir del perfil de la superficie medido con el microscopio de fuerzas. En la parte inferior izquierda se presenta una fotografía de la luz que dispersa una superficie de este tipo cuando es iluminada por un láser de He-Ne en incidencia normal. Para superficies poco rugosas, la luz dispersada es proporcional a la PSD de la superficie. De esta manera, es posible calcular la luz que dispersa una superficie a partir de su PSD, y se puede conocer la PSD de una superficie midiendo la distribución angular de la luz que dispersa.

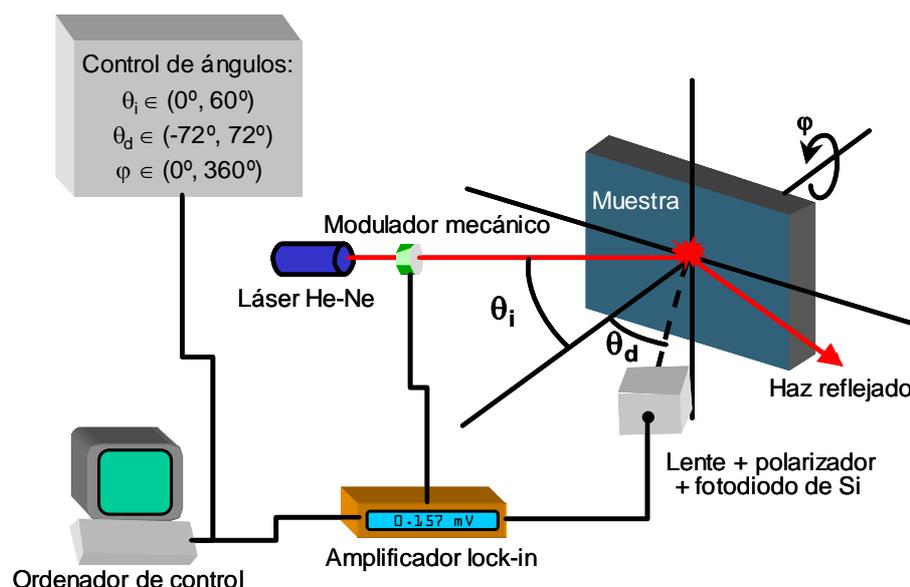
iluminada por un láser de He-Ne en incidencia normal. Esta fotografía ha sido tomada con una cámara CCD, proyectando la luz dispersada por la superficie en una pantalla plana situada enfrente de la muestra. El centro de la pantalla se ha perforado para permitir que el haz incidente llegue a la superficie de la muestra. En esta imagen se observa que, efectivamente, esta superficie dispersa la luz de manera muy anisótropa, en forma de cruz, donde la mayor parte de la señal está concentrada en dos direcciones perpendiculares entre sí, correspondientes a las componentes unidimensionales de la PSD. La línea brillante horizontal es paralela a la dirección [110] de la superficie, y corresponde a la luz dispersada por los motivos perpendiculares a dicha dirección. La línea vertical proviene de los motivos paralelos a la dirección [110]. Además, existe un fondo isótropo que es debido a la componente bidimensional de la PSD.

Por lo tanto, para poder caracterizar la rugosidad superficial de una muestra de este tipo mediante medidas de dispersión de luz, tenemos que obtener todas las componentes de la PSD. Para ello, tenemos que medir la distribución angular de la luz dispersada, y no basta con la distribución angular en una única dirección sino que es necesario analizar distintas direcciones de la superficie. A continuación, vamos a ver el sistema experimental que hemos construido para caracterizar *ex situ* los dos tipos de topografías mencionadas, y el tipo de medidas que nos permite realizar. Después, se presentan los resultados, tanto cualitativos como cuantitativos, que hemos obtenido en ambos casos. La validez de la información cuantitativa obtenida a partir de las medidas de dispersión de luz se ha establecido comparando los resultados con medidas de las superficies realizadas con el microscopio de fuerzas.

### II.2.2.a. Sistema experimental

El sistema experimental que hemos utilizado para la caracterización *ex situ* de la rugosidad superficial está representado esquemáticamente en la figura II.4, y el sistema de coordenadas empleado aparece en la figura II.2. Utilizamos como fuente de luz un láser de He-Ne ( $\lambda = 632,8$  nm) linealmente polarizado, cuya potencia es de 10 mW. El tamaño del punto de la superficie iluminado por el láser es de aproximadamente 1 mm de diámetro. El láser se puede rotar sobre su eje, de manera que podemos seleccionar la polarización de la luz que incide sobre la superficie. La muestra se coloca en un goniómetro que nos permite cambiar el ángulo de incidencia,  $\theta_i$ , entre  $0^\circ$  y  $60^\circ$ , y el ángulo azimutal de la superficie,  $\varphi$ , entre  $0^\circ$  y  $360^\circ$ . El ángulo azimutal de la superficie nos indica la posición relativa de la superficie con respecto al plano de incidencia, y hemos tomado como origen la posición en la que la dirección [110] de la superficie está contenida en el plano de incidencia.

La luz dispersada se recoge con un fotodiodo de silicio colocado en el plano de incidencia, de manera que  $\phi_d = 0^\circ$  en todas las medidas. El fotodiodo está montado sobre un brazo giratorio que nos permite moverlo en el plano de incidencia entre  $\theta_d = -72^\circ$  y  $\theta_d = 72^\circ$ . Denotamos con valores negativos de  $\theta_d$  las posiciones del fotodiodo que corresponden a  $\varphi = 180^\circ$ . Delante del fotodiodo hemos colocado un prisma



**Figura II.4:** Esquema del montaje experimental empleado en las medidas de dispersión de luz con resolución angular y en las medidas de dependencia azimutal de la luz dispersada.

anizador de la polarización, de manera que podemos seleccionar la polarización de la luz dispersada que recogemos. Puesto que todas las medidas se realizan en el plano de incidencia, y que la teoría de perturbaciones predice que en dicho plano no hay efecto de despolarización de la luz dispersada, la posibilidad de controlar la polarización de la luz incidente y detectada nos proporciona una herramienta rápida para verificar la validez de la aplicación de la teoría de perturbaciones al análisis de la luz dispersada por las superficies bajo estudio, o para comprobar que no estamos recibiendo luz proveniente de otras fuentes distintas de la superficie, como puede ser un borde de la muestra o una partícula adherida a la superficie. Para aumentar un poco la cantidad de luz difusa recogida por el fotodiodo, enfocamos la zona iluminada de la superficie con una lente colocada delante del fotodiodo. A esta lente se le ha superpuesto una rendija rectangular que nos permite aumentar la resolución angular del sistema. Con esta configuración, la apertura angular del detector en el plano de incidencia,  $\Delta\theta_d$ , es  $1,8^\circ$ , la apertura perpendicular al plano de incidencia es  $5,2^\circ$  y el ángulo sólido que abarca el detector,  $\Delta\Omega_d$ , es  $2,8 \times 10^{-3}$  estereorradianes.

Con este montaje podemos realizar dos tipos de medidas: medidas de dispersión de luz con resolución angular, o ARLS (del inglés “*Angle-Resolved Light Scattering*”) y medidas de dependencia azimutal de la luz dispersada, o abreviadamente AzLS (acrónimo del inglés “*Azimuthal-dependent Light Scattering*”).

Para realizar las medidas AzLS, se elige el ángulo  $\theta_i$  y la polarización del haz incidente, se coloca el fotodiodo en una posición fija  $\theta_d$  y se rota la muestra para obtener la intensidad de luz dispersada en función del ángulo azimutal de la superficie. Este

tipo de medidas nos permite detectar la isotropía o anisotropía de la luz dispersada por la superficie, y en el caso de que obtengamos un patrón anisótropo de dispersión, es decir, que la intensidad de luz dispersada dependa de  $\varphi$ , podemos identificar las direcciones preferentes de dispersión. Este tipo de medidas, aunque no proporciona información cuantitativa acerca de la rugosidad, resulta imprescindible para asegurar que se están caracterizando correctamente las superficies y que se están estudiando todas las componentes de la luz dispersada. Además, y como se verá más adelante, constituye una herramienta muy sencilla para identificar morfologías de surcos entrecruzados.

En las medidas ARLS se realiza un barrido con el fotodiodo manteniendo fijos el ángulo de incidencia, el ángulo azimutal de la superficie y la polarización de la luz. Así se obtiene la distribución de la intensidad de luz dispersada en el plano de incidencia, y por lo tanto información acerca de la componente de la PSD de la superficie contenida en el plano de incidencia. Si la superficie es isotropa, con una única medida se obtiene toda la información necesaria para caracterizar la superficie. Si la superficie es anisótropa, es necesario realizar distintos barridos cambiando el ángulo azimutal de la superficie para extraer las distintas componentes. Las direcciones de la superficie que se han de colocar en el plano de incidencia para realizar los barridos ARLS de una superficie anisótropa se identifican previamente mediante medidas AzLS. Durante la caracterización de cada una de las direcciones de la superficie realizamos, en general, barridos ARLS con varios ángulos de incidencia ( $\theta_i = 0^\circ, 10^\circ, 20^\circ, 30^\circ$  y  $40^\circ$ ) y con la luz incidente polarizada tanto en s como en p. Si, independientemente de las condiciones de medida, obtenemos luego la misma función PSD se asegura la fiabilidad de las expresiones utilizadas en los cálculos. Por otro lado, la función PSD de la superficie es una función simétrica, es decir, tiene el mismo valor para las frecuencias positivas que las negativas. Puesto que en las medidas en incidencia normal,  $\theta_i = 0^\circ$ , los ángulos  $\theta_d$  positivos y negativos se corresponden directamente con las frecuencias positivas y negativas (ecuaciones II.9 y II.10), la luz dispersada en esta configuración ha de ser simétrica respecto de la normal. Este criterio permite comprobar si las medidas se están realizando correctamente, o si hay otras fuentes de luz difusa que interfieren con los resultados.

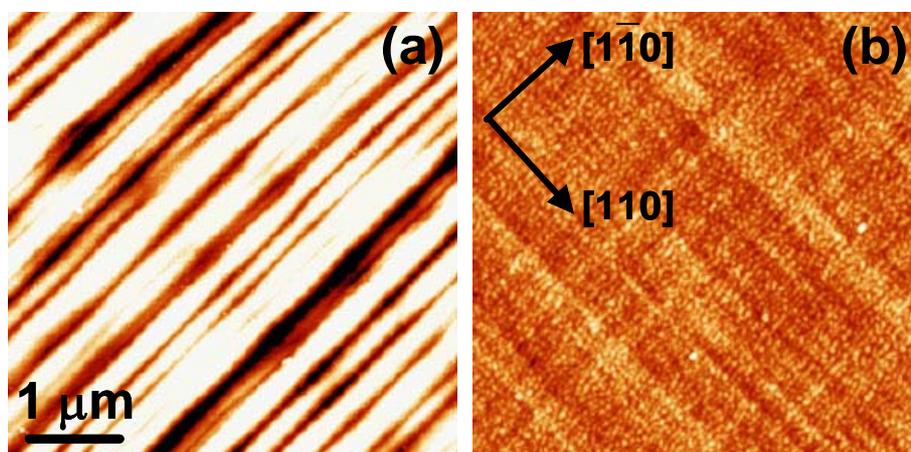
Cuando, en el transcurso de las medidas ARLS, el fotodiodo recorre posiciones cercanas al valor  $(-\theta_i)$  bloquea al haz incidente, de manera que con nuestro sistema experimental no es posible obtener información acerca de la retrodispersión. Por otro lado, y puesto que la apertura angular del detector es  $1,8^\circ$  en el plano de incidencia, lo máximo que nos podemos acercar al haz especular es aproximadamente  $1^\circ$ . Por lo tanto, la limitación en la banda de frecuencias de la PSD que podemos extraer con este montaje de dispersión de luz viene dada, expresada en tamaños laterales de la rugosidad, por el intervalo  $(\sim 0,6\lambda, \sim 90\lambda)$ .

La intensidad de luz dispersada es muy baja, por lo que todas las medidas se realizan con un amplificador lock-in para rechazar señales espurias y mejorar la relación de la señal frente al ruido. Para superficies muy poco rugosas, como las de las heteroestructuras fabricadas por MBE, la intensidad de la luz difusa cercana al haz especular es tres o cuatro órdenes de magnitud menor que la intensidad de dicho haz, y

puede disminuir en otros dos o tres órdenes de magnitud al alejarnos de él durante los barridos ARLS. Para eliminar otras posibles fuentes de luz difusa ajenas a la muestra y así mejorar también la sensibilidad del sistema experimental, la cámara donde se encuentra el goniómetro en el que se coloca la muestra se ha forrado de negro, y el láser está separado de la muestra por una pantalla negra en la que se ha perforado un agujero para que pase el haz incidente. Nuestro sistema nos permite medir superficies cuya rugosidad rms sea de tan sólo 0,3 nm. En cuanto a valores máximos de rugosidad, para superficies cuya rugosidad rms sea superior a unos 50 nm aproximadamente no se podría aplicar la teoría de perturbaciones en el orden más bajo, por lo que los barridos ARLS no servirían para calcular su PSD.

### II.2.2.b. Distribución de la luz dispersada por diversas morfologías características en heteroestructuras III-V

La topografía de surcos entrecruzados es, como ya se ha mencionado anteriormente, muy habitual durante el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ( $\epsilon_0 < |2| \%$ ), y se caracteriza por la presencia en la superficie de crestas y surcos alineados a lo largo de las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$ . Sin embargo, los detalles finales de la morfología resultante dependen de las condiciones de crecimiento empleadas, y cambios en la temperatura de deposición de la capa epitaxial, por ejemplo, dan lugar a morfologías de surcos entrecruzados diferentes entre sí.<sup>[54]</sup> La figura II.5 muestra las imágenes obtenidas mediante microscopía de fuerzas de la superficie de dos capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  de 400 nm de espesor crecidas sobre GaAs (001) (la diferencia de parámetro de red entre ambos materiales es  $\epsilon_0 = -1,4 \%$ ). La heteroestructura cuya superficie aparece en la imagen (a) fue crecida por MBE a 500 °C (y la denominaremos muestra A); la de imagen (b)



**Figura II.5:** Imágenes ( $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ ) obtenidas con el microscopio de fuerzas de dos superficies que presentan sendas morfologías de surcos entrecruzados. a) Superficie de una capa de 400 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  sobre GaAs (001) crecida por MBE convencional a 500 °C. b) Ídem crecida por ALMBE a 200 °C. Ambas imágenes están representadas con la misma escala de colores.

fue crecida por ALMBE a 200 °C (muestra B). Ambas imágenes están representadas con la misma escala de colores para poder distinguir las diferencias en la rugosidad de las dos superficies a simple vista. Como se observa en la figura, ambas muestras presentan una morfología de surcos entrecruzados, pero con notables diferencias debidas a las diferencias en las condiciones de crecimiento.

La superficie de la muestra A es muy rugosa, claramente anisótropa y con los caballones a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  mucho más altos y más próximos entre sí que los paralelos a la dirección  $[110]$ . Por el contrario, la muestra B es mucho menos rugosa que la anterior y los surcos orientados en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  son similares entre sí, aunque esta superficie también es anisótropa. En la Tabla II.I se presentan los valores de los parámetros que hemos considerado más representativos para caracterizar las superficies con morfología de surcos entrecruzados, obtenidos a partir de las medidas de AFM para las muestras A y B: la distancia promedio entre dos crestas consecutivas a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ ,  $d_{[110]}$  y  $d_{[1\bar{1}0]}$ , y la altura promedio de pico a valle de los surcos,  $h_{[110]}$  y  $h_{[1\bar{1}0]}$ . Todos los datos provienen del promedio de perfiles trazados a lo largo de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  en áreas rectangulares de la superficie. Además, en la tabla también aparece la rugosidad rms de la superficie,  $\delta$ .

Una superficie con morfología de surcos entrecruzados dispersa la luz de manera anisótropa y en forma de cruz, como se ha comentado más atrás y se ve en la parte inferior izquierda de la figura II.3. Cada brazo de la cruz paralelo a una de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie proviene de la luz dispersada por los surcos

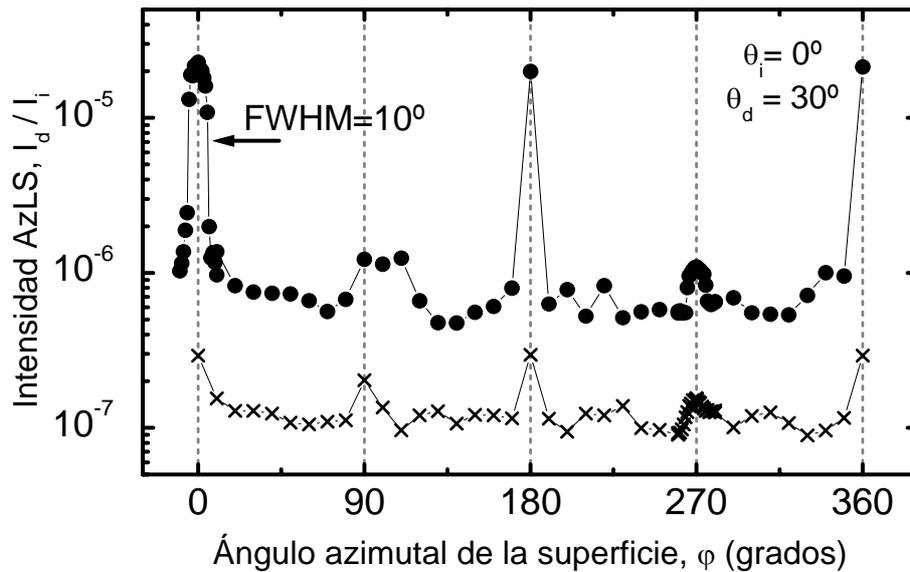
		$d_{[110]}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{[1\bar{1}0]}$ ( $\mu\text{m}$ )	$h_{[110]}$ (nm)	$h_{[1\bar{1}0]}$ (nm)	$\delta$ (nm)
AFM	Muestra A	0,71	1,3	$17,2 \pm 0,5$	$2,3 \pm 0,3$	4,7
	Muestra B	No está definida	No está definida	$2,5 \pm 0,2$	$2,1 \pm 0,2$	1,4
ARLS	Muestra A	0,74	1,15	12	3,2	5,2
	Muestra B	0,33	0,2	1,8	1,7	1,5

**Tabla II.I:** Valores correspondientes a las muestras A y B de los parámetros representativos de la morfología de surcos entrecruzados, obtenidos a partir de las medidas de dispersión de luz y microscopía de fuerzas. La distancia promedio entre surcos que discurren paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$  se designa por  $d_{[110]}$  y su altura promedio de pico a valle es  $h_{[110]}$ . Para los surcos paralelos a la dirección  $[110]$ , la distancia entre surcos y su altura son  $d_{[1\bar{1}0]}$  y  $h_{[1\bar{1}0]}$ , respectivamente. La rugosidad rms de las superficies es  $\delta$ .

orientados a lo largo de la dirección perpendicular. El fondo de luz difusa en todas las direcciones se debe a la componente bidimensional de la rugosidad. Todas estas características se ponen de manifiesto en las medidas AzLS de estas muestras, que además nos permiten identificar las dos direcciones preferentes de dispersión de luz en este tipo de superficies. La figura II.6 muestra las medidas AzLS, normalizadas por la intensidad de luz incidente, para las muestras A (círculos negros) y B (cruces). Las medidas fueron realizadas iluminando la muestra en incidencia normal con el haz polarizado en s. En la figura aparecen los valores de la intensidad de luz dispersada con polarización s recogida por el detector en el ángulo  $\theta_d = 30^\circ$  del plano de incidencia. Para las dos muestras, se ve que la intensidad presenta máximos cuando el detector recoge la luz dispersada por las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$  de la superficie, es decir, que éstas son las direcciones preferentes de dispersión de esta morfología. Además, los picos de intensidad de luz dispersada son muy estrechos en torno a esas dos direcciones, lo cual indica la unidimensionalidad de las dos componentes de rugosidad a lo largo de dichas direcciones. La anchura a media altura del pico (FWHM, del inglés “*full width at half-maximum*”), calculada a partir de los datos que aparecen en la figura II.6, es  $10^\circ$ , y teniendo en cuenta la apertura angular del detector, hemos estimado que su valor es  $5^\circ$ . La estrechez de los máximos de intensidad en torno a las direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie en las medidas AzLS es característica de las morfologías de surcos entrecruzados. Por lo tanto, encontrar máximos de intensidad estrechos en torno a esas direcciones es un claro indicativo de la existencia de una morfología de surcos entrecruzados en heteroestructuras con diferencia de parámetro de red pequeña.

En las medidas AzLS correspondientes a la muestra A que aparecen en la figura II.6 se puede ver que la intensidad en  $\varphi = 0^\circ, 180^\circ$  es un orden de magnitud mayor que la señal en  $\varphi = 90^\circ, 270^\circ$ , lo cual indica que la componente de la rugosidad a lo largo de la dirección  $[110]$  es mayor que la componente de la rugosidad en la dirección perpendicular para la frecuencia espacial a la que corresponden las medidas. Este mismo resultado se reproduce en medidas AzLS realizadas en otras configuraciones angulares (y por tanto relativas a otras frecuencias espaciales), por lo que podemos concluir que los caballones paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$  son más altos que los otros, tal y como corrobora la imagen AFM de la superficie (figura II.5). Por otro lado, la intensidad de luz dispersada por la muestra B, que también presenta los picos característicos del tipo de morfología, es considerablemente menor que la intensidad proveniente de la muestra A, lo que pone de manifiesto que la superficie de dicha muestra es menos rugosa que la de la otra. Además, la intensidad de los máximos en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  es muy similar en el caso de la muestra B, de lo que podemos deducir que la rugosidad a lo largo de ambas direcciones presenta propiedades estadísticas parejas. De nuevo, toda esta información cualitativa que obtenemos a partir de las medidas AzLS acerca de la superficie de la muestra B se ve corroborada por la imagen AFM (figura II.5).

Para obtener más información acerca de la superficie es necesario estudiar la distribución angular de la luz dispersada en cada una de las direcciones relevantes. La figura II.7 nos muestra las medidas ARLS, normalizadas por la intensidad de la luz

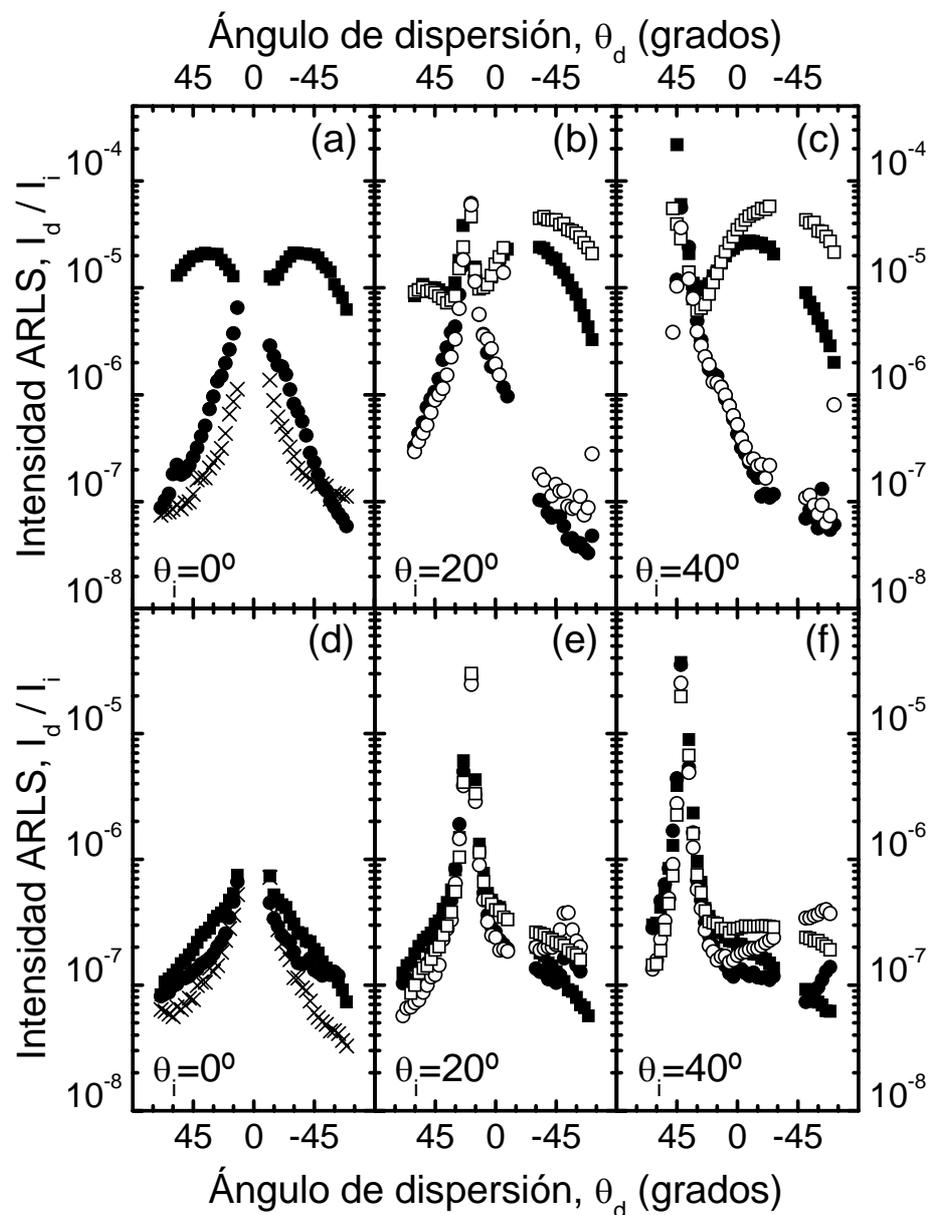


**Figura II.6:** Intensidad de luz dispersada con polarización s por las muestras A (círculos negros) y B (cruces) durante las medidas de dependencia azimutal de la luz dispersada (AzLS). Las medidas se realizaron en incidencia normal con un haz polarizado en s. El detector se encontraba en el plano de incidencia en la posición  $\theta_d = 30^\circ$ . Cuando el ángulo azimutal de la superficie,  $\phi$ , es  $0^\circ$  y  $180^\circ$ , la dirección  $[110]$  de la superficie está contenida en el plano de incidencia.

incidente, de las muestras A (figuras II.7-(a)–II.7-(c)) y B (figuras II.7-(d) –II.7-(f)). Los símbolos cuadrados, los símbolos redondos y las cruces representan la intensidad ARLS cuando las direcciones  $[110]$ ,  $[1\bar{1}0]$  y  $[100]$  de la superficie, respectivamente, están contenidas en el plano de incidencia. Los experimentos se han realizado utilizando diversas configuraciones: se ha medido con tres ángulos de incidencia distintos y con los dos estados de polarización de la luz s y p. Así, las figuras II.7-(a) y II.7-(d) corresponden a  $\theta_i = 0^\circ$ , las figuras II.7-(b) y II.7-(e) a  $\theta_i = 20^\circ$  y las figuras II.7-(c) y II.7-(f) a  $\theta_i = 40^\circ$ . Los símbolos rellenos representan la luz con polarización s dispersada por la superficie cuando ésta se ilumina con un haz polarizado también s (dispersión ss), los símbolos huecos corresponden a la dispersión pp. También hemos medido la luz dispersada en la polarización cruzada a la incidente, pero no hemos detectado señal: estas muestras no presentan efectos de despolarización de la luz dispersada en el plano de incidencia.

Cada una de las curvas que aparece en la figura II.7 es el promedio de varias medidas llevadas a cabo en la misma configuración pero con distinta realización. Esto quiere decir que las medidas se efectuaban de diversas maneras pero todas ellas equivalentes entre sí, bien porque eran configuraciones simétricas o bien porque respondían a dos realizaciones estadísticas distintas de la misma superficie. Por ejemplo, es equivalente medir la superficie con  $\theta_i = 20^\circ$  que girar la muestra  $180^\circ$  y medir con lo que podríamos denominar “ $\theta_i = -20^\circ$ ”. Si esa misma muestra se mide con “ $\theta_i = -20^\circ$ ” sin girarla, estamos midiendo otra realización de la misma superficie. El

motivo de ejecutar este tipo de promedios es que así se minimizan las posibles contribuciones de luz dispersada por distintos elementos del sistema de medida al total de luz detectada.

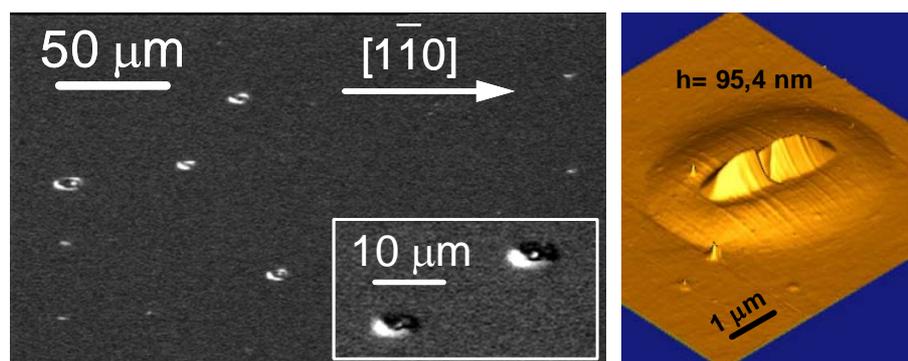


**Figura II.7:** Distribución angular de la intensidad de luz dispersada en el plano de incidencia por las muestras A [(a)-(c)] y B [(d)-(f)] cuando las direcciones [110] (símbolos cuadrados), [110] (símbolos redondos) y [100] (cruces) están contenidas en dicho plano. Las medidas se han realizado con tres ángulos de incidencia distintos:  $\theta_i = 0^\circ$  [(a), (d)],  $\theta_i = 20^\circ$  [(b), (e)] y  $\theta_i = 40^\circ$  [(c), (f)]. Símbolos rellenos: luz incidente y dispersada con polarización s; símbolos huecos: luz incidente y dispersada polarizadas p.

La señal proveniente de la muestra B era muy baja, por lo que aumentamos la apertura angular del detector al medir esta muestra para recoger mayor cantidad de luz dispersada. Por consiguiente, no es posible comparar directamente los valores de intensidades de las gráficas superiores de la figura II.7 con los de las inferiores. Sin embargo, a pesar del aumento en la apertura del detector la señal procedente de la muestra B siguió siendo inferior a la de la muestra A, de manera que la discusión cualitativa relativa a las intensidades de la luz dispersada por ambas muestras sigue teniendo validez. Además, a la hora de calcular las funciones PSD de las superficies, las intensidades se normalizan por las aperturas angulares de la medida, como se verá más adelante, por lo que dichas PSD sí son comparables.

En la figura II.7 aparecen las distribuciones angulares de la luz dispersada por las componentes de la rugosidad superficial paralelas a las direcciones  $[110]$  (símbolos cuadrados) y  $[1\bar{1}0]$  (símbolos redondos), y a la dirección intermedia  $[100]$  (cruces). Las medidas ARLS confirman que las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$  son direcciones preferentes de dispersión de luz, como se había obtenido de las medidas AzLS. Tal y como se verá en el siguiente subapartado, estas medidas proporcionan información acerca de las componentes unidimensionales de la rugosidad en esas direcciones, es decir, de los surcos y caballones, y cuando se analizan con las expresiones obtenidas de la teoría de perturbaciones nos permiten obtener valores de la altura de los surcos y de la distancia entre ellos. Las medidas a largo de la dirección intermedia nos proporcionan información acerca de la componente bidimensional de la rugosidad. De las medidas ARLS que aparecen en la figura II.7 también se obtiene que la muestra B es menos rugosa que la muestra A, puesto que la intensidad de luz dispersada es menor, y que los surcos paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$  son más altos que los surcos perpendiculares en la muestra A, mientras que para la muestra B son mucho más parecidos. La particular distribución angular de la intensidad de luz dispersada obtenida depende de la configuración de medida, tal y como se ve en la figura II.7, aunque los resultados cualitativos expuestos aquí se pueden extraer a partir de cualquier conjunto de curvas.

Una vez visto cómo dispersa la luz una superficie con una morfología de surcos entrecruzados, vamos a pasar al estudio de una superficie que presenta una alta densidad de defectos ovales. En este caso, se trata de la superficie de una capa homoepitaxial de GaAs, de 780 nm de espesor, depositada por MBE a 580 °C sobre GaAs (001). Esta muestra, que denominaremos muestra C, presenta una densidad extremadamente alta de defectos ovales con una distribución muy amplia de tamaños laterales ( $100 \text{ nm} < l < 8 \text{ }\mu\text{m}$ ) y alturas ( $50 \text{ nm} < h < 1 \text{ }\mu\text{m}$ ). En la imagen II.8 se puede ver, en la parte izquierda, una micrografía Nomarski de la superficie de dicha muestra. En dicha micrografía se aprecia claramente la presencia de varios defectos de tamaños diversos, distribuidos aleatoriamente por la superficie. Los defectos ovales son, como muestra la imagen, alargados y con el eje largo orientado a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  de la superficie. Su aspecto recuerda al de un grano de café, por lo que a este tipo de defectos se le ha denominado también en la literatura defecto “grano de café”. El recuadro de la parte inferior derecha de la micrografía muestra un detalle de la superficie obtenido con mayores aumentos, y en él se observan claramente dos

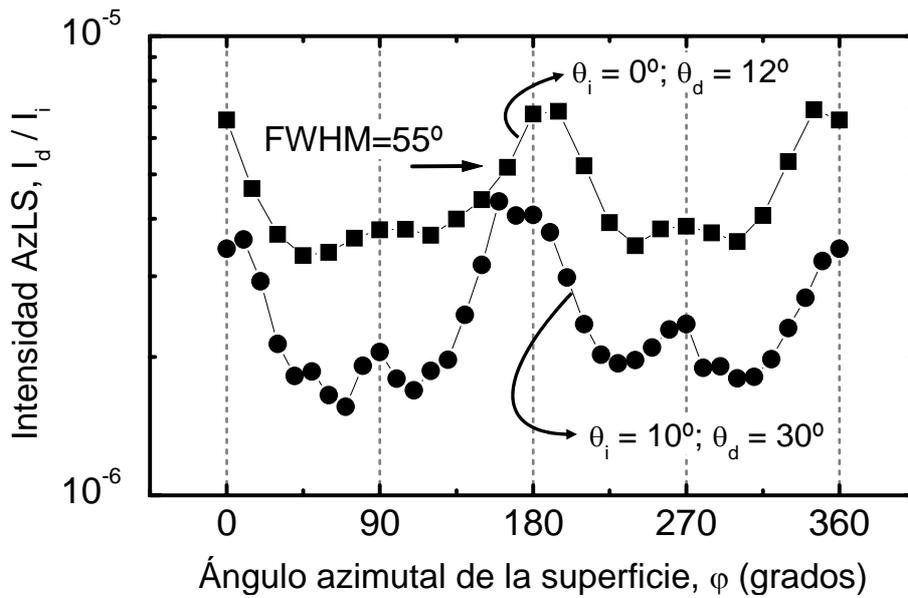


**Figura II.8:** Izquierda: Micrografía Nomarski de la superficie de una capa homoepitaxial de GaAs con una densidad muy alta de defectos ovales de tamaños muy diversos. En el recuadro de la parte inferior derecha de la imagen se muestra otra micrografía obtenida con más aumentos. Derecha: Representación tridimensional del perfil de uno de estos defectos ovales obtenido mediante microscopía de fuerzas.

defectos ovales de unas  $8 \mu\text{m}$  de longitud. En la parte derecha de la imagen II. 8 aparece la representación tridimensional del perfil de uno de estos defectos ovales obtenido mediante microscopía de fuerzas.

En la figura II.9 se enseña la dependencia azimutal de la intensidad de luz dispersada por la muestra C normalizada a la intensidad de luz incidente. Las medidas AzLS fueron efectuadas con el haz de luz incidente en polarización s, y detectando la luz dispersada polarizada s en dos configuraciones diferentes: los círculos representan la luz recogida por el detector en la posición  $\theta_d = 30^\circ$  del plano de incidencia cuando  $\theta_i = 10^\circ$ ; los cuadrados, la luz recogida por el detector en  $\theta_d = 12^\circ$  bajo iluminación en incidencia normal. La señal depende ligeramente del ángulo azimutal de la superficie y, como puede verse en esta figura, posee dos máximos centrados en  $\varphi = 0^\circ$  y  $180^\circ$ , pero que no pueden relacionarse con ninguna componente unidimensional de la rugosidad puesto que son muy anchos ( $\text{FWHM} = 50^\circ$ ). Estos picos anchos se deben al aspecto alargado en la dirección  $[1\bar{1}0]$  de los defectos ovales, y han aparecido en todas las medidas AzLS que hemos realizado de superficies con defectos ovales, aunque la intensidad total de luz dispersada depende de la densidad de defectos ovales y de la particular distribución de tamaños de cada muestra.

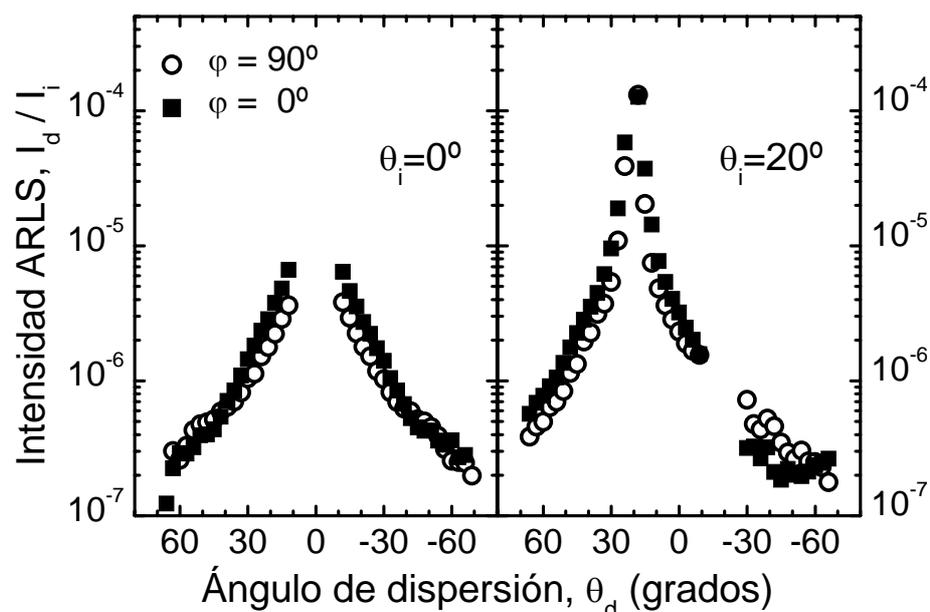
De las medidas AzLS de la muestra C se obtiene que la rugosidad superficial de dicha muestra no tiene componentes unidimensionales, y que su componente bidimensional, aunque no es perfectamente isotrópica, está cerca de serlo puesto que la dependencia azimutal de la intensidad de luz dispersada es pequeña. Para extraer más información acerca de la topografía de dicha muestra, hemos realizado varias medidas ARLS. La figura II.10 contiene la distribución angular en el plano de incidencia de la intensidad de luz dispersada ss por las direcciones  $[110]$  (cuadrados rellenos) y  $[1\bar{1}0]$  (círculos huecos) de la superficie, normalizadas por la intensidad de luz incidente. La gráfica de la izquierda corresponde a medidas tomadas con  $\theta_i = 0^\circ$ , y en la gráfica de la



**Figura II.9:** Dependencia azimutal de la intensidad de luz dispersada ss por una superficie que presenta una densidad muy alta de defectos ovales. Los cuadrados y los círculos representan la intensidad recogida por el detector en las dos configuraciones indicadas en la gráfica.

derecha  $\theta_i = 20^\circ$ . En estas gráficas se ve cómo la distribución angular de la luz dispersada es muy similar en ambas direcciones, corroborando que la rugosidad es casi isotrópica en este caso. También se han efectuado medidas en otras direcciones (no incluidas en la figura), que dan la misma distribución angular. En esta muestra tampoco se han detectado efectos de despolarización de la luz dispersada en el plano de incidencia.

Los defectos ovales son, como ya se mencionó, inherentes al proceso de crecimiento por MBE, aunque su densidad ha disminuido mucho con el desarrollo tecnológico en los sistemas de crecimiento. Obviamente, la superficie de una heteroestructura con morfología de surcos entrecruzados también presenta defectos ovales. Sin embargo, podemos asumir que los dos tipos de rugosidad no están correlacionados entre sí, puesto que se originan por dos procesos totalmente diferentes e independientes: los defectos ovales se deben a impurezas en la superficie y a depósitos de galio líquido, y la morfología de surcos entrecruzados se forma por la presencia de campos de tensiones en la superficie. Cuando coexisten en una superficie dos tipos de rugosidad sin ninguna correlación, la señal dispersada por esa superficie es la suma de la luz dispersada por cada una de las componentes. Si la densidad de defectos ovales en una superficie es muy alta, debido a algún problema durante el crecimiento, la contribución de la luz dispersada por estos defectos al total de la señal es muy alta, y puede enmascarar la señal procedente de otro tipo de morfología también presente. La dependencia azimutal de la luz dispersada, con los picos anchos en la dirección [110] de la superficie, tal y como se aprecia en la figura II.9, nos puede servir para identificar si la señal procede de la presencia de este tipo de defectos en la superficie. En el caso de las muestras A y B, las medidas AzLS muestran claramente



**Figura II.10:** Medidas ARLS de una superficie que presenta una alta densidad de defectos ovales. En las gráficas aparece la distribución angular de la intensidad de luz polarizada  $s$  dispersada en el plano de incidencia por las componentes de rugosidad superficial paralelas a las direcciones  $[110]$  (cuadrados rellenos) y  $[1\bar{1}0]$  (círculos huecos). Las gráficas corresponden a medidas tomadas con luz incidente polarizada  $s$  y  $\theta_i = 0^\circ$  (izquierda) y  $\theta_i = 20^\circ$  (derecha).

picos muy estrechos, que delatan la presencia de las dos componentes unidimensionales de la rugosidad características de la morfología de surcos entrecruzados. De hecho, la densidad de defectos ovales en estas superficies es muy baja, y su contribución a la luz dispersada queda completamente encubierta por la señal procedente de la topografía de surcos entrecruzados.

Como hemos visto, la distribución de intensidad de luz dispersada obtenida mediante las medidas AzLS y ARLS nos permite identificar el tipo de rugosidad presente en una superficie, así como obtener información cualitativa acerca de dicha rugosidad. Ahora bien, si queremos completar la caracterización de la superficie y extraer información cuantitativa a partir de las medidas de dispersión de luz, es necesario interpretar las medidas mediante la teoría de perturbaciones y calcular la función PSD de la superficie. Esta función PSD es, como ya se expuso en el apartado anterior, la cantidad estadística más importante de la superficie, y nos proporciona información acerca de alturas y tamaños laterales de la rugosidad.

### II.2.2.c. Topografía superficial obtenida a partir de las medidas de dispersión de luz

En las muestras A, B y C, y en general en todas las estructuras fabricadas por MBE, se satisface el criterio de aplicabilidad de la teoría de perturbaciones, es decir, la

rugosidad de la superficie es pequeña comparada con la longitud de onda incidente, de manera que la intensidad de luz dispersada por unidad de ángulo sólido es proporcional a la función densidad espectral de potencias de la superficie, tal y como se expuso en el apartado II.2.1.b. La aplicabilidad de la teoría de perturbaciones (en el orden más bajo) en las tres muestras anteriores se ve respaldada porque en ninguno de los tres casos se han detectado efectos de despolarización de la luz dispersada en el plano de incidencia.

Para calcular la función PSD de las superficies de las tres muestras A, B, y C, vamos a suponer la aproximación más sencilla, en la que cada muestra se considera un medio dieléctrico semiinfinito isótropo y homogéneo. Así, la función PSD de la superficie se puede calcular utilizando las ecuaciones II.9-II.13 del apartado II.2.1.b. Esta aproximación es válida, a pesar de que dos de las muestras estudiadas son heteroestructuras compuestas por dos materiales diferentes, gracias al comportamiento óptico de estos sistemas. La heteroestructura se puede asimilar a un único material puesto que la cantidad de luz reflejada de vuelta en la intercara de la capa con el sustrato es insignificante, debido a que en la capa se produce una fuerte absorción de la luz que la atraviesa, y a que el coeficiente de reflexión de la intercara es muy pequeño ya que la diferencia de índices de refracción entre la capa y el sustrato es minúscula. Sin embargo, si la capa heteroepitaxial es demasiado delgada, la luz absorbida en esta capa es menor y se producen tenues interferencias entre la luz dispersada por la superficie y la luz reflejada por la intercara. En ese caso, para calcular la PSD de la superficie es necesario utilizar un modelo más complejo del sistema que tenga en cuenta la presencia de capas delgadas. En el caso del sistema heteroepitaxial de las muestras A y B,  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  sobre GaAs (001), la aproximación del medio semiinfinito es razonable hasta espesores de la capa de InGaAs tan delgados como 50 nm. La validez de la aproximación se justifica experimentalmente porque a partir de todas las medidas ARLS, realizadas en diversas configuraciones (varios ángulos de incidencia, distintos estados de polarización de la luz), obtenemos siempre la misma función PSD de la superficie. Otro criterio para comprobar si los resultados obtenidos pueden corresponder a funciones PSD de una superficie es que éstas han de ser simétricas con respecto a las frecuencias espaciales positivas y negativas.

Tal y como hemos deducido a partir de la distribución de la luz dispersada por las superficies que presentan una morfología de surcos entrecruzados, este tipo de topografía posee tres componentes de rugosidad independientes y no correlacionadas entre ellas: dos componentes unidimensionales a lo largo de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie, y una componente bidimensional, menor que las anteriores y aproximadamente isótropa. Si denotamos como  $x$  e  $y$  las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$  respectivamente, podemos representar el perfil de una superficie con patrón de surcos entrecruzados de la siguiente manera:<sup>[42]</sup>

$$\zeta_{\text{CH}}(\mathbf{r}) = \zeta_{[110]}(x) + \zeta_{[1\bar{1}0]}(y) + \zeta(\mathbf{r}), \quad (\text{Ec. II.14})$$

donde asumimos que las tres componentes son estadísticamente independientes. La función densidad espectral de potencias que corresponde a un perfil de este tipo es:

$$g_{\text{CH}}(\mathbf{K}) = 2\pi \left[ g_{[110]}^{1D}(K_x) \delta(K_y) + g_{[1\bar{1}0]}^{1D}(K_y) \delta(K_x) \right] + g^{2D}(\mathbf{K}). \quad (\text{Ec. II.15})$$

Todas estas componentes de la función PSD para las superficies de las muestras A y B se pueden calcular a partir de las medidas ARLS que hemos llevado a cabo y que se han expuesto en el subapartado anterior, utilizando las ecuaciones II.9-II.13. Las componentes unidimensionales de la PSD se obtienen a partir de las medidas ARLS en las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$ . Sin embargo, en la señal medida también se tiene la contribución de la componente bidimensional, puesto que ésta contribuye en todas las direcciones, así que hay que separar ambas componentes. Para ello, se procede de la siguiente manera.

En primer lugar, se aplican las ecuaciones II.9-II.13, sin incluir todavía la normalización por el ángulo sólido del detector, a las medidas ARLS realizadas en las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$  y así se calcula la PSD total en esas direcciones, suma de las componentes uni-y bidimensional. Analizando con cuidado las funciones obtenidas, se pueden distinguir dos comportamientos diferentes: uno se da en la parte de bajas frecuencias espaciales y el otro en el resto del intervalo de frecuencias medido. En la región de bajas frecuencias, la función coincide en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , y por lo tanto podemos asociar esta parte con la componente bidimensional e isotrópica de la PSD. Esta parte de la función en el intervalo de bajas frecuencias se normaliza, ahora sí, por el ángulo sólido que abarca el detector durante las medidas,  $\Delta\Omega_d$ , y así se obtiene la componente bidimensional de la función PSD experimental de la superficie. De manera alternativa, esta componente bidimensional de la PSD también se puede calcular directamente a partir de las medidas ARLS a lo largo de la dirección  $[100]$ , debido a su isotropía. En el caso de las muestras A y B ambos métodos dan lugar a los mismos resultados, como era de esperar. Una vez obtenida esta componente bidimensional, sustraemos su contribución de los datos ARLS correspondientes a las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$ , y así extraemos la señal relacionada con la componente unidimensional de la rugosidad. Ahora bien, para calcular la PSD correspondiente, hay que integrar la ecuación II.9 a lo largo del eje  $y$ , lo cual se puede hacer fácilmente puesto que la componente de la PSD unidimensional en esa dirección es una función de tipo delta de Dirac.<sup>[3,27,30,42]</sup> La expresión resultante, que nos permite recuperar la PSD a partir de los datos ARLS, es:

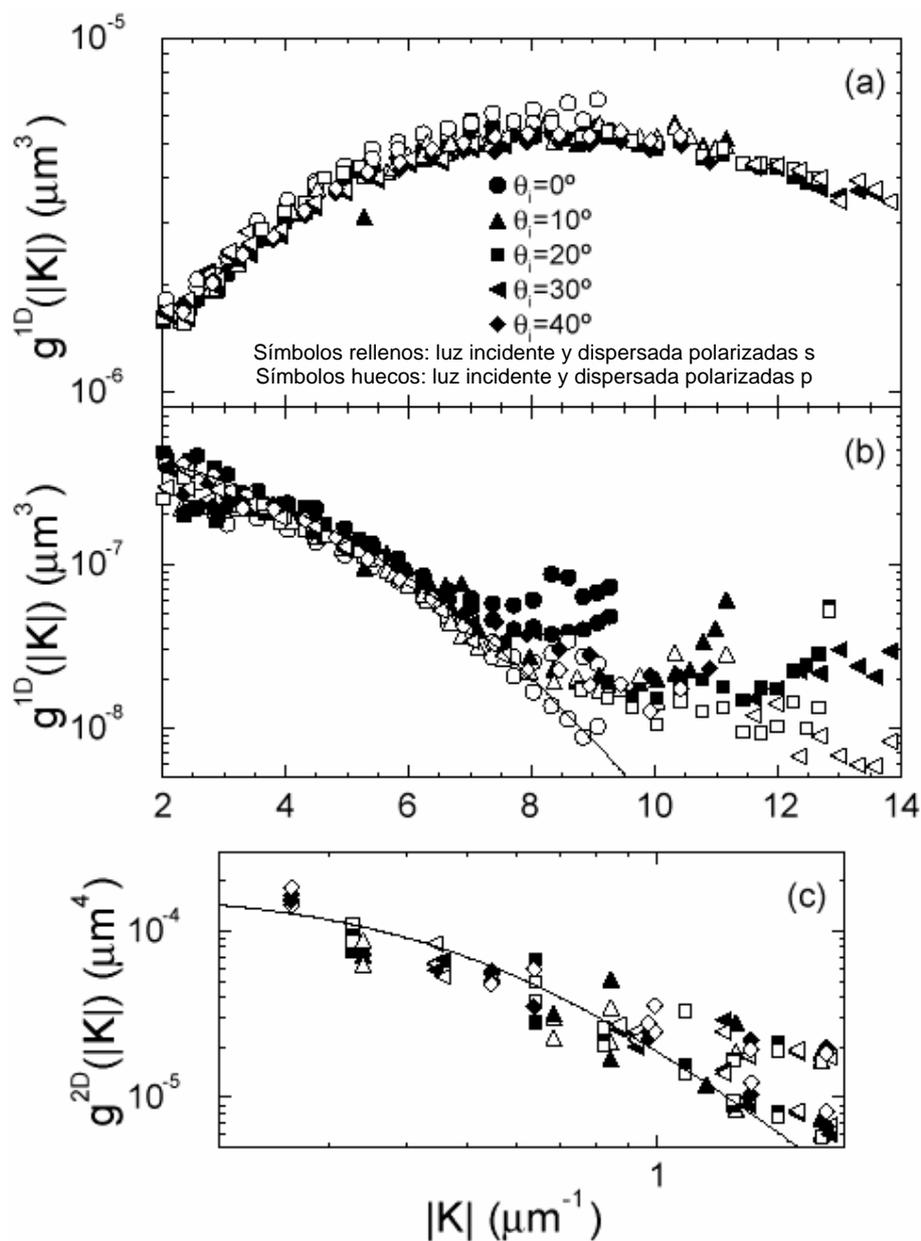
$$\frac{I_{\text{disp}}(\mathbf{k}_{\text{disp}})}{I_i \Delta\theta_d} = g^{1D}(\mathbf{K}_{\text{disp}} - \mathbf{K}_i) \left( \frac{2\pi}{\lambda} \right)^3 \frac{|\varepsilon - 1|^2}{4(2\pi)^2} \cos^{-1} \theta_i \left| C_{\alpha\beta}(\mathbf{K}_{\text{disp}}, \mathbf{K}_i) \right|^2. \quad (\text{Ec. II.16})$$

Como vemos, en este caso la intensidad de luz dispersada se normaliza con la apertura angular del detector en el plano de incidencia,  $\Delta\theta_d$ . Experimentalmente, para poder obtener correctamente la componente unidimensional de la PSD, la apertura del detector en el eje perpendicular al plano de incidencia tiene que cubrir por completo la anchura de la señal dispersada por la rugosidad correspondiente, es decir, en nuestro caso ha de ser mayor que la anchura del brazo de la cruz de dispersión del patrón de

surcos entrecruzados. De esta manera tiene sentido la integración a lo largo de este eje perpendicular, y además, aunque experimentalmente la contribución unidimensional a la luz dispersada no sea estrictamente una delta de Dirac tal y como supone la ecuación II.15, la integral resultante es equivalente.

En las figuras II.11 y II.12 están representadas todas las componentes de las funciones PSD pertenecientes a las muestras A y B, respectivamente, obtenidas de la caracterización ARLS de dichas muestras según el procedimiento anterior. Como se ve en las figuras, existe un acuerdo muy bueno entre todas las funciones obtenidas a partir de las medidas realizadas con distintos ángulos de incidencia y estados de polarización de la luz diferentes, lo cual corrobora la validez del modelo del dieléctrico semiinfinito y la aplicabilidad de la teoría de perturbaciones en ambos casos. Los puntos de las funciones PSD calculados a partir de regiones donde la señal dispersada es muy baja, es decir, para valores altos de  $\theta_d$ , no son tan consistentes como el resto ya que en esas zonas el error relativo en las medidas es mayor. Puesto que las funciones PSD que hemos obtenido son simétricas, las gráficas se han representado frente al valor absoluto de la frecuencia espacial.

Una vez obtenidas las funciones PSD de las superficies, podemos extraer información cuantitativa acerca de la rugosidad. Comencemos por la muestra A. Las componentes unidimensionales de la PSD a lo largo de las direcciones [110] (figura II.11-(a)) y  $[1\bar{1}0]$  (figura II.11-(b)) proporcionan información acerca de los surcos que discurren en la dirección perpendicular asociada. La característica más relevante en la PSD de esta muestra es la existencia de un máximo muy ancho en la componente unidimensional a lo largo de la dirección [110]. Este máximo se halla centrado en la frecuencia espacial  $|\mathbf{K}| = 8,5 \mu\text{m}^{-1}$ . A rasgos generales, este máximo se puede relacionar con la existencia de una pseudoperiodicidad en los surcos de la superficie paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$  con un periodo promedio cuyo valor es  $d_{[110]} = 2\pi/|\mathbf{K}| = 740 \text{ nm}$ . La altura de estas crestas pseudoperiódicas se puede estimar aplicando la ecuación II.7. Así, integrando la PSD de la figura II.11-(a) (sin olvidar las frecuencias negativas) se obtiene la rugosidad rms al cuadrado de un perfil unidimensional trazado a lo largo de la dirección [110] de la superficie. En este caso,  $\delta_{[110]} = 4,3 \text{ nm}$ . Bajo la suposición de que el perfil sea de tipo sinusoidal, la altura de pico a valle de los surcos es  $h_{[110]} = 2\sqrt{2}\delta_{[110]} = 12 \text{ nm}$ . De una manera más rigurosa, los surcos no son periódicos, pero están lo suficientemente ordenados en la superficie como para que haya una distancia promedio entre ellos muy bien definida, lo que hace que la PSD presente este máximo tan característico. Tampoco el perfil de los surcos es sinusoidal, pero esa aproximación nos permite obtener una estimación razonable de la altura de pico a valle. Por otro lado, la componente unidimensional de la PSD a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  (figura II.11-(b)) no presenta ninguna característica tan acusada, sino que decae al aumentar la frecuencia espacial. El hecho de que no existan picos en esta componente no quiere decir que no podemos obtener información acerca de los surcos asociados. En este caso, los surcos no están tan ordenados como en el caso anterior y la distancia promedio entre surcos está peor definida. Además, y puesto que los valores de esta componente de la PSD son un orden de magnitud inferiores a los valores de la



**Figura II.11:** Función PSD de la superficie de la muestra A, calculada a partir de diversas medidas ARLS, como las que aparecen en las gráficas (a)-(c) de la figura II.7. (a) PSD unidimensional a lo largo de la dirección  $[110]$  de la superficie. (b) PSD unidimensional a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ . (c) PSD bidimensional isotrópica a lo largo de cualquier dirección de la superficie.

componente perpendicular o más, estos surcos son más bajos. Profundizando aún más en el análisis de esta componente de la PSD, hemos encontrado que se ajusta bien a una función gaussiana (la línea negra que aparece en la figura II.11-(b)):

$$g_{[1\bar{1}0]}(K_y) = \pi^{1/2} a \delta_{[1\bar{1}0]}^2 \exp\left(-\frac{a^2 K_y^2}{4}\right), \quad (\text{Ec. II.17})$$

con  $\delta_{[1\bar{1}0]} = 0,8$  nm y  $a = 450$  nm. Esto quiere decir que la función de autocorrelación de esta superficie es una función también de tipo gaussiano y, como se expuso en el apartado II.2.1.a, esto indica que la rugosidad en esta dirección es bastante aleatoria, y por tanto mucho más desordenada que en la dirección perpendicular. En el caso de un modelo gaussiano, la rugosidad rms se relaciona con las alturas promedio de pico a valle mediante  $h = 4\delta$ , de donde podemos obtener  $h_{[1\bar{1}0]} = 3,2$  nm. La longitud de correlación de la superficie es  $a$ , y en un proceso aleatorio gaussiano esta longitud de correlación se puede relacionar con la distancia promedio entre los valles adyacentes de un perfil a través de la expresión<sup>[55]</sup>  $\langle d \rangle = 2,56 a$ , que para este caso da  $\langle d_{[1\bar{1}0]} \rangle = 1,15$   $\mu\text{m}$ . Este parámetro es análogo a la pseudoperiodicidad hallada para la dirección perpendicular, aunque no hay que olvidar que en este caso los surcos son mucho menos ordenados y no aparece ningún vestigio de periodicidad en la PSD correspondiente.

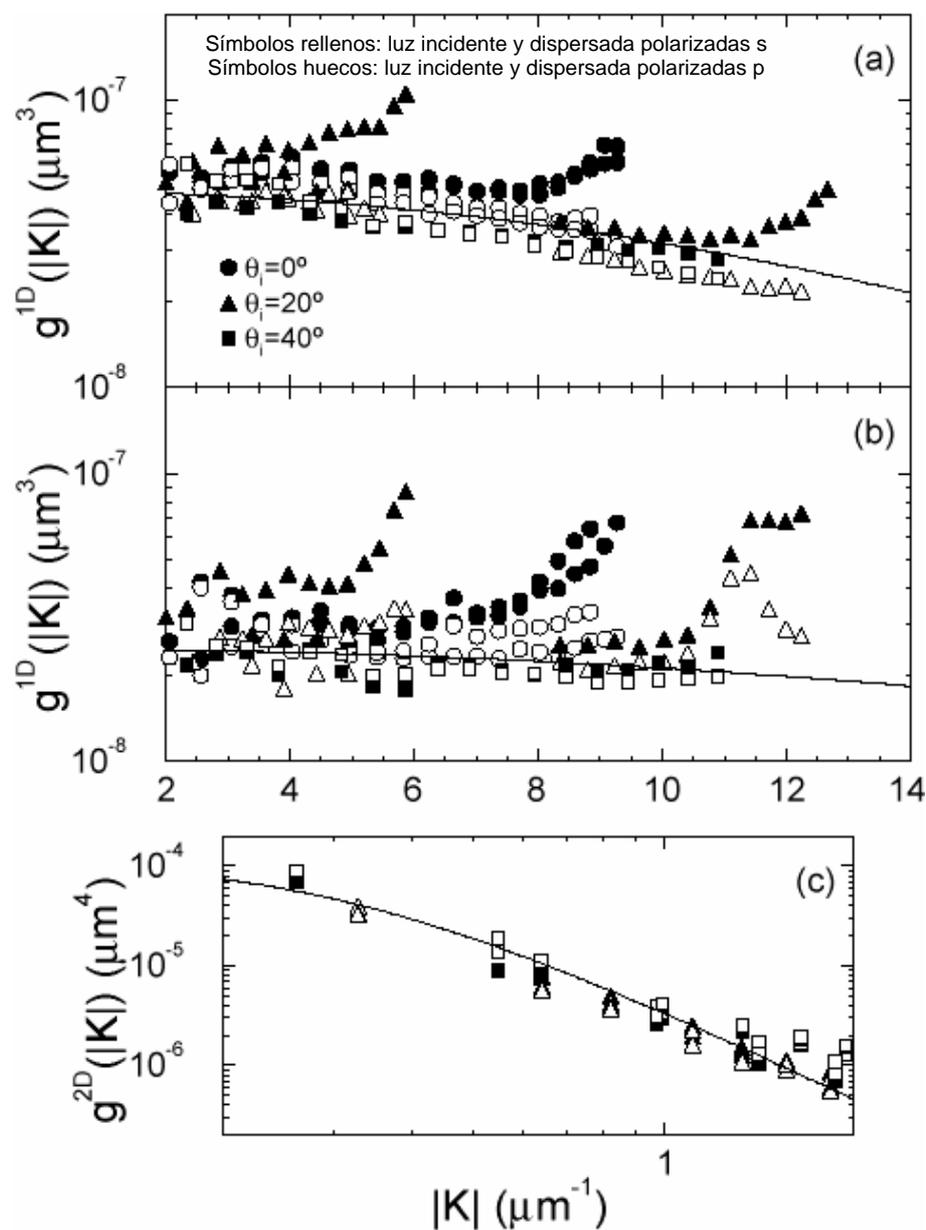
Por último, la componente bidimensional de la rugosidad, que aparece en la figura II.11-(c), se puede ajustar a una función de tipo:

$$g^{2D}(|\mathbf{K}|) = \frac{2\pi\delta_L^2 a_L^2}{(1 + a_L^2 |\mathbf{K}|^2)^{3/2}}. \quad (\text{Ec. II.18})$$

Esta función corresponde a una función de autocorrelación exponencial, y  $a_L$  representa una longitud de correlación de largo alcance, mientras que  $\delta_L$  denota la rugosidad rms de la componente bidimensional de la rugosidad. El ajuste (línea negra en la figura II.11-(c)) se obtiene para  $a_L = 1,8$   $\mu\text{m}$  y  $\delta_L = 2,9$  nm. En la gráfica II.11-(c) se ve cómo, para frecuencias espaciales en torno a  $|\mathbf{K}| = 1$   $\mu\text{m}^{-1}$ , la intensa componente unidimensional de la PSD a lo largo de la dirección  $[110]$  empieza a contribuir, y por ello hay un ligero desajuste entre los puntos de la PSD de esa zona obtenidos de las medidas en esa dirección y la PSD de la ecuación II.18. Por otro lado, la contribución de esta componente bidimensional de la rugosidad excede a la contribución de la componente unidimensional en la dirección  $[1\bar{1}0]$  para frecuencias espaciales mayores que  $10$   $\mu\text{m}^{-1}$ , y esto puede ser el origen de los valores espurios de la PSD en la dirección  $[1\bar{1}0]$  que aparecen en la figura II.11-(b) para estas frecuencias. La rugosidad rms total de la superficie de la muestra A se puede calcular a partir de los valores de rugosidad rms obtenidos para cada una de las componentes de la función PSD:<sup>[3,30]</sup>  $\delta = [(\delta_{[110]})^2 + (\delta_{[1\bar{1}0]})^2 + (\delta_L)^2]^{1/2} = 5,2$  nm.

Respecto a la muestra B, las componentes unidimensionales a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  de su PSD (figura II.12) son muy similares, y en ambos casos muestran un comportamiento decreciente con la frecuencia espacial. Las dos componentes se pueden ajustar a funciones de tipo gaussiano como la de la ecuación

II.17 (líneas negras en las figuras II.12-(a) y II.12-(b)), poniendo de manifiesto la fuerte aleatoriedad de la rugosidad en las dos direcciones. El decrecimiento de ambas componentes de la PSD es más lento que en el caso de la componente unidimensional de la PSD a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  de la muestra A, por lo que se deduce que



**Figura II.12:** Función PSD de la superficie de la muestra B, calculada a partir de diversas medidas ARLS, como las que aparecen en las gráficas (e)-(f) de la figura II.7. (a) PSD unidimensional a lo largo de la dirección  $[110]$  de la superficie. (b) PSD unidimensional a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ . (c) PSD bidimensional isotrópica a lo largo de cualquier dirección de la superficie.

las longitudes de correlación son menores. Los valores que se obtienen de los ajustes son:  $a_{[110]} = 130$  nm y  $a_{[1\bar{1}0]} = 78$  nm, lo que nos lleva a  $d_{[110]} = 330$  nm y  $d_{[1\bar{1}0]} = 200$  nm. Respecto a las alturas de los surcos, la intensidad de la PSD en ambas direcciones es muy similar, por lo que se obtienen valores parecidos: la rugosidad rms es  $\delta_{[110]} = 0,46$  nm y  $\delta_{[1\bar{1}0]} = 0,42$  nm, y de ahí  $h_{[110]} = 1,8$  nm y  $h_{[1\bar{1}0]} = 1,7$  nm. Sin embargo, es preciso señalar que los ajustes no son muy buenos, particularmente para la componente a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ , y ni siquiera si se eliminan los datos correspondientes valores grandes de  $\theta_d$ , donde la señal ARLS es más débil y las medidas más imprecisas, mejoran estos ajustes. Esto se debe a la limitación en la banda de frecuencias de la PSD que puede obtenerse mediante medidas de dispersión de luz, y en concreto está asociado con el límite superior de la banda, o límite de Rayleigh: las medidas de dispersión de luz no permiten obtener información acerca de la PSD de la superficie para frecuencias espaciales mayores que  $4\pi/\lambda$ . Esto, expresado en tamaños laterales de rugosidad, significa que la caracterización mediante dispersión de luz de una superficie no permite obtener información acerca de los detalles de la rugosidad menores que la mitad de la longitud de onda. Por ello, poder recuperar a partir de este tipo de medidas funciones de autocorrelación cuya longitud de correlación está bastante por debajo de este límite resulta obviamente complicado pues no se dispone de datos suficientes para realizar un buen ajuste. De hecho, se podría intentar ajustar las PSD con otras funciones de correlación pero, dada la falta de datos para definir bien el ritmo de decaimiento de la función, no se obtienen mejores resultados. En lo que concierne a la componente bidimensional de la rugosidad, la PSD correspondiente (figura II.12-(c)) se ajusta, al igual que en el caso de la muestra A, con la PSD de una función de autocorrelación exponencial (ecuación II.18). Del ajuste, representado por una línea negra en la figura II.12-(c), se obtiene  $a_L = 3,2$   $\mu\text{m}$  y  $\delta_L = 1,4$  nm. La rugosidad rms total de las superficies, en este caso,  $\delta = 1,5$  nm.

En la tabla II.1 aparecen los valores de los parámetros representativos de la morfología de surcos entrecruzados para las muestras A y B obtenidos a partir de la caracterización mediante dispersión de luz de dichas superficies, junto con los valores obtenidos de la caracterización con el microscopio de fuerzas. El acuerdo entre ambos conjuntos de datos es bastante bueno, lo que respalda la utilidad de la dispersión de luz como método de caracterización de la rugosidad superficial en heteroestructuras de semiconductores III-V crecidas por MBE. Las pequeñas discrepancias entre unas medidas y las otras se deben, en parte, a las diferencias en los intervalos de frecuencias espaciales accesibles con cada una de las técnicas. Estos intervalos, expresados en tamaños laterales de rugosidad, son en este caso (39 nm, 5  $\mu\text{m}$ ) para el AFM (ver apartado II.4.4) y (380 nm, 50  $\mu\text{m}$ ) para la dispersión de luz. Puesto que la rugosidad rms se obtienen integrando en el intervalo de frecuencias medido, los valores calculados a partir de intervalos diferentes no tienen por qué coincidir. De hecho, cuando se quieren comparar rugosidades rms de distintas superficies, como por ejemplo en el caso de caracterización de recubrimientos ópticos, no basta con conocer el valor de rugosidad rms sino que también es necesario aportar el intervalo al que corresponde dicho valor. Por otro lado, también puede haber pequeñas diferencias en los resultados debidas a que no se ha medido exactamente la misma zona de la muestra

con las dos técnicas, y a que la información que se obtiene mediante dispersión de luz proviene de toda la zona de la muestra iluminada (círculo de 1 mm de diámetro aproximadamente), mientras que en el caso del AFM proviene de zonas de la muestra de  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  de área.

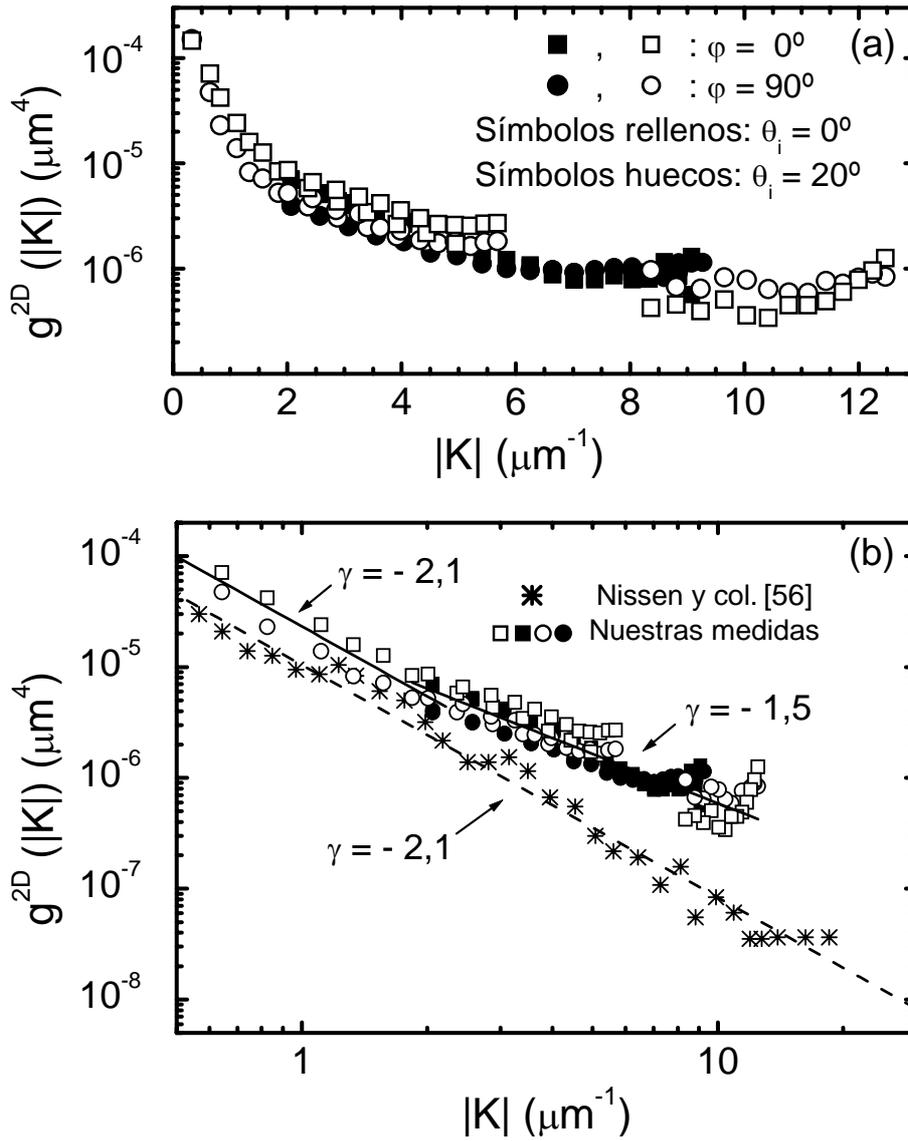
Pasemos ahora al análisis de las medidas ARLS de la muestra C, que presenta una alta densidad de defectos ovales en su superficie. A partir de las medidas AzLS, dedujimos que la rugosidad de esta muestra no posee componentes unidimensionales, sino únicamente la componente bidimensional, por lo que para calcular su PSD basta con aplicar las ecuaciones II.9-II.13 a las medidas ARLS realizadas, normalizadas por el ángulo sólido que abarca el detector,  $\Delta\Omega_d$  y la intensidad de luz incidente. En la figura II.13-(a) se muestra la PSD obtenida, y se ve la similitud entre los resultados derivados de las medidas efectuadas en las direcciones  $[110]$  (símbolos cuadrados) y  $[1\bar{1}0]$  (símbolos redondos), confirmando la naturaleza casi isótropa de esta superficie. En la figura se evidencia también que la PSD obtenida es la misma independientemente de las condiciones en las que se realizaron las medidas ARLS, y se justifica así para este caso también la validez de la teoría de perturbaciones y del modelo del dieléctrico isótropo, homogéneo y semiinfinito.

Si consideramos que la muestra C es isótropa, podemos describirla de manera equivalente mediante su PSD bidimensional o por una PSD unidimensional efectiva,<sup>[3,30]</sup> puesto que todos los perfiles trazados sobre la superficie, cualquiera que sea la dirección en que se tracen, son iguales. Para obtener esta PSD unidimensional efectiva, basta con integrar la PSD bidimensional en la corona circular comprendida entre las frecuencias espaciales mínima y máxima conocidas. La integral es trivial, puesto que el valor de la PSD depende únicamente del módulo de la frecuencia espacial pero no de su dirección, y se obtiene:

$$g_{isot}^{1D}(\mathbf{K}) = |\mathbf{K}| g^{2D}(\mathbf{K}). \quad (\text{Ec. II.19})$$

La rugosidad rms de la superficie se puede obtener, con idéntico resultado, o bien integrando la función PSD bidimensional en todo el área o bien integrando la PSD unidimensional efectiva en una línea, considerando sólo las frecuencias positivas.<sup>[3]</sup> Para la muestra C hemos obtenido que su rugosidad rms, correspondiente al intervalo comprendido entre 500 nm y 19  $\mu\text{m}$ , es 4,4 nm.

La figura II.13-(b) muestra la representación logarítmica de la PSD de la muestra C. La región de bajas frecuencias de la función se puede ajustar a un comportamiento de tipo lineal en la escala logarítmica de pendiente  $\gamma = -2,1$  (línea negra), que constituye el comportamiento característico de las funciones PSD de las superficies de estructuras de GaAs crecidas en condiciones óptimas.<sup>[56,57]</sup> En la figura II.13-(b) se muestran también los datos tomados de la referencia [56] para poder compararlos con nuestros datos. Para frecuencias altas, la PSD de la muestra C ya no sigue este comportamiento, y los datos experimentales ajustan mejor a una línea recta de pendiente  $\gamma = -1,5$ . Esta desviación con respecto al comportamiento típico de



**Figura II.13:** (a) PSD bidimensional correspondiente a la muestra C, cuya superficie presenta una alta densidad de defectos ovales, obtenida a partir de diversas medidas ARLS como las mostradas en la figura II.10. (b) Representación logarítmica de esta misma PSD, con su ajuste a dos líneas rectas (líneas negras), una con pendiente  $\gamma = -1,5$  en el rango de frecuencias más altas y la otra con pendiente  $\gamma = -2,1$  para bajas frecuencias. En la gráfica se han incluido, para comparar, los datos tomados de la referencia [56] y su correspondiente ajuste a una línea recta (línea discontinua).

superficies de GaAs de buena calidad se debe, sin duda, a la alta densidad de defectos ovales presente en la superficie de la muestra C, y para entenderlo mejor es necesario modelar la PSD asociada con los defectos de la superficie.

Maheswari, Kadono y Ohtsu propusieron un modelo sencillo para la distribución

aleatoria de estructuras (defectos ovales en nuestro caso) sobre una superficie.<sup>[58]</sup> La PSD resultante de este modelo es:

$$g(\mathbf{K}) \approx \rho |\hat{s}(\mathbf{K})|^2, \quad (\text{Ec. II.20})$$

donde  $\rho$  es la densidad de defectos en la superficie, y  $\hat{s}$  la transformada de Fourier del perfil del defecto,  $s(\mathbf{r})$ . Si todos los defectos son idénticos, la PSD correspondiente viene dada por el módulo al cuadrado de la transformada de Fourier de un único defecto, y es por tanto proporcional a la altura del defecto al cuadrado. Una función de este tipo decrece en general suavemente, hasta llegar a una determinada frecuencia espacial, relacionada con las dimensiones laterales del defecto, donde la PSD decae de manera abrupta. Ahora bien, si no todos los defectos son iguales sino que tenemos varias distribuciones, cada una de ellas con un tamaño de defecto y una densidad características, la PSD final resulta de la suma de todas las funciones PSD asociadas a cada distribución de defectos. En la muestra C, los defectos ovales presentan una amplia dispersión de tamaños y densidades, y cada distribución particular contribuye a la PSD de dicha muestra, de manera que el resultado final es un promedio de todas ellas. Así, la PSD de esta muestra consiste en una función que decrece monótonamente con la frecuencia espacial hasta llegar a un corte abrupto en la frecuencia espacial correspondiente al tamaño de los defectos más pequeños presentes en la superficie. En el caso de la muestra C, la frecuencia espacial en la que ha de producirse el corte abrupto en la PSD no es accesible mediante medidas de dispersión de luz, puesto que los defectos menores observados tienen un tamaño de 100 nm. El ritmo de decrecimiento de la PSD (que es la pendiente del ajuste lineal en escala logarítmica,  $\gamma = -1,5$  en este caso) depende de la distribución concreta de tamaños y densidades de defectos en cada superficie.

A partir de los resultados obtenidos para la muestra C se observa que en el rango de bajas frecuencias el comportamiento de la PSD está dominado por la rugosidad de la capa de GaAs, mientras que para altas frecuencias, a partir del cambio de pendiente en la PSD, la contribución de los defectos ovales es mayor. De aquí deducimos que, en función de su tamaño y densidad, la contribución de los defectos ovales a la PSD de una superficie puede extenderse en un rango de frecuencias espaciales amplio y fácilmente accesibles mediante medidas de dispersión de luz, y puede ser incluso la contribución predominante. Por lo tanto, en las medidas de dispersión de luz *in situ* durante el crecimiento por MBE hay que tener cuidado de que la señal procedente de defectos ovales no enmascare la señal procedente de otros tipos de morfología más representativos del crecimiento. Las medidas AzLS resultan de gran utilidad para identificar los tipos de morfología que generan la señal, como ya se comentó anteriormente.

*En resumen, todos los resultados expuestos hasta aquí muestran que la dispersión de luz es una técnica válida para caracterizar la rugosidad superficial en heteroestructuras de semiconductores III-V crecidas por MBE, y justifican el interés*

en utilizarla como técnica de seguimiento del desarrollo de la morfología superficial *in situ* durante el crecimiento. Por otro lado, y teniendo en cuenta las restricciones que impone la cámara de crecimiento a la implementación *in situ* de la dispersión de luz, la información obtenida *ex situ* acerca de la distribución de luz dispersada por los tipos de superficies estudiados es imprescindible para realizar e interpretar correctamente las medidas *in situ*.

### II.2.3. Dispersión de luz láser *in situ* y en tiempo real

La implementación de la técnica de dispersión de luz para monitorizar *in situ* la evolución de la morfología de las estructuras durante su crecimiento por MBE está limitada por las restricciones geométricas que impone la cámara de ultra alto vacío. La cámara posee un número muy limitado de bocas que puedan ser utilizadas como ventanas, por lo que no es posible obtener la distribución angular de la luz dispersada ni la intensidad total, sino únicamente la evolución temporal de la intensidad de luz dispersada en un ángulo fijo. No obstante, a partir de esta información se pueden obtener resultados muy interesantes acerca del desarrollo de la topografía superficial, como ya se ha demostrado en experimentos realizados durante el crecimiento, no sólo mediante MBE sino también por otros métodos de deposición, en diversos sistemas materiales tales como Si,<sup>[59-61]</sup> SiGe/Si,<sup>[62]</sup> GaAs,<sup>[56,63-71]</sup> InGaAs/GaAs,<sup>[47,48,54,72-79]</sup> InAs/GaAs,<sup>[57]</sup> GaP/Si,<sup>[80]</sup> InGaAs/InP.<sup>[81]</sup> De hecho, la dispersión de luz *in situ* no sólo se ha utilizado para estudiar la evolución de las superficies en estructuras semiconductoras sino que también ha servido para entender la dinámica de otros procesos, tales como la formación de precipitados durante la deposición del superconductor YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub><sup>[82]</sup> o la fusión y solidificación del material durante el crecimiento de cristales por el método Bridgman.<sup>[83]</sup>

En la figura II.14 se muestra el montaje experimental utilizado para realizar las medidas *in situ* de dispersión de luz. La muestra se ilumina con un láser de He-Ne ( $\lambda = 632,8$  nm) de potencia 10 mW a través de una ventana lateral, con ángulo de incidencia  $\theta_i = 50^\circ$ . Utilizamos un láser linealmente polarizado, con el haz incidente en polarización p, porque así la intensidad de luz dispersada es mayor y aumenta la sensibilidad. Ya que iluminamos la muestra con un láser, a veces se llama a la técnica dispersión de luz láser, o LLS (del inglés “*Laser Light Scattering*”). La luz dispersada por la superficie de la muestra en el ángulo  $\theta_d = 0^\circ$  y  $\phi_d = 5^\circ$  se recoge, a través de otra ventana situada enfrente de la muestra, con un teleobjetivo que la enfoca en un fotodiodo de silicio. El haz incidente se modula mecánicamente y la señal se mide con un amplificador lock-in, para eliminar contribuciones a la señal debidas a la radiación emitida por elementos calientes en el interior de la cámara de crecimiento, tales como las bocas de las células o el horno que calienta el sustrato. También es importante que la imagen que formamos en el fotodiodo con el teleobjetivo sea exclusivamente de la zona iluminada de la muestra, para así mejorar la relación entre la señal y el ruido. Esta configuración geométrica nos permite seguir la evolución en tiempo real de la componente de frecuencia  $|\mathbf{K}| = 2\pi/\lambda (\sin \theta_d \cos \phi_d - \sin \theta_i) = 7,6 \mu\text{m}^{-1}$  de la densidad

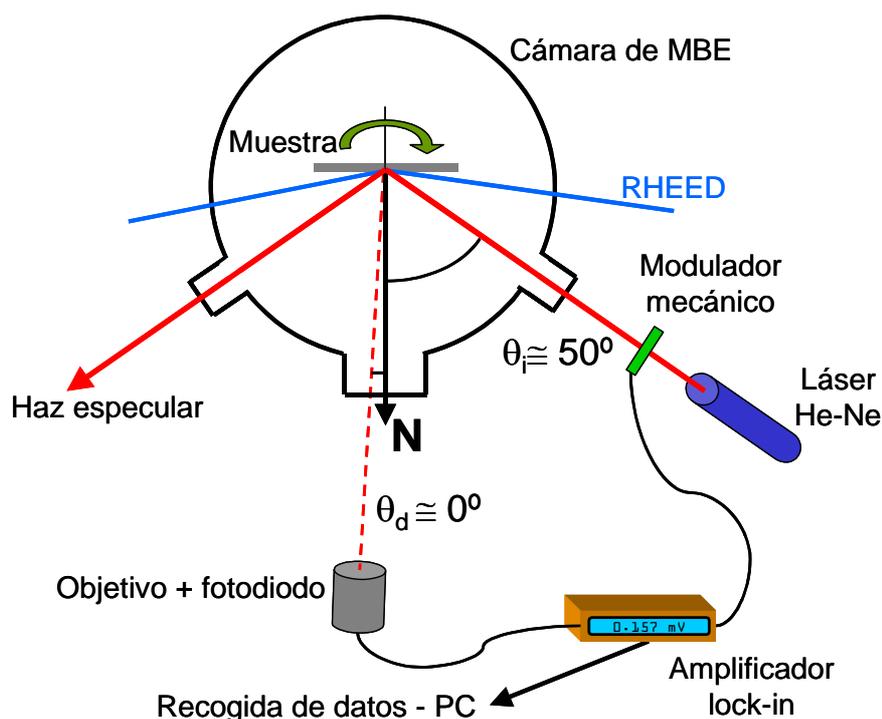


Figura II.14: Montaje experimental para medidas de dispersión de luz *in situ*.

espectral de potencias de la superficie. Por lo tanto, obtenemos información acerca del desarrollo de la rugosidad superficial con sensibilidad máxima en tamaños laterales de  $l = 2\pi/|\mathbf{K}| = 0,83 \mu\text{m}$ . Además, es posible rotar la muestra dentro de la cámara de crecimiento, por lo que podemos realizar medidas AzLS que nos ayudan a identificar los tipos de morfología desarrollados.

Como ya se ha mencionado anteriormente, las medidas *in situ* de la evolución de la intensidad de luz dispersada en un ángulo fijo proporcionan información útil acerca del desarrollo de la morfología siempre que se elija la configuración adecuada. Así, si se quiere detectar la aparición de morfologías de surcos entrecruzados, de las cuales sabemos, a partir de las medidas *ex situ*, que tienen dos componentes unidimensionales de rugosidad características a lo largo de las direcciones  $\langle 110 \rangle$ , es necesario realizar las medidas con una de estas dos direcciones colocada en el plano de detección. Por lo tanto, antes de comenzar el crecimiento de una muestra en la que queremos estudiar el desarrollo de este tipo de morfología, debemos alinear muy cuidadosamente la dirección  $[110]$  (o la  $[1\bar{1}0]$ ) en el plano de detección, lo cual no es trivial puesto que antes del crecimiento la superficie es plana e isotrópica, y apenas dispersa luz, siendo además la poca que dispersa isotrópica. Para poder efectuar este alineamiento, nos ayudamos del patrón de difracción de electrones que produce la reconstrucción superficial de la muestra.

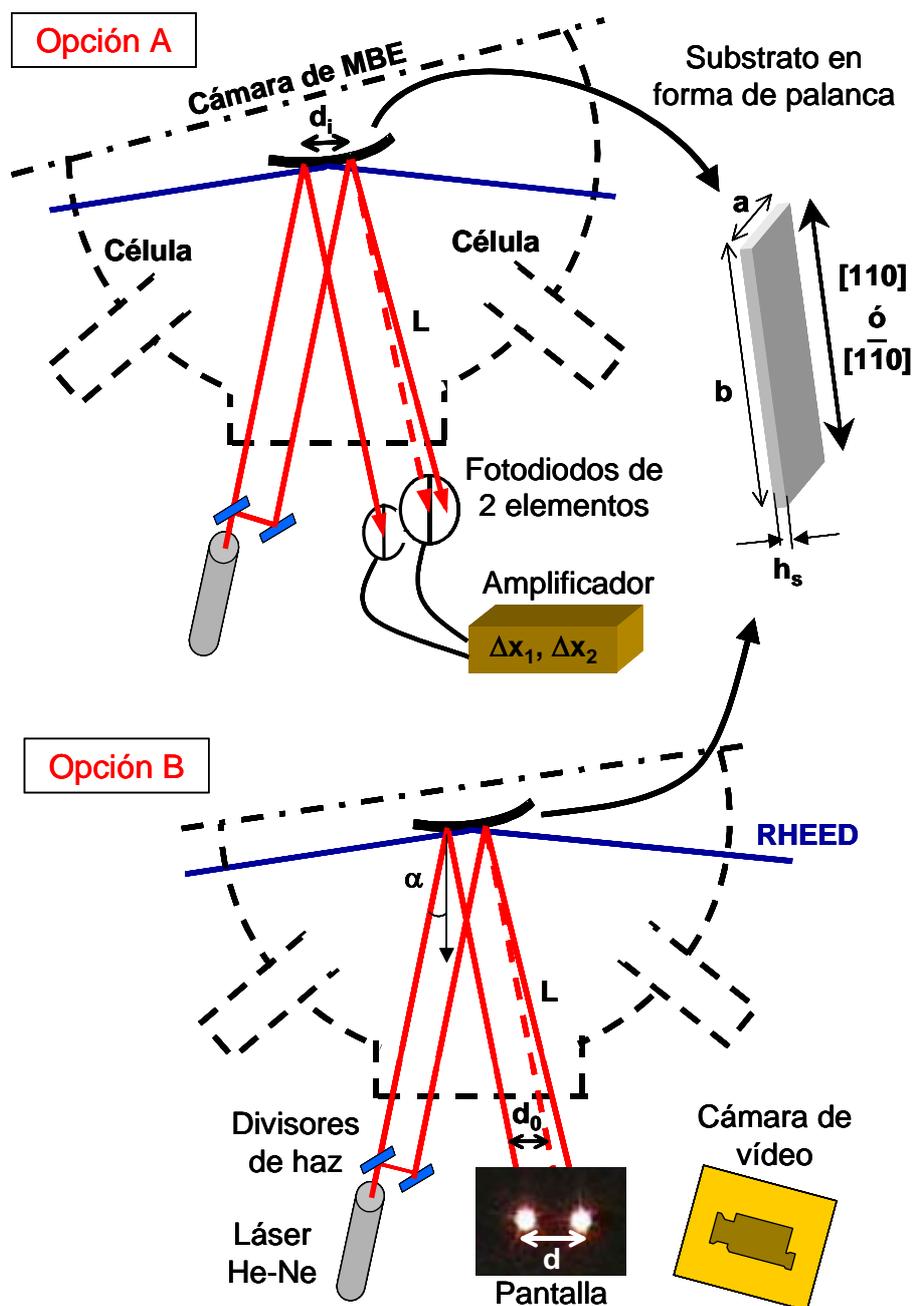
Por otro lado, también hay que tener cuidado al interpretar la señal. Los cambios de intensidad detectados están asociados a la evolución de rugosidad de un determinado tamaño, y no se puede extrapolar la información a otros tamaños de rugosidades. Así, si no detectamos ningún incremento en la intensidad de luz dispersada, significa que en la superficie de la muestra no se está desarrollando rugosidad del tamaño que estamos monitorizando con nuestra configuración, es decir, que no está apareciendo morfología en la escala de los cientos de nanómetros en nuestro caso. Sin embargo, esto no excluye que en la superficie de la muestra estén apareciendo rugosidades con tamaños característicos de decenas de nanómetros que no podemos detectar con nuestro montaje experimental de dispersión de luz. De hecho, no hay que olvidar que el tamaño lateral mínimo que es posible detectar mediante dispersión de luz está fijado por el límite de Rayleigh, es decir, por la mitad de la longitud de onda. Por lo tanto, si empleamos luz visible no podemos detectar la aparición de motivos de tamaño lateral muy pequeño en la superficie de la muestra en ninguna configuración geométrica, y si quisiéramos acceder a esas rugosidades habríamos de emplear luz ultravioleta.<sup>[57]</sup> En cualquier caso, para poder detectar la aparición de rugosidad de tamaño lateral de unos pocos nanómetros disponemos, durante el crecimiento por MBE, de otra técnica, la difracción de electrones de alta energía en incidencia rasante, o RHEED (del inglés “*Reflected High Energy Electron Diffraction*”), como se explica en el apartado II.4.1. Tanto la dispersión de luz láser como el RHEED proporcionan información acerca de la evolución de la rugosidad superficial, pero en frecuencias espaciales totalmente diferentes, y por lo tanto en escalas distintas.

Una alternativa a la dispersión de luz láser polarizada que permite obtener la evolución de una parte de la densidad espectral de potencias de la superficie durante el crecimiento es la espectroscopía en dispersión de luz.<sup>[84]</sup> En este caso, la muestra se ilumina con luz blanca en lugar de con un haz monocromático, y se recoge la intensidad de luz dispersada en un ángulo fijo en función de la longitud de onda. De esta manera, la luz dispersada en cada longitud de onda sondea una frecuencia espacial distinta, y con un intervalo de longitudes de onda recuperamos una parte de la PSD. Aunque esta técnica es en principio más completa que la dispersión de luz láser, su interpretación es mucho más compleja. Para poder obtener la PSD de la superficie es necesario conocer la constante dieléctrica de la superficie y su dependencia con la temperatura para cada longitud de onda. Además, hay que tener especial cuidado con que los coeficientes de transmisión de las ventanas de la cámara no cambien durante el crecimiento, porque esto impediría el cálculo de la PSD.

### **II.3. Técnica para medir *in situ* la evolución de la tensión: seguimiento óptico de la curvatura del sustrato**

La técnica que hemos utilizado para medir *in situ* la evolución de la tensión y los procesos de relajación durante la fabricación de las heteroestructuras se enmarca dentro de un conjunto de técnicas basadas en la determinación de la tensión a que está

sometido un material a partir de la curvatura que ésta le induce.<sup>[85]</sup> Con este método se pueden medir tanto las tensiones generadas durante la deposición de láminas delgadas



**Figura II.15:** Dibujo esquemático de los montajes experimentales utilizados para medir *in situ* la evolución de la tensión. Con la opción A se tiene mayor sensibilidad que con la opción B, aunque las variaciones totales de curvatura que permite detectar son menores. La opción B permite realizar medidas en las que varíe la temperatura del sustrato, que no son posibles con la opción A.

sobre un sustrato como las variaciones en la tensión superficial asociadas con cambios de reconstrucción superficial o con la presencia de adsorbatos en la superficie.<sup>[85,86]</sup> Es aplicable en todo tipo de materiales, y los primeros en utilizarlo en una heteroestructura semiconductor fueron Schell-Sorokin y Tromp en 1990, que lo emplearon para determinar la evolución de la tensión durante la deposición de SiGe sobre Si (001).<sup>[87]</sup> Desde entonces, con este método se han realizado diversos estudios *in situ* acerca de las tensiones y los mecanismos de relajación tanto en SiGe/Si<sup>[88-90]</sup> como en sistemas heteroepitaxiales de semiconductores III-V<sup>[54,91-101]</sup>, en los que se han analizado también los cambios en la tensión superficial asociados con las diversas reconstrucciones superficiales presentes en las condiciones de crecimiento habituales.<sup>[102,98]</sup>

Existen diversos procedimientos para medir los cambios en la curvatura de un sustrato con gran sensibilidad, y en casi todos ellos el sustrato se sujeta de tal forma que se comporta como una palanca con un extremo libre. Uno de los más utilizados consiste en construir un condensador, de manera que uno de los electrodos de dicho condensador lo constituya el extremo libre del sustrato. Si se produce una variación en el radio de curvatura del sustrato, el extremo libre se mueve, y cambia la distancia entre las placas del condensador y por tanto su capacidad.<sup>[85,86]</sup> Otro método, muy sencillo de implementar, se basa en detectar los cambios de curvatura a partir de la deflexión que producen en un haz láser que incide sobre el sustrato.<sup>[87,88,102]</sup> Este método óptico posee la ventaja de que puede utilizarse *in situ* y en tiempo real durante los procesos de crecimiento y es el que utilizamos en el Instituto de Microelectrónica de Madrid. Es importante recordar que estos procedimientos permiten medir los cambios en la curvatura del sustrato, pero no la curvatura absoluta, de manera que nos permiten obtener información acerca de las variaciones de la tensión, pero no de la tensión absoluta a no ser que conozcamos el estado inicial de tensiones de nuestro sistema material.

La figura II.15 muestra las dos configuraciones experimentales que hemos empleado para llevar a cabo las medidas de evolución de la tensión que forman parte de este trabajo de tesis doctoral. En ambos casos, el sustrato se coloca en el interior de la campana de crecimiento, en la posición habitual, pero sujeto únicamente por un extremo con un clip de molibdeno, de manera que el otro extremo se puede mover libremente. El sustrato se ilumina con dos haces de luz láser paralelos en incidencia casi normal, y si cambia su curvatura el extremo libre se mueve de manera que los haces reflejados se deflecan. Utilizamos dos haces paralelos en lugar de un único haz incidiendo en el extremo libre del sustrato porque de esta manera se eliminan los ruidos asociados con vibraciones de la muestra, pequeños desplazamientos debidos a cambios de temperatura, etc. Para medir la deflexión de los haces reflejados nos hemos servido de dos mecanismos. En la primera opción, la opción A de la figura II.15, los haces se interceptan con dos fotodiodos de dos elementos que registran las variaciones en la posición de los haces,  $\Delta x_1$  y  $\Delta x_2$ . Estas variaciones se relacionan con los cambios en la curvatura del sustrato mediante una relación geométrica muy sencilla:

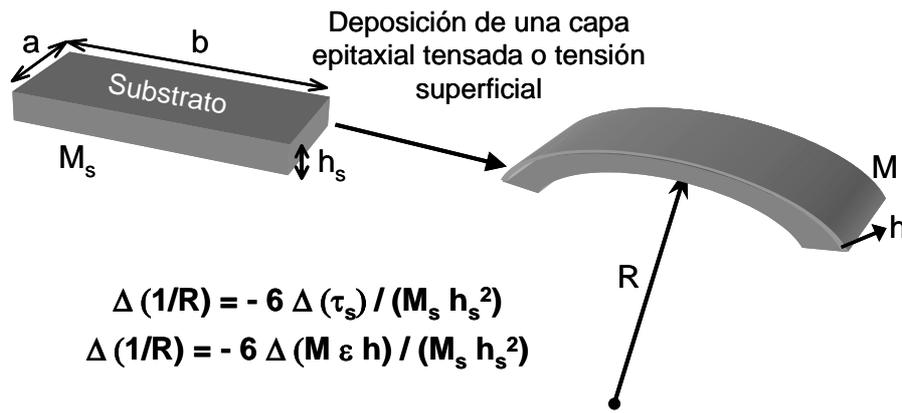
$$\Delta\left(\frac{1}{R}\right) = \left(\frac{\Delta x_1 - \Delta x_2}{L}\right) \frac{1}{2d_i}, \quad (\text{Ec. II.21})$$

donde  $\Delta(1/R)$  es la variación en el radio de curvatura,  $L$  es la distancia entre la muestra y los fotodiodos, y  $d_i$  es la distancia entre los puntos en los que los haces inciden en la muestra. En la segunda alternativa, la opción B en la figura II.15, los haces reflejados se proyectan en una pantalla y la imagen se registra con una cámara de vídeo. La distancia entre los puntos de luz sobre la pantalla,  $d$ , se analiza digitalmente, y la curvatura se obtiene a partir de una relación geométrica similar a la del caso anterior:

$$\Delta\left(\frac{1}{R}\right) = \left(\frac{d - d_0}{d_0}\right) \frac{\cos \alpha}{2L}, \quad (\text{Ec. II.22})$$

y aquí  $L$  es la distancia entre la muestra y la pantalla donde se proyectan los haces,  $\alpha$  es el ángulo de incidencia y  $d_0$  es la distancia inicial entre los puntos de luz sobre la pantalla. El primero de los dos montajes tiene mayor sensibilidad para detectar cambios en la curvatura, y se pueden resolver variaciones de hasta  $2 \times 10^{-5} \text{ m}^{-1}$  en un intervalo total de  $5 \times 10^{-2} \text{ m}^{-1}$ . Con la opción B aumenta el intervalo de variaciones en el radio de curvatura que es posible medir, pero a costa de perder resolución. Así, se pueden llegar a medir variaciones totales en la curvatura de  $5 \times 10^{-1} \text{ m}^{-1}$  con una resolución de  $1 \times 10^{-3} \text{ m}^{-1}$ , o cambiando el tamaño de la imagen grabada se puede aumentar el intervalo hasta  $1 \text{ m}^{-1}$ , y la resolución disminuye a la mitad. Una ventaja muy importante de la configuración B de medida es que se puede utilizar para realizar medidas de evolución de la tensión con cambios en la temperatura del sustrato. Cuando varía la temperatura, el sustrato cambia ligeramente de posición, y esto hace que la disposición A de medida sea impracticable porque los haces reflejados se salen de los fotodiodos. Sin embargo, en la opción B se graban los haces proyectados sobre una pantalla y la zona en torno a ellos, de manera que para realizar este tipo de medidas sólo es necesario recoger la imagen de una zona lo suficientemente grande para que no se salgan los haces.

Los cambios de curvatura que detectamos se deben a las fuerzas ejercidas sobre el sustrato producto bien de la tensión a que está sometida una capa heteroepitaxial con distinto parámetro de red depositada sobre dicho sustrato (proporcional a la deformación que experimenta la capa en el parámetro de red), bien de la tensión superficial o bien de ambas. En el esquema de la figura II.16 se ve la curvatura, de tipo convexo ( $R > 0$ ), que produce una capa heteroepitaxial cuyo parámetro de red es mayor que el del sustrato, es decir, que está en compresión. La tensión superficial de compresión también produce curvatura convexa, mientras que una capa heteroepitaxial tensada o la tensión superficial de extensión dan lugar a curvaturas cóncavas. La relación entre la tensión en una lámina delgada depositada sobre un sustrato y la curvatura que produce en éste último fue calculada por Stoney a principios de siglo para el caso de tensión uniaxial, y es la siguiente:<sup>[103]</sup>



**Figura II.16:** Curvatura generada en un sustrato al depositar una capa heteroepitaxial cuyo parámetro de red es mayor que el del sustrato, donde  $\varepsilon$  es la deformación en el parámetro de red que experimenta la capa depositada:  $\varepsilon = (a_s - a_c)/a_c$ . En el caso de tensión superficial ( $\tau_s$ ) de compresión el sustrato se curva de la misma manera (curvatura convexa,  $R > 0$ ).

$$\left(\frac{1}{R}\right) = -\frac{6\sigma h}{Y_s h_s^2}, \quad (\text{Ec. II.23})$$

donde  $h$  es el espesor de la película delgada;  $h_s$ , el del sustrato;  $\sigma$ , la tensión en la lámina e  $Y_s$ , el módulo de Young del sustrato. Esta ecuación fue reformulada posteriormente para incluir el carácter biaxial que presenta la tensión en las láminas delgadas, y la expresión adecuada en ese caso es:<sup>[85,86,104]</sup>

$$\left(\frac{1}{R}\right) = -\frac{6(1-\nu_s)\sigma h}{Y_s h_s^2}, \quad (\text{Ec. II.24})$$

con  $\nu_s$  el módulo de Poisson del sustrato. Estas ecuaciones son válidas si se verifican las siguientes condiciones:<sup>[105-107]</sup>

- i) los espesores de la lámina y del sustrato son uniformes y mucho menores que las dimensiones laterales ( $h_s, h \ll a, b$  en las figuras II.15 y II.16);
- ii) el espesor de la lámina depositada es mucho menor que el espesor del sustrato ( $h \ll h_s$ );
- iii) la tensión en la película delgada no tiene componentes en la dirección perpendicular al plano de la intercara entre la lámina y el sustrato;
- iv) el material del sustrato es homogéneo, isótropo y linealmente elástico, y el de la película delgada es isótropo;
- v) los efectos de borde son despreciables y todas las propiedades físicas son homogéneas en el plano paralelo a la intercara;
- vi) las deformaciones y rotaciones son infinitesimalmente pequeñas, de manera

que nos encontramos en el régimen elástico tanto para la película delgada como para el sustrato;

vii) el sustrato no está constreñido para curvarse en ninguna de las dos direcciones.

Todas estas condiciones se cumplen, o podemos hacer que se cumplan, durante el crecimiento de capas heteroepitaxiales de semiconductores III-V por MBE. Los espesores de los sustratos que se utilizan están generalmente entre 100 y 500  $\mu\text{m}$ , y sus dimensiones laterales entre uno o varios centímetros, por lo que la primera condición se satisface en general. En cuanto a la segunda condición, Freund y colaboradores generalizaron la ecuación II.24 para una relación arbitraria entre los espesores y las constantes elásticas de la película depositada y el sustrato<sup>[107]</sup> y, de acuerdo con esa expresión, el error cometido si se aplica la ecuación II.24 es inferior al 3 % cuando el espesor de la capa depositada llega a ser un 1 % del del sustrato (3,5  $\mu\text{m}$  en las 350  $\mu\text{m}$  de espesor que tienen los sustratos de GaAs que hemos utilizado en las medidas que se presentan en el capítulo III, o 1  $\mu\text{m}$  en las 100  $\mu\text{m}$  de los de InP empleados en las medidas que se incluyen en el capítulo IV).<sup>\*</sup> La tercera condición se verifica y, efectivamente, la tensión en las capas heteroepitaxiales depositadas no tiene componentes en la dirección perpendicular al plano de la intercara. El material del sustrato es homogéneo, como exige la cuarta condición, pero ni la película depositada ni el sustrato son isótropos puesto que se trata de monocristales, y poseen por tanto anisotropía cristalina. En este caso, es necesario volver a calcular las expresiones II.23 y II.24 teniendo en cuenta la orientación cristalográfica de la intercara y las constantes elásticas del cristal en la dirección en la que se mide la curvatura.<sup>[85,86]</sup> Para las estructuras heteroepitaxiales estudiadas en los capítulos III y IV, que poseen simetría cúbica y cuya intercara está orientada en la dirección (001), la constante elástica adecuada cuando la lámina está sometida a una tensión biaxial isótropa en el plano de la intercara es el módulo biaxial:<sup>[108]</sup>

$$\frac{Y_s}{1 - \nu_s} \equiv M_s = c_{11} + c_{12} - 2c_{12}^2/c_{11}, \quad (\text{Ec. II.25})$$

donde  $c_{ij}$  son las constantes elásticas del sustrato correspondiente. En el caso de tensión uniaxial, la ecuación II.23 sólo es válida en estos sistemas cristalinos cuando la tensión está dirigida a lo largo de los ejes [100] ó [010]. Para tensiones uniaxiales a lo largo de las direcciones [110] ó  $[1\bar{1}0]$ , que son las direcciones más relevantes en el caso de semiconductores III-V, la expresión adecuada es:

$$\left(\frac{1}{R}\right) = -\frac{6\sigma h M_s + 2c_{44}}{h_s^2 4M_s c_{44}}. \quad (\text{Ec. II.26})$$

<sup>\*</sup>En todas las medidas que aparecen en los capítulos III y IV, la relación entre los espesores de la capa depositada y del sustrato es inferior al 2 % y, por lo tanto, los errores al aplicar la ecuación II.24 en lugar de la desarrollada por Freund son inferiores al 6 %.

Sin embargo, en estos materiales  $c_{44}$  es aproximadamente la mitad de  $M_s$ , de manera que podemos utilizar la expresión II.24 para el caso de tensiones uniaxiales a lo largo de las direcciones  $[110]$  ó  $[1\bar{1}0]$  con un error inferior al 2 %. Por otro lado, Röhl obtuvo las expresiones si la tensión biaxial deja de ser isotrópica,<sup>[104]</sup> por ejemplo porque la relajación es mayor en una dirección que en otra, aunque si estamos midiendo la curvatura en direcciones  $\langle 110 \rangle$  también podemos utilizar la expresión II.24 puesto que, si la diferencia entre las tensiones a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  llega incluso al 30 %, el error que se comete al utilizar esa ecuación en lugar de la expresión correcta es menor que el 2 %. La quinta condición también se cumple, y en cuanto a la sexta, Freund y colaboradores calcularon, en función de la relación que mantienen entre sí el tamaño lateral del sustrato, su espesor y el espesor de la capa, la tensión máxima a la que puede estar sometida la capa depositada para evitar efectos elásticos no lineales. A partir de estos cálculos, se obtiene que, utilizando sustratos cuya dimensión lateral,  $b$ , es 2,5 cm, podemos depositar hasta 0,5  $\mu\text{m}$  de espesor de una capa con una diferencia de parámetro de red con el sustrato del |3| % si el espesor del sustrato es de 350  $\mu\text{m}$ , o hasta 12 nm si es de 100  $\mu\text{m}$ , dentro del régimen lineal de deformaciones. Por último, según la séptima condición, el sustrato ha de poder curvarse libremente en las dos direcciones. Para realizar las medidas de evolución de la tensión cortamos los sustratos en forma de viga o palanca (ver figura II.15), y los sujetamos sólo por un extremo de manera que el otro extremo se puede mover sin constricciones. De esta manera, el sustrato se puede curvar libremente a lo largo de su eje largo. En cuanto a la dirección perpendicular, si la relación entre el eje largo de la palanca,  $b$ , y su eje corto,  $a$ , es superior a 3,  $b > 3a$ , la deformación transversal no influye en la curvatura a lo largo del eje largo y la ecuación II.24 es válida aunque el movimiento en la dirección del eje corto esté ligeramente restringido por el clip de sujeción.<sup>[85,106]</sup> Si el movimiento del sustrato está completamente limitado en una dirección, la relación entre la curvatura en la dirección perpendicular y la tensión que la produce es:<sup>[85,104]</sup>

$$\left(\frac{1}{R}\right) = -\frac{6(1-\nu_s^2)\sigma h}{Y_s h_s^2}, \quad (\text{Ec. II.27})$$

para un sistema isotrópico o para sistemas cristalinos con simetría cúbica en la orientación (001), siempre y cuando la curvatura se mida a lo largo de una de las direcciones  $\langle 100 \rangle$ . Para curvaturas a lo largo de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  en estos últimos sistemas, hay que sustituir  $Y_s/(1-\nu_s^2)$  por  $(M_s/2 + c_{44})$ .

La relación entre la tensión superficial,  $\tau_s$ , y la curvatura que produce en el sustrato es análoga a la ecuación II.24:

$$\left(\frac{1}{R}\right) = -\frac{6(1-\nu_s)\tau_s}{Y_s h_s^2}. \quad (\text{Ec. II.28})$$

Aquí también hay que tener en cuenta las mismas consideraciones que para el caso de la tensión en una lámina delgada, y son válidas las mismas correcciones para los casos

de sistemas cristalinos y curvatura limitada en una dirección. La tensión superficial tiene dimensiones de fuerza por unidad de longitud (N/m).

Todas las expresiones anteriores nos indican cómo se relacionan la curvatura y la tensión en una situación estática. Durante el crecimiento, las variaciones que experimenta la curvatura del sustrato pueden deberse tanto a incrementos en el espesor de la capa depositada como a variaciones en la tensión de dicha capa y a cambios en la tensión superficial. Para analizar las medidas dinámicas de evolución de la curvatura durante el crecimiento podemos utilizar la forma diferencial de la ecuación II.24:<sup>[88]</sup>

$$-\frac{M_s h_s^2}{6} \frac{d(1/R)}{dt} = \sigma(z=h, t) \frac{dh}{dt} + \int_0^h \frac{d\sigma}{dt} dz + [\Delta\tau_s], \quad (\text{Ec. II.29})$$

donde el primer término de la parte derecha de la ecuación representa la contribución al cambio de curvatura asociada con un incremento  $dh$  en el espesor de la capa depositada, que se incorpora en el instante  $t + dt$  con una tensión  $\sigma$ ; el segundo término introduce la contribución relacionada con procesos de relajación en la capa ya depositada en el instante  $t$  y el tercer término incorpora la contribución de las variaciones en la tensión superficial. Los términos primero y segundo de la parte derecha de la expresión II.29 se pueden englobar en uno solo mediante la definición de una nueva magnitud, la tensión acumulada,  $\Sigma\sigma$ :<sup>[109]</sup>

$$\Sigma\sigma[h(t)] = \int_0^{h(t)} \sigma(z) dz, \quad (\text{Ec. II.30})$$

y utilizando esta nueva cantidad podemos escribir la forma integral de la ecuación II.29:

$$-\frac{M_s h_s^2}{6} \left( \frac{1}{R(t)} \right) = \Sigma\sigma(h) + [\Delta\tau_s]. \quad (\text{Ec. II.31})$$

En la tensión acumulada, que es lo que realmente obtenemos al medir la evolución de la curvatura, se incluyen tanto los incrementos de espesor de la capa depositada como los procesos de relajación. Si consideramos que la distribución de tensiones es uniforme a lo largo de toda la capa depositada, se puede definir una deformación efectiva de la capa,  $\varepsilon_{ef}$ , de la siguiente manera:<sup>[109]</sup>

$$\Sigma\sigma(h) = \int_0^h \sigma dz = \int_0^h M\varepsilon_{ef} dz = M\varepsilon_{ef} h, \quad (\text{Ec. II.32})$$

donde  $M$  es el módulo biaxial de la capa.

Los cambios en la tensión superficial asociados con cambios de reconstrucción en

los semiconductores estudiados durante el desarrollo de este trabajo de tesis doctoral pueden llegar a ser del orden de 0,5 N/m, y si involucran diferentes materiales pueden alcanzar valores de 1 N/m. Las tensiones acumuladas durante el crecimiento de capas heteroepitaxiales con parámetro de red diferente al del sustrato pueden variar entre unos pocos N/m para la deposición de dos o tres monocapas hasta cientos de N/m cuando el espesor de la capa es de varias centenas de nanómetros. Para capas lo suficientemente gruesas, la contribución en la ecuación II.31 de las variaciones en la tensión superficial es despreciable. En cuanto a las posibles contribuciones de la cara posterior del sustrato a las variaciones de curvatura, son despreciables puesto que a esta cara no le llegan los flujos de los materiales que se depositan y permanece estática durante el crecimiento.<sup>[102]</sup>

Como se observa en las ecuaciones, la curvatura es inversamente proporcional al espesor del sustrato al cuadrado, así que para aumentar la resolución tanto en las medidas de variaciones en la tensión superficial como en las de evolución de la tensión durante el crecimiento de capas heteroepitaxiales se emplean sustratos muy delgados, de 75 ó 100  $\mu\text{m}$ , aunque siempre hay que respetar las restricciones impuestas por las condiciones de validez de la ecuación II.24.

Teniendo en cuenta todas las consideraciones anteriores, vemos que ésta es una técnica muy útil para realizar medidas *in situ* de evolución de la tensión durante el crecimiento de heteroestructuras de semiconductores III-V. Los errores en la determinación de la curvatura están en torno al 6 % con los dos métodos empleados, y el error total en la determinación de la tensión es de un 10 % aproximadamente. Si utilizamos una técnica adicional, por ejemplo la difracción de rayos X, para corroborar la composición de la capa heteroepitaxial crecida, o el estado final de tensiones del sistema, los errores se reducen a valores en torno al 4 %.

## II.4. Otras técnicas experimentales

En este último apartado del capítulo se describen, de modo sucinto, todas las técnicas experimentales que se han utilizado para la realización de este trabajo de tesis doctoral, con excepción de las de caracterización *in situ* de la morfología y los procesos de relajación, a las que he dedicado los apartados anteriores.

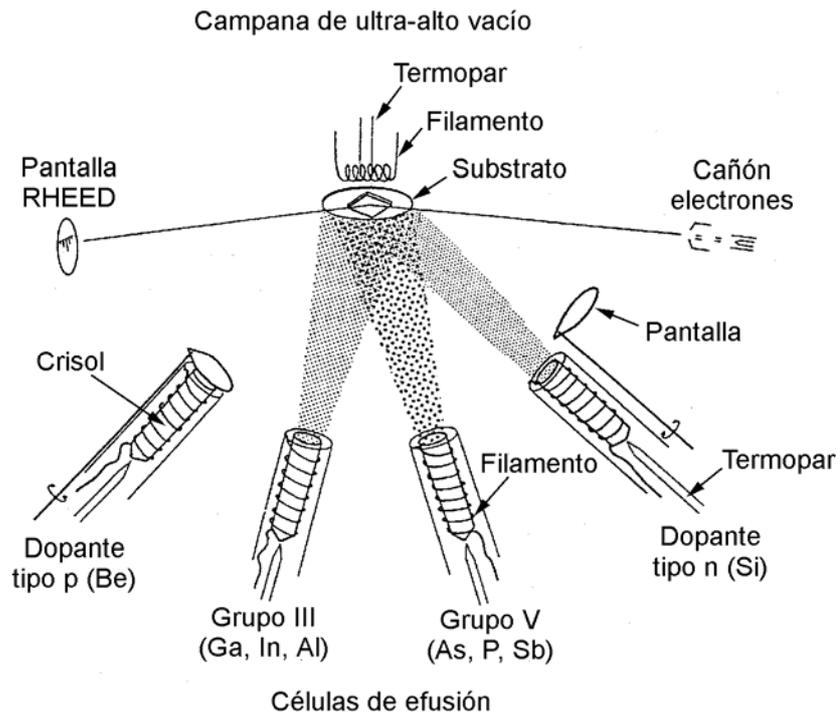
Las muestras han sido fabricadas mediante epitaxia por haces moleculares (que abreviaré con MBE, del inglés “*Molecular Beam Epitaxy*”). Ésta es una técnica ya muy asentada y conocida para la deposición de láminas delgadas de diversos tipos de materiales, y se hace una breve descripción de la misma aplicada al crecimiento de semiconductores compuestos III-V en la que se detallan aquellos aspectos del crecimiento que están directamente relacionados con la evolución de la morfología y los procesos de relajación. Además, he incluido la explicación de una variante de la técnica, la epitaxia por haces moleculares capa atómica a capa atómica (ALMBE de aquí en adelante, del inglés “*Atomic Layer Molecular Beam Epitaxy*”), que permite

emplear temperaturas de deposición mucho más bajas que las habituales durante el crecimiento por MBE. Utilizando estas dos técnicas de crecimiento, hemos podido estudiar cómo influye la temperatura de fabricación de las heteroestructuras en la evolución de la morfología y en los procesos de relajación. La técnica ALMBE requiere un gran control de la estequiometría superficial durante el crecimiento, y para ello se utiliza otra técnica *in situ* conocida como reflectancia diferencial, que se recoge en el siguiente subapartado. Para completar en unos casos o corroborar en otros la caracterización *in situ* de la relajación y la morfología de las heteroestructuras, hemos analizado dichos aspectos con otras dos técnicas *ex situ*, difracción de rayos X y microscopía de fuerzas, también reseñadas aquí.

#### II.4.1. Epitaxia por haces moleculares

La epitaxia por haces moleculares, o abreviadamente MBE (acrónimo del inglés “*Molecular Beam Epitaxy*”) es una técnica de evaporación desarrollada en un entorno de ultra alto vacío que permite obtener láminas *epitaxiales* (es decir, que reproducen la estructura cristalina del sustrato) de un material a partir de la reacción entre los flujos de sus componentes (*haces moleculares*) sobre la superficie de un sustrato que por lo general se encuentra a temperatura elevada.<sup>[110,111]</sup> Con ella se pueden obtener materiales de alta pureza, y además ofrece la posibilidad de fabricar estructuras con diferentes materiales (heteroepitaxia) y con niveles modulados de dopado o impurificación. La técnica MBE fue propuesta por Alfred Y. Cho a principios de los años '70,<sup>[112]</sup> aunque las ideas fundamentales en las que se basa parten del “método de las tres temperaturas” desarrollado por Günther en 1958<sup>[113]</sup> y de los trabajos de Arthur sobre la cinética y estructura de la superficie de GaAs cuando interaccionan con ésta haces moleculares de Ga y As<sub>2</sub>.<sup>[114]</sup> En sus comienzos, con esta técnica se obtuvieron estructuras basadas en GaAs y AlGaAs principalmente, pero actualmente se ha convertido en una técnica muy versátil y apta tanto para el crecimiento epitaxial de estructuras semiconductoras como de metales, superconductores o aislantes.<sup>[110]</sup>

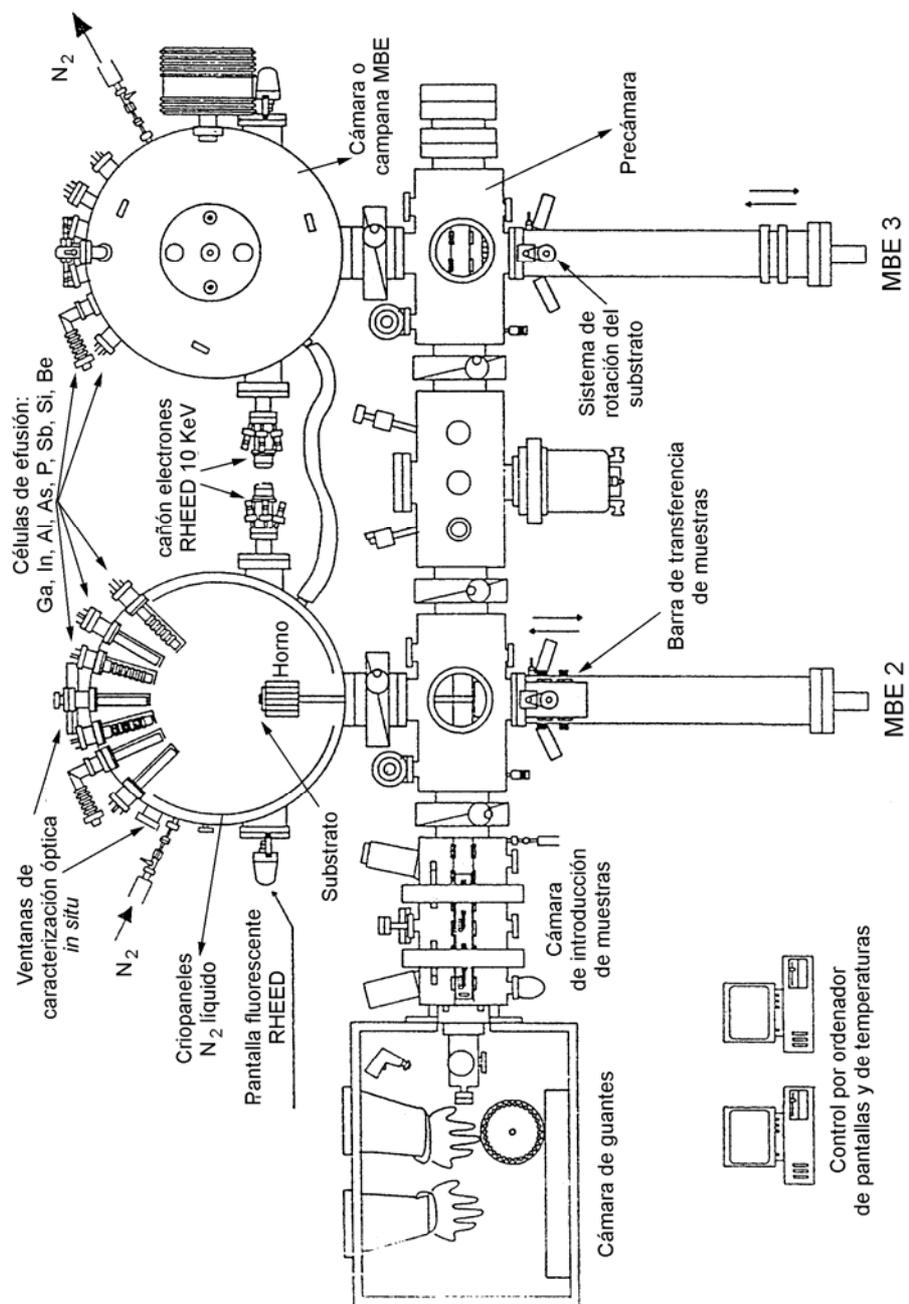
En la figura II.17 se muestra esquemáticamente el crecimiento por MBE de un compuesto sobre un sustrato monocristalino.<sup>[115]</sup> El proceso tiene lugar en una campana de ultra alto vacío recubierta interiormente por criopaneles por los que circula nitrógeno líquido; de esta manera se mantiene la presión residual muy baja en la zona de crecimiento y se evita la incorporación de impurezas no deseadas. Los haces moleculares se obtienen a partir de la evaporación de los elementos correspondientes, que se encuentran en forma sólida en las células de efusión (que son convencionalmente de tipo Knudsen). Los flujos procedentes de cada célula, que determinan la velocidad de crecimiento y la composición del material, se controlan con la temperatura a la que se haya sometido el material en las mismas. Para ello, se mide la temperatura con un termopar ajustado a la base del crisol (donde se encuentra el material), y la información se envía a un ordenador que regula la potencia de calentamiento de la resistencia para mantener estable dicha temperatura, o cambiarla si queremos modificar el flujo. Asimismo, las células van provistas de pantallas que permiten cortar el flujo de cada material en el momento deseado. La temperatura del



**Figura II.17:** Esquema básico del proceso MBE para el crecimiento de semiconductores III-V. (Tomado de [115])

substrato, que se calienta mediante un filamento colocado en su parte posterior, también se determina con un termopar y se controla por ordenador. Generalmente los sustratos pueden rotar durante el crecimiento para conseguir una mayor uniformidad en las capas depositadas. Además, los sistemas MBE disponen de precámaras que permiten la introducción y extracción de los sustratos sin romper el vacío de la cámara de crecimiento.<sup>[110,111]</sup> La figura II.18 muestra un dibujo esquemático del doble sistema MBE del Instituto de Microelectrónica de Madrid,<sup>[115,116]</sup> donde se han realizado todos los estudios *in situ* que componen este trabajo de tesis doctoral.

Las principales ventajas que ofrece la técnica MBE frente a otras técnicas de crecimiento epitaxial son la posibilidad de interrumpir el flujo de cualquiera de los componentes o de los dopantes de forma rápida y en el momento deseado, mediante las válvulas o pantallas de las células, de manera que se pueden obtener intercaras abruptas entre diferentes materiales epitaxiados, y un control muy preciso de la velocidad de crecimiento, y por tanto del espesor depositado, con lo que es posible cambiar la composición y el dopado en la dirección de crecimiento con resolución atómica y de forma reproducible. Además, la temperatura del sustrato durante el crecimiento no es excesivamente alta (450 °C- 600 °C en MBE convencional) por lo que se reducen los problemas de interdifusión de elementos y dopantes en las intercaras, y las superficies que se obtienen en homoepitaxia, en condiciones óptimas de crecimiento, son muy



**Figura II.18:** Dibujo esquemático del sistema de epitaxia por haces moleculares (MBE) con dos campanas de crecimiento del Instituto de Microelectrónica de Madrid. (Tomado de [116]).

planas.<sup>[115]</sup> Por otro lado, una ventaja con la que ha contado la técnica MBE desde sus comienzos ha sido la posibilidad, ofrecida por el entorno de ultra alto vacío, de realizar análisis *in situ* de los procesos de crecimiento mediante difracción de electrones de alta

energía en incidencia rasante, o RHEED (que proviene del inglés “*Reflected High Energy Electron Diffraction*”). En la actualidad, y con el desarrollo de técnicas ópticas tales como las utilizadas en este trabajo (dispersión de luz, seguimiento de la curvatura del sustrato, espectroscopía de reflectancia diferencial), la posibilidad de realizar estudios *in situ* se ha extendido a otros métodos de crecimiento epitaxial que se desarrollan en condiciones de altas presiones, tales como las epitaxias en fase vapor a partir de compuestos metalorgánicos.

La principal condición termodinámica en la que se basa la epitaxia por haces moleculares, la misma que en la que se basa el “método de las tres temperaturas”, consiste básicamente en el requerimiento de un valor para la energía libre de evaporación del compuesto que se desea epitaxiar mayor que el de la energía libre de evaporación del elemento más volátil (el elemento del grupo V en el caso de los semiconductores III-V).<sup>[117,118]</sup> A partir de esta condición se extraen dos ideas fundamentales que guían el crecimiento por MBE de semiconductores III-V. La primera es que el flujo atómico del elemento del grupo III, o catión, es el que determina la velocidad de crecimiento ya que, a las temperaturas a las que se calienta el sustrato durante el crecimiento, todos los átomos del elemento del grupo III que llegan a su superficie se condensan en ella, es decir, el elemento del grupo III tiene un “coeficiente de adhesión” de valor la unidad. La segunda es que el elemento del grupo V, o anión, ha de suministrarse en exceso para garantizar que todos los átomos del elemento del grupo III que se condensan en la superficie reaccionen con átomos del elemento del grupo V y se incorporen al cristal integrando el compuesto y no formando pequeñas gotas metálicas. Por lo tanto, la composición de aleaciones III-III-V se puede ajustar con mucha precisión regulando los flujos relativos de los elementos del grupo III. Las aleaciones III-V-V no resultan tan fáciles de controlar, puesto que la incorporación relativa de los elementos del grupo V no es simplemente proporcional a la relación entre sus flujos, aunque se puede conseguir con ayuda de técnicas adicionales como la reflectancia diferencial.<sup>[119]</sup>

Las etapas más importantes que componen el proceso de crecimiento por MBE son:<sup>[110]</sup> (1) adsorción de los átomos o moléculas de los elementos constituyentes en la superficie del sustrato; (2) difusión superficial y disociación de las moléculas adsorbidas; (3) reacción entre los constituyentes e incorporación en la red cristalina del sustrato o de la capa ya crecida; (4) desorción térmica de las especies no incorporadas en la red. De todos estos procesos, la difusión del catión sobre la superficie del semiconductor hasta que alcanza un centro de incorporación donde tiene lugar la reacción con el anión es el proceso más lento y del que fundamentalmente depende la velocidad y calidad del proceso en su conjunto.<sup>[120,121]</sup> Los centros de incorporación principales son islas bidimensionales que se forman en las terrazas o los escalones de las terrazas. Dependiendo de la longitud de difusión del catión y del tamaño de las terrazas en el sustrato, predominará su incorporación en las islas bidimensionales o en los escalones, dando lugar a dos modos distintos de crecimiento: el crecimiento bidimensional o “capa a capa” y el crecimiento por propagación de escalones, respectivamente.<sup>[110]</sup> Cuando la movilidad del catión no es suficiente, se produce un crecimiento tridimensional a partir de los núcleos formados inicialmente y la rugosidad

de la superficie aumenta muy rápidamente. La longitud de difusión del catión aumenta con la temperatura del sustrato y con la disminución de flujo del elemento del grupo V. Por otro lado, la difusión del catión sobre la superficie (100) de GaAs en condiciones habituales de crecimiento, es decir, en la reconstrucción (2×4), es anisótropa. La longitud de difusión es mayor en la dirección  $[1\bar{1}0]$  de la superficie que en la  $[110]$ .<sup>[122-125]</sup> Al mismo tiempo, la reactividad de los escalones en esta superficie también es anisótropa, siendo más reactivos los escalones paralelos a la dirección  $[110]$ .<sup>[126-130]</sup> Por ello, las islas que se forman en las terrazas durante el crecimiento son alargadas a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  y se favorece el desarrollo de morfologías a lo largo de esa dirección.

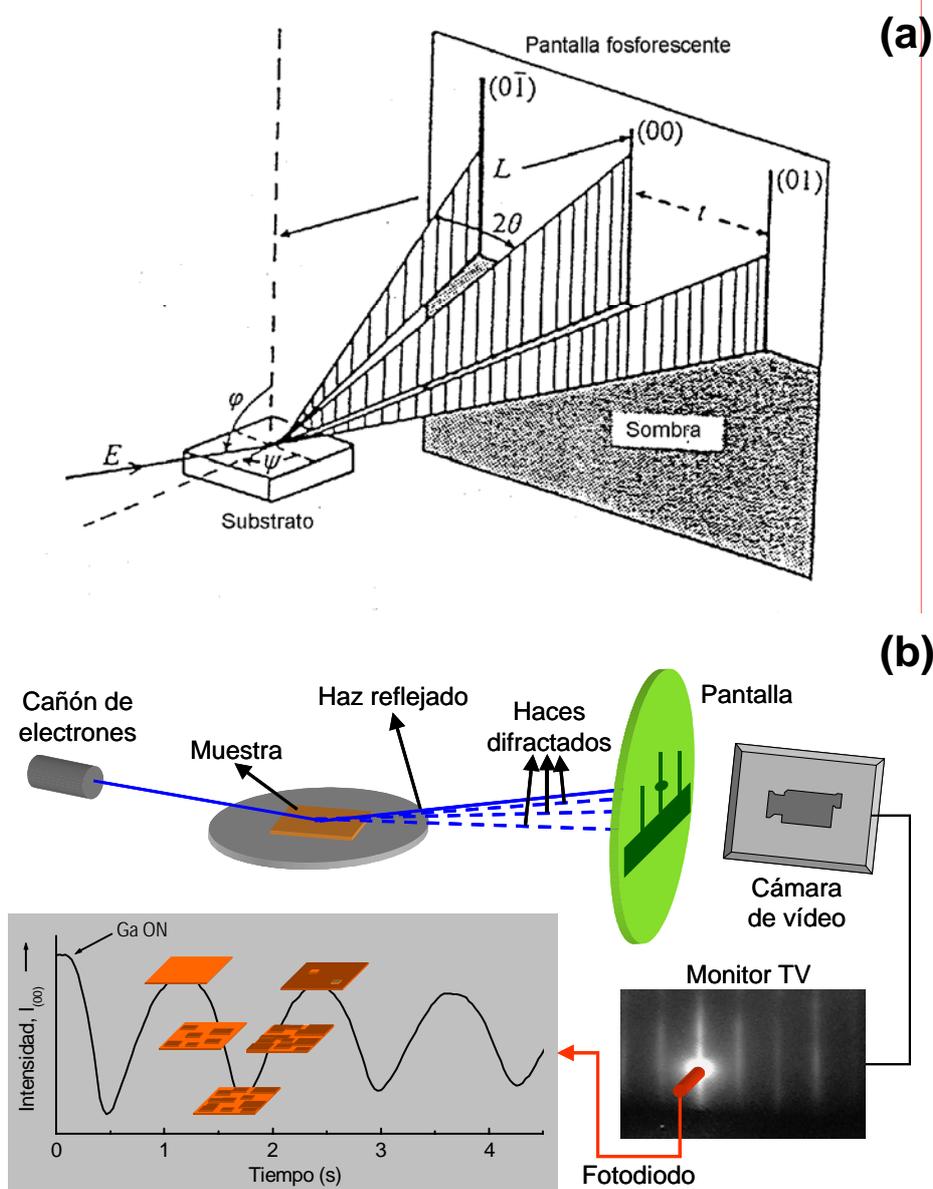
Como ya se ha mencionado anteriormente, la técnica RHEED se ha empleado para realizar caracterización *in situ* del proceso de crecimiento por MBE desde sus inicios, y se sigue utilizando como una herramienta básica para determinar el modo de crecimiento, las condiciones óptimas y la velocidad. La figura II.19-(a) muestra un esquema de la configuración habitual en difracción de partículas a bajo ángulo sobre una superficie de periodicidad bidimensional. Las partículas difractadas son electrones con energías en torno a los 10 KeV y el patrón de difracción puede visualizarse sobre una pantalla fosforescente. En el Instituto de Microelectrónica de Madrid, registramos este patrón con una cámara de vídeo y transmitimos la imagen a un monitor de televisión (ver figura II.19-(b)). Este patrón contiene información relacionada con la topografía y la estructura durante el crecimiento de las capas del material depositado cercanas a la superficie.<sup>[110]</sup> El diagrama de difracción RHEED de una superficie perfecta y plana sería una distribución de puntos de difracción bien definidos dispuestos en arcos concéntricos, pero en el diagrama real se observan barras de difracción perpendiculares al borde de sombra debido al ensanchamiento experimental de la energía de los electrones incidentes, y a la existencia de efectos térmicos que engrosan las líneas ideales que caracterizan la red recíproca de una superficie bidimensional.

La distribución de las barras del diagrama RHEED en función de la orientación de la superficie respecto al haz de electrones incidente nos permite identificar las distintas reconstrucciones superficiales (o reordenamiento de los átomos de la superficie y de la región contigua para minimizar su energía) que presentan las superficies de los semiconductores III-V durante el crecimiento.\* La reconstrucción que presenta la superficie depende de la estequiometría superficial (es decir, de la relación de elementos del grupo III y del grupo V) y determina los mecanismos de crecimiento. Así, para generar unas buenas condiciones de crecimiento es necesario controlar, mediante la temperatura y la relación de flujos de elementos del grupo III y V, la reconstrucción superficial de nuestro sustrato. En general, está establecido que las epitaxias crecidas sobre GaAs en la reconstrucción (2×4) poseen buenas propiedades.<sup>[110]</sup> Ahora bien, si la superficie es muy rugosa o presenta núcleos tridimensionales, el diagrama de difracción ya no presenta las barras correspondientes

---

\*En el apéndice A he introducido una breve descripción de las reconstrucciones superficiales que aparecen habitualmente durante el crecimiento de semiconductores III-V mediante epitaxia por haces moleculares.

a una superficie sino que se obtiene por transmisión a través de dichos núcleos y, por tanto, aparecen puntos bien localizados correspondientes a la red recíproca del volumen. Además, si estos núcleos tridimensionales poseen facetas bien definidas, en el diagrama de difracción se generan barras no perpendiculares al borde de sombra que



**Figura 11.19:** (a) Dibujo esquemático de la geometría usual en experimentos de difracción de electrones de alta energía en incidencia rasante, o RHEED. (b) Esquema del montaje experimental utilizado en el Instituto de Microelectrónica de Madrid y del modelo propuesto [132] para explicar las oscilaciones RHEED.

nos permiten identificarlas.<sup>[131]</sup> Por lo tanto, mediante el diagrama RHEED se puede obtener información acerca de la calidad de la superficie durante el crecimiento, pero siempre para tamaños del orden de la longitud de coherencia de los electrones, es decir, de hasta varias decenas de nanómetros.

Otra característica notable del RHEED es que, cada vez que se reinicia el crecimiento, las intensidades de los haces difractados y del haz especular oscilan, y el periodo de oscilación corresponde al tiempo necesario para que se deposite una monocapa (0,283 nm en GaAs) de material.<sup>[132]</sup> Esta propiedad permite emplear el RHEED para calibrar, de manera muy precisa, la velocidad de crecimiento de las capas epitaxiales y, puesto que ésta está controlada por el flujo del elemento del grupo III, la cantidad de átomos de este elemento que se incorporan a la superficie por unidad de tiempo. De esta manera, determinando a través de las oscilaciones RHEED este flujo atómico para diversos elementos del grupo III se puede ajustar con gran precisión la composición de las aleaciones III-III-V. El comportamiento oscilatorio del RHEED se explica según el modelo de crecimiento que se ilustra en la figura II.19-(b). La máxima intensidad del haz especular corresponde a una capa completa y plana, y cuando comienza el crecimiento de la siguiente monocapa se forman islas bidimensionales de una monocapa de altura distribuidas aleatoriamente por la superficie que hacen que disminuya la intensidad del haz reflejado debido a la interferencia destructiva entre los electrones difractados por átomos situados en planos diferentes. El mínimo de intensidad se produce cuando se ha depositado media monocapa, y cuando se completa la siguiente monocapa se recupera de nuevo el máximo de intensidad. No obstante, generalmente antes de que se termine una capa ya comienza a formarse la siguiente, de manera que aparece más de un plano en la superficie y la intensidad del haz se va amortiguando. Cuando el crecimiento se produce mediante propagación de escalones, la densidad de escalones en la superficie no varía y no se producen oscilaciones en el RHEED.

#### *II.4.1.a. Epitaxia por haces moleculares capa atómica a capa atómica*

Las técnicas de crecimiento mediante haces pulsados constituyen una modificación sobre la técnica MBE básica. Existen diversas modalidades, como la denominada MEE (del inglés “*Migration Enhanced Epitaxy*”)<sup>[126]</sup> o la epitaxia por haces moleculares capa atómica a capa atómica (ALMBE, que proviene del inglés “*Atomic Layer Molecular Beam Epitaxy*”),<sup>[133]</sup> que es la que se ha utilizado para fabricar heteroestructuras a baja temperatura en el transcurso de este trabajo de tesis doctoral.

En el crecimiento por ALMBE, el suministro de átomos de los distintos elementos a la superficie no tiene lugar de manera continua: el haz molecular del elemento (o elementos) del grupo III permanece continuamente abierto, mientras que el del grupo V se pulsa con una frecuencia sincronizada con la velocidad de crecimiento. Esta interrupción en el flujo del elemento del grupo V crea un enriquecimiento temporal de elemento del grupo III en cada ciclo, que favorece la difusión superficial del catión y provoca una situación de alta reactividad con el elemento del grupo V cuando se

reanuda su aporte, potenciando el crecimiento bidimensional. Además, en cada ciclo se ha de suministrar la cantidad de elemento del grupo III necesaria para depositar una monocapa de material y la cantidad adecuada de elemento del grupo V para que se consuman todos los átomos de elemento del grupo III que tenemos en la superficie. De esta manera, se obliga a que el crecimiento se produzca monocapa a monocapa y se obtienen morfologías muy planas en la superficie y en las intercaras. La utilización de técnicas de caracterización *in situ* tales como el RHEED y la reflectancia diferencial son imprescindibles para conseguir este control tan preciso de la estequiometría superficial necesario en cada ciclo. Para que realmente aumente la difusión superficial del catión se requiere una ausencia transitoria de moléculas del elemento del grupo V en la superficie del sustrato, lo cual obliga a una reducción significativa en la presión parcial de dicho elemento durante el cierre de la célula de efusión correspondiente. Para conseguir esto, las células de efusión de los elementos del grupo V incorporan válvulas en lugar de pantallas para interrumpir el flujo. Puesto que la difusión superficial de los átomos del catión aumenta de forma considerable al interrumpir el flujo del elemento V, esta técnica de crecimiento permite la deposición de capas epitaxiales de alta calidad manteniendo el sustrato a temperaturas muy por debajo de las habituales en la técnica MBE. Esta propiedad hace del ALMBE una técnica muy útil para la integración monolítica, ya que para el recrecimiento de dispositivos ya fabricados no se pueden superar los 400 ó 450 °C.

#### II.4.2. Reflectancia diferencial

La espectroscopía de reflectancia diferencial, o RDS (del inglés “*Reflectance Difference Spectroscopy*”), es una técnica óptica que nos proporciona información acerca de la estequiometría superficial. Esta técnica fue ampliamente utilizada por Aspnes para caracterizar *ex situ* superficies semiconductoras,<sup>[134]</sup> pero cobró mayor auge a partir de su aplicación a la caracterización *in situ* durante el crecimiento epitaxial por MBE.<sup>[135]</sup> La técnica se basa en la medida de la anisotropía en la reflectancia óptica de una superficie a lo largo de dos ejes cristalográficos ortogonales, habitualmente las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  en superficies (001) de semiconductores III-V. En materiales cuyo comportamiento de volumen es isótropo, como es el caso de los semiconductores, esta anisotropía óptica procede de la superficie, y en concreto de la reconstrucción superficial. El espectro de reflectancia diferencial de una superficie nos permite identificar las distintas reconstrucciones superficiales que aparecen durante el crecimiento, tanto en el entorno de ultra alto vacío de la cámara de MBE<sup>[136]</sup> como en las condiciones de altas presiones que se dan en las epitaxias en fase vapor a partir de compuestos metalorgánicos.<sup>[137]</sup>

De acuerdo con los estudios de Aspnes,<sup>[138]</sup> la anisotropía óptica observada en la señal de reflectancia diferencial, o señal RD ( $R_{[110]} - R_{[1\bar{1}0]}$ ), del GaAs (001) está asociada con diferentes absorciones dependiendo de la región espectral. En concreto, la zona centrada en 1,8 eV está relacionada con la absorción de luz por los dímeros de Ga de la superficie y, si consideramos la superficie (001) de otros semiconductores, con la absorción por los dímeros del elemento del grupo III correspondiente.<sup>[139]</sup> Así, si

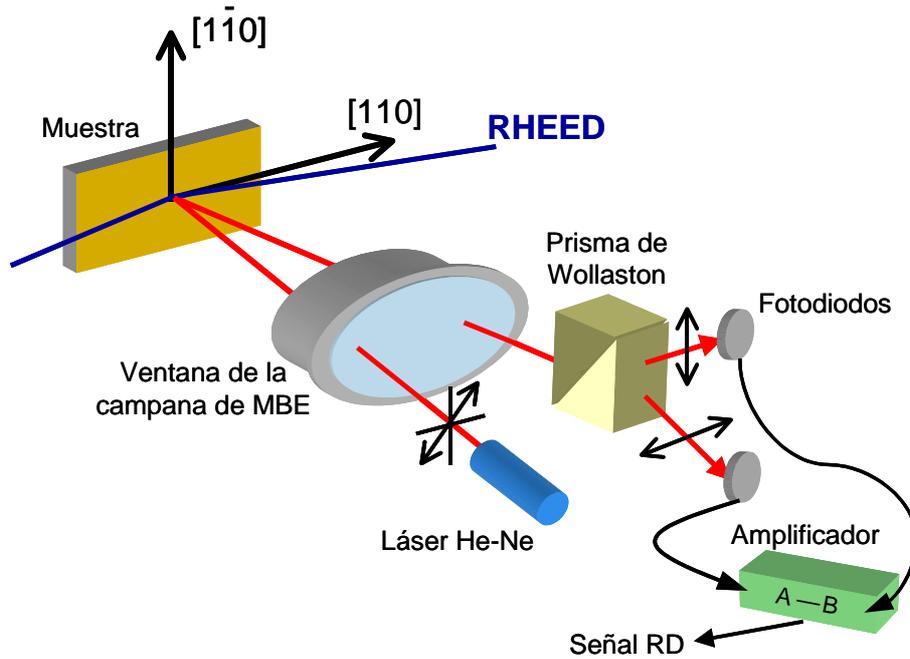
iluminamos la superficie con un haz cuya longitud de onda esté próxima a este valor, por ejemplo con un láser de He-Ne ( $\lambda = 1,96$  eV), las variaciones en la señal RD corresponden a variaciones en la población de los dímeros del elemento del grupo III. En determinadas condiciones, la señal RD es proporcional a la población de estos dímeros,<sup>[140,119]</sup> aunque en general la relación entre ambas es más compleja.

La caracterización RD es una herramienta muy útil para controlar la estequiometría superficial durante el crecimiento por ALMBE.<sup>[140]</sup> Como ya se ha mencionado anteriormente, para favorecer la difusión superficial del catión es necesario que se produzca un enriquecimiento temporal de la superficie en elemento del grupo III, pero al mismo tiempo, y esto es más crítico cuanto menor es la temperatura de deposición, un exceso de elemento del grupo III produce gotas metálicas en la superficie y un aumento muy rápido en la rugosidad. Además, en cada ciclo se tiene que aportar una cantidad de elemento del grupo V suficiente para consumir todos los átomos del elemento del grupo III presentes en la superficie. En un ciclo de crecimiento por ALMBE, se pueden observar oscilaciones en la señal RD relacionadas con la transición entre una superficie saturada en elemento del grupo III cuando se interrumpe el flujo del elemento del grupo V hasta una superficie enriquecida en el elemento del grupo V cuando se reanuda este flujo, y la amplitud de estas oscilaciones se relaciona con los niveles de saturación en cada uno de los elementos. Por lo tanto, mediante el control de la amplitud de las oscilaciones RD se pueden comprobar y modificar a voluntad las condiciones para el crecimiento por ALMBE.

La figura II.20 muestra el montaje experimental empleado para la realización de las medidas RD. La superficie de la muestra se ilumina con un láser de He-Ne linealmente polarizado en incidencia casi normal, con el plano de polarización del haz colocado a  $45^\circ$  de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie. La luz reflejada, después de atravesar la ventana de la cámara de MBE, llega a un prisma de Wollaston que separa el haz en las dos componentes cuyos planos de polarización son paralelos a las direcciones  $[110]$  y  $[\bar{1}\bar{1}0]$  respectivamente. Cada una de estas componentes es recogida por un fotodiodo de área grande y la diferencia en la intensidad de estos dos haces, que constituye la señal RD, se obtiene mediante un amplificador diferencial. Los valores de la señal RD de superficies de semiconductores III-V son inferiores al 1 % de la reflectancia total de la superficie, pero este montaje proporciona una relación entre la señal y el ruido excelente y no es necesario modular el haz incidente.

### II.4.3. Difracción de rayos X

La técnica de difracción de rayos X es la técnica por excelencia para estudiar la configuración cristalina de los materiales. En el caso de las capas heteroepitaxiales, la difracción de rayos X de alta resolución permite obtener tanto la composición de las capas como su estado de relajación.<sup>[108,141]</sup> Para ello, es necesario determinar el parámetro de red de la capa en el plano de la intercara y en la dirección perpendicular,



**Figura II.20:** Esquema del montaje experimental para la realización de las medidas de reflectancia diferencial.

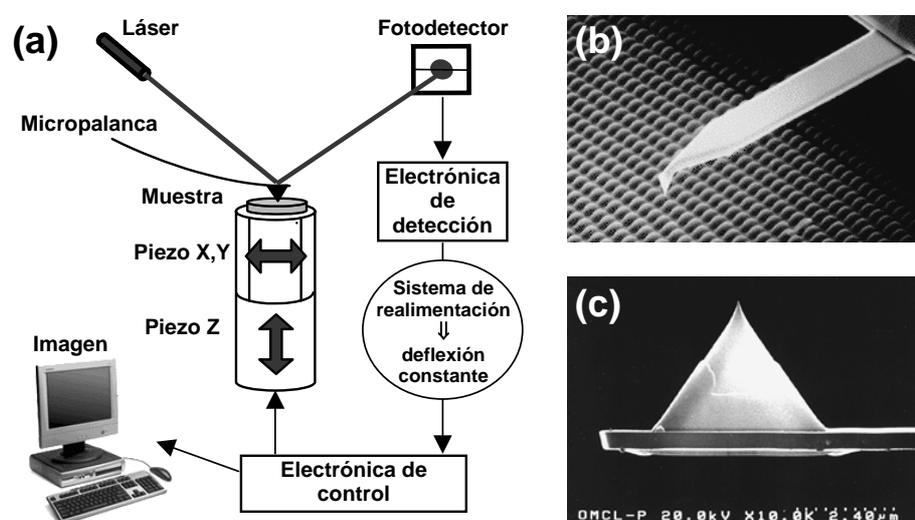
y de las relaciones entre ellos (que veremos en el capítulo III) se extraen los valores mencionados. El parámetro de red de la capa en el plano de la intercara se puede calcular a partir de barridos  $\omega$ - $2\theta$  en una reflexión simétrica, como la (004), pero para obtener el parámetro de red en la dirección perpendicular es necesario utilizar una reflexión asimétrica, y nosotros empleamos la (115). Es posible que la epicapa esté inclinada con respecto al sustrato, y para poder eliminar la contribución angular de esta inclinación a la distancia angular entre los picos de difracción de la capa y el sustrato es preciso medir cada reflexión en una dirección y a  $180^\circ$  de la misma. Por otro lado, las medidas se llevan a cabo para las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la intercara con el fin de detectar anisotropías en la relajación de las heteroestructuras.

La caracterización mediante difracción de rayos X de las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) analizadas en este trabajo se ha realizado en un difractómetro de alta resolución (Philips Xpert MRD) de cuatro círculos con ánodo de Cu. Como óptica primaria se ha utilizado un monocromador de cuatro cristales de Ge (220) que produce una divergencia angular del haz incidente de  $15''$ , y en el detector no se ha colocado ninguna rendija, de modo que su apertura angular es de  $3,5^\circ$ . El análisis de los picos de difracción se ha realizado mediante un programa de simulación dinámica, y con este sistema podemos determinar la composición de las capas con una precisión de  $\pm 0,5\%$ . En cuanto a la densidad mínima de dislocaciones que hemos sido capaces de detectar, está en torno a  $1 \mu\text{m}^{-1}$ , lo cual corresponde a una relajación mínima del  $1,5\%$ .

#### II.4.4. Microscopía de fuerzas

La microscopía de fuerzas (o también AFM, acrónimo del inglés “*Atomic Force Microscopy*”, como ya se ha mencionado antes) es una técnica que permite, entre otras aplicaciones, la obtención de imágenes topográficas de materiales muy diversos (metales, aislantes, semiconductores, materiales rígidos, blandos, biológicos, ...) con un gran poder de resolución. Todas las imágenes de microscopía de fuerzas que aparecen en esta memoria de tesis doctoral han sido tomadas en el laboratorio de Fuerzas y Túnel del Instituto de Microelectrónica de Madrid por Ricardo García, Álvaro San Paulo, Marta Tello y, principalmente, Montserrat Calleja. Para ello han utilizado un microscopio comercial (Nanoscope III Multimode de Digital Instruments) en el modo de contacto.

La microscopía de fuerzas utiliza las fuerzas de interacción entre una punta muy afilada (con un radio de curvatura de unos pocos nanómetros) y la muestra para determinar la topografía superficial de dicha muestra, ya que estas fuerzas de interacción dependen de la distancia entre la punta y la muestra.<sup>[142,143]</sup> La punta del microscopio va unida a una micropalanca flexible (“*cantilever*” en inglés) que se deflexa proporcionalmente a la fuerza de interacción entre la punta y la muestra, y la deflexión de esta micropalanca se detecta mediante un haz láser que se hace incidir sobre su extremo. Para obtener una imagen se establece un valor determinado de fuerza de interacción, o de deflexión, como valor de trabajo, lo que corresponde a una distancia dada entre la punta y la muestra. A continuación, se desplaza la punta del microscopio sobre la superficie de la muestra mediante un sistema piezoeléctrico, de



**Figura II.21:** (a) Ilustración esquemática de los elementos básicos de funcionamiento del microscopio de fuerzas. (b) Imagen obtenida mediante microscopía electrónica de una micropalanca (OLYMPUS Cantilevers). (c) Detalle de la punta, cuyo radio de curvatura nominal es de unos 20 nm.

manera que en cada punto de coordenadas  $(x_n, y_m)$  se corrige, gracias a un sistema de realimentación, la distancia entre la punta y la muestra para mantener la deflexión igual al valor de trabajo. Así, a partir de la señal empleada por el sistema de desplazamiento piezoeléctrico vertical para mantener constante la distancia entre la punta y la muestra se reconstruye el perfil de la superficie,  $\zeta_{nm}$ . La figura II.21 muestra un esquema del funcionamiento del microscopio de fuerzas.

El tamaño del área de la superficie que puede rastrear la punta del microscopio de fuerzas está entre unos pocos nanómetros cuadrados y unos cientos de micras al cuadrado. Las imágenes constan en general de  $256 \times 256$  ó  $512 \times 512$  puntos, de modo que la distancia mínima entre puntos de medida depende del tamaño de barrido elegido. Estos dos parámetros (tamaño de barrido y distancia mínima entre puntos) determinan la banda de frecuencias a la que corresponden las distintas cantidades estadísticas que pueden obtenerse del perfil  $\zeta_{nm}$  de la superficie, tales como la función densidad espectral de potencias de la superficie o la rugosidad rms. Así, para una imagen de  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  tomada con  $256 \times 256$  puntos, la banda de frecuencias correspondiente, expresada en tamaños laterales de rugosidad, es (39 nm,  $5 \mu\text{m}$ ) [el límite inferior viene dado por el doble de la distancia mínima entre puntos].

## Bibliografía

- [1] J. A. Ogilvy, *Theory of Wave Scattering from Random Rough Surfaces* (Adam Hilger, Institute of Physics Publishing, Bristol, England, 1991).
- [2] J. M. Bennett y L. Mattson, *Introduction to Surface Roughness and Scattering* (Optical Society of America, Washington, D.C., 1999).
- [3] J. C. Stover, *Optical Scattering: Measurement and Analysis* (The Society of Photo-Optical Instrumentation Engineering, Bellingham, Washington, 1995).
- [4] Lord Rayleigh, *On the dynamical theory of gratings*, Proc. R. Soc. London Ser. A **79**, 399 (1907).
- [5] S. O. Rice, *Reflection of electromagnetic waves from slightly rough surfaces*, Commun. Pure Appl. Math. **4**, 351 (1951).
- [6] P. Beckmann y A. Spizzichino, *The Scattering of Electromagnetic Waves from Rough Surfaces* (Pergamon Press, London, 1963).
- [7] D. E. Barrick, *Rough surfaces*, in *Radar Cross Section Handbook*, G. T. Ruck, ed. (Plenum, New York, 1970), Vol. 2, Cap. 9, pp. 671-772.
- [8] A. A. Maradudin y D. L. Mills, *Scattering and absorption of electromagnetic radiation by a semi-infinite medium in the presence of surface roughness*, Phys. Rev. B **11**, 1392 (1975).
- [9] V. Celli, A. Marvin y F. Toigo, *Light scattering from rough surfaces*, Phys. Rev. B **11**, 1779 (1975).
- [10] J. M. Elson, *Light scattering from semi-infinite media for non-normal incidence*, Phys. Rev. B **12**, 2541 (1975).

- [11] J. M. Elson y J. M. Bennett, *Vector Scattering Theory*, Opt. Eng. **18**, 116 (1979).
- [12] J. M. Elson, *Theory of light scattering from a rough surface with an inhomogeneous dielectric permittivity*, Phys. Rev. B **30**, 5460 (1984).
- [13] J. J. Greffet, *Scattering of electromagnetic waves by rough dielectric surfaces*, Phys. Rev. B **37**, 6436 (1988).
- [14] S. Kassam, A. Duparré, K. Hehl, P. Bussemer y J. Neubert, *Light scattering from the volume of optical thin films: theory and experiment*, Appl. Opt. **31**, 1304 (1992).
- [15] A. A. Maradudin y E. R. Méndez, *Enhanced backscattering of light from weakly rough, random metal surfaces*, Appl. Opt. **32**, 3335 (1993).
- [16] J. A. Sánchez-Gil, A. A. Maradudin y E. R. Méndez, *Limits of validity of three perturbation theories of the specular scattering of light from one-dimensional, randomly rough, dielectric surfaces*, J. Opt. Soc. Am A **12**, 1547 (1995).
- [17] J. M. Elson, *Infrared light scattering from surfaces covered with multiple dielectric overlayers*, Appl. Opt. **16**, 2872 (1977).
- [18] C. Amra, *First-order vector theory of bulk scattering in optical multilayers*, J. Opt. Soc. Am. A **10**, 365 (1993).
- [19] J. M. Elson, J. P. Rahn y J. M. Bennett, *Light scattering from multilayer optics: comparison of theory and experiment*, Appl. Opt. **19**, 669 (1980).
- [20] C. Amra, *From light scattering to the microstructure of thin-film multilayers*, Appl. Opt. **32**, 5481 (1993).
- [21] C. Amra, C. Grèzes-Besset y L. Bruel, *Comparison of surface and bulk scattering in optical multilayers*, Appl. Opt. **32**, 5492 (1993).
- [22] C. Amra, *Light scattering from multilayer optics. I. Tools of investigation*, J. Opt. Soc. Am. A **11**, 197 (1994).
- [23] C. Amra, *Light scattering from multilayer optics. II. Application to experiment*, J. Opt. Soc. Am. A **11**, 211 (1994).
- [24] J. M. Elson, *Multilayer coated optics: guided-wave coupling and scattering by means of interface random roughness*, J. Opt. Soc. Am A **12**, 729 (1995).
- [25] C. Deumié, R. Richier, P. Dumas y C. Amra, *Multiscale roughness in optical multilayers: atomic force microscopy and light scattering*, Appl. Opt. **35**, 5583 (1996).
- [26] E. L. Church y J. M. Zavada, *Residual surface roughness of diamond-turned optics*, Appl. Opt. **14**, 1788 (1975).
- [27] E. L. Church, H. A. Jekinson y J. M. Zavada, *Measurement of the finish of diamond-turned metal surfaces by differential light scattering*, Opt. Eng. **16**, 360 (1977).
- [28] J. M. Elson y J. M. Bennett, *Relation between the angular dependence of scattering and the statistical properties of optical surfaces*, J. Opt. Soc. Am. **69**, 31 (1979).
- [29] E. L. Church, H. A. Jekinson y J. M. Zavada, *Relationship between surface scattering and microtopographic features*, Opt. Eng. **18**, 125 (1979).

- [30] J. C. Stover, S. A. Serati y C. H. Gillespie, *Calculation of surface statistics from light scatter*, Opt. Eng. **23**, 406 (1984).
- [31] K. A. O'Donnell y E. R. Méndez, *Experimental study of scattering from characterized random surfaces*, J. Opt. Soc. Am. A. **4**, 1194 (1987).
- [32] J. M. Elson, J. M. Bennet y J. C. Stover, *Wavelength and angular dependence of light scattering from beryllium: comparison of theory and experiment*, Appl. Opt. **32**, 3362 (1993).
- [33] A. Duparré y S. Kassam, *Relation between light scattering and the microstructure of optical thin films*, Appl. Opt. **32**, 5475 (1993).
- [34] L. Mattson, J. Ingers y J. M. Bennet, *Wavelength dependence of angle-resolved scattering in the extreme-ultraviolet-visible region*, Appl. Opt. **33**, 3523 (1994).
- [35] V. Freilikher, M. Pustilnik, I. Yurkevich y V. I. Tatarskii, *Polarization of light scattered from slightly rough dielectric film*, Opt. Lett. **19**, 1382 (1994).
- [36] J. A. Sánchez-Gil, A. A. Maradudin, J. Q. Lu, V. D. Freilikher, M. Pustilnik y I. Yurkevich, *Scattering of electromagnetic waves from a bounded medium with a random surface*, Phys. Rev. B **50**, 15353 (1994).
- [37] G. E. Domashev, Y. M. Shirshov, V. A. Sterligov, Y. V. Subbota, S. V. Svechnikov, *Atomic structure display of a real silicon surface under light scattering*, Appl. Opt. **34**, 2367 (1995).
- [38] J. A. Sánchez-Gil, A. A. Maradudin, J. Q. Lu, V. D. Freilikher, M. Pustilnik y I. Yurkevich, *Satellite peaks in the scattering of p-polarized light from a randomly rough film on a perfectly conducting substrate*, J. Modern Opt. **43**, 435 (1996).
- [39] R. G. Llamas y L. E. Regalado, *Transmitted scattered light from a thin film with shallow random rough interfaces*, Appl. Opt. **35**, 5595 (1996).
- [40] J. Q. Lu, J. A. Sánchez-Gil, E. R. Méndez, Z.-H. Gu y A. A. Maradudin, *Scattering of light from a rough dielectric film on a reflecting substrate: diffuse fringes*, J. Opt. Soc. Am. A **50**, 185 (1998).
- [41] V. A. Sterligov, Y. V. Subbota, Y. M. Shirshov, L. P. Pochekeylova, E. F. Venger, R. V. Konakova y I. Y. Ilyin, *Elastic laser light scattering by GaAs surfaces*, Appl. Opt. **38**, 2666 (1999).
- [42] M.U. González, J.A. Sánchez-Gil, Y. González, L. González y E.R. Méndez, *Polarized laser light scattering applied to surface morphology characterization of epitaxial III-V semiconductor layers*, J. Vac. Sci. Technol. **18**, 1980 (2000).
- [43] M. U. González, G. Armelles, C. Martínez Boubeta y A. Cebollada, *Magneto-optical light scattering from ferromagnetic surfaces*, enviado a Appl. Phys. Lett.
- [44] E.A. Fitzgerald, Y.-H. Xie, D. Monroe, P.J. Silverman, J.M. Kuo, A.R. Kortan, F.A. Thiel y B.E. Weir, *Relaxed  $Ge_xSi_{1-x}$  structures for III-V integration with Si and high mobility two-dimensional electron gases in Si*, J. Vac. Sci. Technol. B **10**, 1807 (1992).
- [45] R. Beanland, M. Aindow, T.B. Joyce, P. Kidd, M. Lourenço y P. Goodhew, *A study of surface cross-hatch and misfit dislocations structure in  $In_{0.15}Ga_{0.85}As/GaAs$  grown by chemical beam epitaxy*, J. Cryst. Growth **149**, 1 (1995).
- [46] M. Albrecht, S. Christiansen, J. Michler, W. Dorsch, H. P. Strunk, P. O. Hansson y E. Bauser, *Surface ripples, crosshatch pattern, and dislocation formation: Cooperating mechanisms in lattice mismatch relaxation*, Appl. Phys. Lett. **67**, 1232 (1995).

- [47] T. Pinnington, C. Lavoie, T. Tiedje, B. Haveman y E. Nodwell, *Surface morphology dynamics in strained epitaxial InGaAs*, Phys. Rev. Lett. **79**, 1698 (1997).
- [48] M. U. González, Y. González, L. González, M. Calleja y J. A. Sánchez-Gil, *In situ laser light scattering studies on the influence of kinetics on surface morphology during growth of  $In_{0.2}Ga_{0.8}As/GaAs$* , J. Appl. Phys. **89**, 2665 (2001).
- [49] S. Matteson y H. D. Shih, *Morphological studies of oval defects in GaAs epitaxial layers grown by molecular beam epitaxy*, Appl. Phys. Lett. **48**, 47 (1986).
- [50] K Fujiwara, K. Kanamoto, Y. N. Ohta, Y. Tokuda y T. Nakayama, *Classification and origins of GaAs oval defects grown by molecular beam epitaxy*, J. Cryst. Growth **80**, 104 (1987).
- [51] C. T. Lee y Y. C. Chou, *Types of oval defects on GaAs grown by MBE*, J. Cryst. Growth **91**, 169 (1988).
- [52] S. K. Mehta, R. Muralidharan, G. D. Sharda y R. K. Jain, *Some investigations on oval defects in MBE-grown GaAs*, Semicond. Sci. Technol. **7**, 635 (1992).
- [53] R. N. Sacks, G. A. Patterson y K. A. Stair, *Reduction of visible defect densities in molecular beam epitaxy grown GaAs using a high-capacity, low flux transient Ga source with novel crucible inserts*, J. Vac. Sci. Technol. B **14**, 2187 (1996).
- [54] M. U. González, Y. González, L. González, M. Calleja, J. P. Silveira, J. M. García y F. Briones, *A growth method to obtain flat and relaxed  $In_{0.2}Ga_{0.8}As$  on GaAs (001) developed through in situ monitoring of surface topography and stress evolution*, J. Cryst. Growth **227-228**, 36 (2001).
- [55] A. A. Maradudin y T. R. Michel, *The transverse correlation length for randomly rough surfaces*, J. Stat. Phys. **58**, 485 (1990).
- [56] M. K. Nissen, C. Lavoie, S. Eisebitt, T. Pinnington y T. Tiedje, *Light scattering and electron microscopy study of the surface morphology of GaAs films growth by molecular beam epitaxy*, Scanning Microscopy **8**, 935 (1994).
- [57] T. Pinnington, Y. Levy, J.A. MacKenzie y T. Tiedje, *Real-time monitoring of InAs/GaAs quantum dot growth using ultra-violet light scattering*, Phys. Rev. B **60**, 15901 (1999).
- [58] R. U. Maheswari, H. Kadono y M. Ohtsu, *Power spectral analysis for evaluating optical near-field images of 20 nm gold particles*, Opt. Commun. **131**, 133 (1996).
- [59] A. J. Pidduck, D. J. Robbins, A. G. Cullis, D. B. Gasson y J. L. Glasper, *In situ laser light scattering. I. Detection of defects formed during silicon molecular beam epitaxy*, J. Electrochem. Soc. **136**, 3083 (1989).
- [60] A. J. Pidduck, D. J. Robbins, D. B. Gasson, C. Pickering y J. L. Glasper, *In situ laser light scattering. II. Relationship to silicon surface topography*, J. Electrochem. Soc. **136**, 3088 (1989).
- [61] D. J. Robbins, A. J. Pidduck, A. G. Cullis, N. G. Chew, R. W. Hardeman, D. B. Gasson, C. Pickering, A. C. Daw, M. Johnson y R. Jones, *In-situ light scattering studies of substrate cleaning an layer nucleation in silicon MBE*, J. Cryst. Growth **81**, 421 (1987).
- [62] D. J. Robbins, A. G. Cullis y A. J. Pidduck, *Growth interfaces of  $Si_{1-x}Ge_x/Si$  heterostructures studied by in situ laser light scattering*, J. Vac. Sci. Technol. B **9**, 2048 (1991).
- [63] A. Ballestad, B. J. Ruck, M. Adamcyk, T. Pinnington y T. Tiedje, *Evidence from the surface morphology for nonlinear growth of epitaxial GaAs films*, Phys. Rev. Lett. **86**, 2377 (2001).

- [64] M. Adamcyk, T. Pinnington, A. Ballestad y T. Tiedje, *Effect of the starting surface on the morphology of MBE-grown GaAs*, Mater. Sci. Eng. B **75**, 153 (2000).
- [65] S. Ritchie, S. R. Johnson, C. Lavoie, J. A. Mackenzie, T. Tiedje y R. Streater, *Semiconductor substrate cleaning and surface morphology in molecular beam epitaxy*, Surf. Sci. **374**, 418 (1997).
- [66] C. Lavoie, T. Pinnington, T. Tiedje, J. L. Hutter, G. Soerensen y R. Streater, *Indium-induced smoothing of GaAs films during MBE growth*, Can. J. Phys. (Suppl.) **74**, S49 (1996).
- [67] G. W. Smith, A. J. Pidduck, C. R. Whitehouse, J. L. Glasper y J. Spowart, *Real-time laser-light scattering studies of surface topography development during GaAs MBE growth*, J. Cryst. Growth **127**, 966 (1993).
- [68] J. E. Epler y H. P. Schweizer, *Evolution of monolayer terrace topography during metalorganic chemical vapor deposition for (100) GaAs*, Appl. Phys. Lett. **63**, 1228 (1993).
- [69] J. E. Epler, T. A. Jung y H. P. Schweizer, *Evolution of monolayer terrace topography on (100) GaAs annealed under an arsine/hydrogen ambient*, Appl. Phys. Lett. **62**, 143 (1993).
- [70] C. Lavoie, S. R. Johnson, J. A. Mackenzie, T. Tiedje y T. van Buuren, *Diffuse optical reflectivity measurements on GaAs during molecular-beam epitaxy processing*, J. Vac. Sci. Technol. A **10**, 930 (1992).
- [71] G. W. Smith, A. J. Pidduck, C. R. Whitehouse, J. L. Glasper, A. M. Keir y C. Pickering, *Surface topography changes during the growth of GaAs by molecular beam epitaxy*, Appl. Phys. Lett. **59**, 3282 (1991).
- [72] T. Pinnington, C. Lavoie y T. Tiedje, *Effects of growth conditions on surface roughening of relaxed InGaAs on GaAs*, J. Vac. Sci. Technol. B **15**, 1265 (1997).
- [73] K. L. Kavanagh, R. S. Goldman, C. Lavoie, B. Leduc, T. Pinnington, T. Tiedje, D. Klug y J. Tse, *In situ detection of misfit dislocations by light scattering*, J. Cryst. Growth **174**, 550 (1997).
- [74] A.R. Boyd, T.B. Joyce y R. Beanland, *An in-situ laser-light scattering study of the development of surface topography during GaAs an  $In_xGa_{1-x}As$  chemical beam epitaxy*, J. Cryst. Growth **164**, 51 (1996).
- [75] C. Lavoie, T. Pinnington, E. Nodwell, T. Tiedje, R. S. Goldman, K. L. Kavanagh y J. L. Hutter, *Relationship between surface morphology and strain relaxation during growth of InGaAs strained layers*, Appl. Phys. Lett. **67**, 3744 (1995).
- [76] F. G. Celii, Y. C. Kao, H.-Y. Liu, L. A. Files-Sesler y E. A. Beam III, *Laser light scattering detection of InGaAs strained layer relaxation during molecular-beam epitaxial growth*, J. Vac. Sci. Technol. B **11**, 1014 (1993).
- [77] F. G. Celii, L. A. Files-Sesler, E. A. Beam III y H.-Y. Liu, *In situ detection of InGaAs strained-layer relaxation by laser light scattering*, J. Vac. Sci. Technol. A **11**, 1796 (1993).
- [78] K. Yang, E. Mirabelli, Z.-C. Wu y L. J. Schowalter, *In situ laser light scattering for monitoring III-V semiconductor film growth by molecular-beam epitaxy*, J. Vac. Sci. Technol. B **11**, 1011 (1993).
- [79] F. G. Celii, E. A. Beam III, L. A. Files-Sesler, H.-Y. Liu y Y. C. Kao, *In situ detection of relaxation in InGaAs/GaAs strained layer superlattices using laser light scattering*, Appl. Phys. Lett. **62**, 2705 (1993).
- [80] U. Rossow, N. Dietz, K.J. Bachmann y D.E. Aspnes, *Optical investigations of surface processes in*

- GaP heteroepitaxy on silicon under pulsed chemical beam epitaxy conditions*, J. Vac. Sci. Technol. B **14**, 3040 (1996).
- <sup>[81]</sup> J. E. Epler, J. Söchtig y H. C. Sigg, *Evolution of surface topography during metalorganic vapor phase epitaxy of InP/InGaAs/InP quantum well heterostructures*, Appl. Phys. Lett. **65**, 1949 (1994).
- <sup>[82]</sup> N. Kanda, M. Kawasaki, T. Kitajima y H. Koinuma, *Diagnosis of precipitate formation in pulsed-laser deposition of  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  by means of in situ laser-light scattering and ex situ atomic force microscopy*, Phys. Rev. B **56**, 8419 (1997).
- <sup>[83]</sup> J. Bilgram, *Light scattering experiments during freezing and melting*, Cryst. Res. Technol. **32**, 1029 (1997).
- <sup>[84]</sup> E. Chason, M. B. Sinclair, J.A. Floro, J.A. Hunter y R.Q. Hwang, *Spectroscopic light scattering for real-time measurements of thin film and surface evolution*, Appl. Phys. Lett. **72**, 3276 (1998).
- <sup>[85]</sup> H. Ibach, *The role of surface stress in reconstruction, epitaxial growth and stabilization of mesoscopic structures*, Surf. Sci. Rep. **29**, 193 (1997).
- <sup>[86]</sup> R. Koch, *The intrinsic stress of polycrystalline and epitaxial thin metal films*, J. Phys.: Condens. Matter **6**, 9519 (1994).
- <sup>[87]</sup> A. J. Schell-Sorokin y R. M. Tromp, *Mechanical stresses in (sub)monolayer epitaxial films*, Phys. Rev. Lett. **64**, 1039 (1990).
- <sup>[88]</sup> J. A. Floro, E. Chason, S. R. Lee, R. D. Twisten, R. Q. Hwang y L. B. Freund, *Real-time stress evolution during  $Si_{1-x}Ge_x$  heteroepitaxy: dislocations, islanding, and segregation*, J. Electron. Mater. **26**, 969 (1997).
- <sup>[89]</sup> J. A. Floro, E. Chason, R. D. Twisten, R. Q. Hwang y L. B. Freund,  *$SiGe$  coherent islanding and stress relaxation in the high mobility regime*, Phys. Rev. Lett. **79**, 3946 (1997).
- <sup>[90]</sup> J. A. Floro, G. A. Lucadamo, E. Chason, L. B. Freund, M. Sinclair, R. D. Twisten y R. Q. Hwang,  *$SiGe$  island shape transitions induced by elastic repulsion*, Phys. Rev. Lett. **80**, 4717 (1998).
- <sup>[91]</sup> S. Hearne, E. Chason, J. Han, J. A. Floro, J. Figiel, J. Hunter, H. Amano y I. S. T. Tsong, *Stress evolution during metalorganic chemical vapor deposition of GaN*, Appl. Phys. Lett. **74**, 356 (1999).
- <sup>[92]</sup> S. J. Hearne, J. Han, S. R. Lee, J. A. Floro, D. M. Follstaedt, E. Chason y I. S. T. Tsong, *Brittle-ductile relaxation kinetics of strained AlGaIn/GaN heterostructures*, Appl. Phys. Lett. **76**, 1534 (2000).
- <sup>[93]</sup> J. M. García, J. P. Silveira y F. Briones, *Strain relaxation and segregation effects during self-assembled InAs quantum dots formation on GaAs (001)*, Appl. Phys. Lett. **77**, 409 (2000).
- <sup>[94]</sup> R. Beresford, J. Yin, K. Tetz y E. Chason, *Real-time measurements of stress relaxation in InGaAs/GaAs*, J. Vac. Sci. Technol. B **18**, 1431 (2000).
- <sup>[95]</sup> J. P. Silveira, J. M. García y F. Briones, *Surface stress effects during MBE growth of III-V semiconductor nanostructures*, J. Cryst. Growth **227-228**, 995 (2001).
- <sup>[96]</sup> R. Beresford, K. Tetz, J. Yin, E. Chason y M. U. González, *Metastability of InGaAs/GaAs probed by in situ optical stress sensor*, J. Vac. Sci. Technol. B **19**, 1572 (2001).
- <sup>[97]</sup> J. M. García, L. González, M. U. González, J. P. Silveira, Y. González y F. Briones, *InAs/InP (001) quantum wire formation due to anisotropic stress relaxation: in situ stress measurements*, J. Cryst. Growth **227-228**, 975 (2001).

- <sup>[98]</sup> M. U. González, J. M. García, L. González, J. P. Silveira, Y. González, J. D. Gómez y F. Briones, *In situ measurements of As/P exchange during InAs/InP (001) quantum wires growth*, Appl. Surf. Sci. **188**, 188 (2002).
- <sup>[99]</sup> J. P. Silveira, J. M. García y F. Briones, *Limited In incorporation during pseudomorphic InAs/GaAs growth and quantum dot formation observed by in situ stress measurements*, Appl. Surf. Sci. **188**, 75 (2002).
- <sup>[100]</sup> M. U. González, Y. González y L. González, *In situ detection of an initial elastic relaxation stage during growth of In<sub>0.2</sub>Ga<sub>0.8</sub>As on GaAs (001)*, Appl. Surf. Sci. **188**, 128 (2002).
- <sup>[101]</sup> M. U. González, Y. González y L. González, *Study of the relaxation process during InGaAs/GaAs (001) growth from in situ real-time stress measurements*, aceptado para su publicación en Appl. Phys. Lett.
- <sup>[102]</sup> J. P. Silveira y F. Briones, *In situ observation of reconstruction related surface stress during molecular beam epitaxy (MBE) growth of III-V compounds*, J. Cryst. Growth **201-202**, 113 (1999).
- <sup>[103]</sup> G. G. Stoney, *The tension of metallic films deposited by electrolysis*, Proc. R. Soc. London Ser. A **82**, 172 (1909).
- <sup>[104]</sup> K. Röhl, *Analysis of stress and strain distribution in thin films and substrates*, J. Appl. Phys. **47**, 3224 (1976).
- <sup>[105]</sup> F. J. von Preissig, *Applicability of the classical curvature stress relation for thin films on plate substrates*, J. Appl. Phys. **66**, 4262 (1989).
- <sup>[106]</sup> G. Moulard, G. Contoux, G. Motyl, G. Gardet y M. Courbon, *Improvement of the cantilever beam technique for stress measurement during the physical vapor deposition process*, J. Vac. Sci. Technol. A **16**, 736 (1998).
- <sup>[107]</sup> L. B. Freund, J. A. Floro y E. Chason, *Extensions of the Stoney formula for substrate curvature to configurations with thin substrates or large deformations*, Appl. Phys. Lett. **74**, 1987 (1999).
- <sup>[108]</sup> D. J. Dunstan, *Review: Stress and strain relaxation in semiconductors*, J. Mater. Sci.: Mater. Electron. **8**, 337 (1997).
- <sup>[109]</sup> C. A. Volkert, *Stress and plastic flow in silicon during amorphization by ion bombardment*, J. Appl. Phys. **70**, 3521 (1991).
- <sup>[110]</sup> R. F. C. Farrow, ed., *Molecular Beam Epitaxy: Applications to Key Materials* (Noyes Publications, New Jersey, EE.UU., 1995).
- <sup>[111]</sup> M. Henini, *Molecular Beam Epitaxy: from research to manufacturing*, Thin Solid Films **306**, 331 (1997).
- <sup>[112]</sup> A. Y. Cho, *Film Deposition by Molecular-Beam Techniques*, J. Vac. Sci. Technol. **8**, S31 (1971).
- <sup>[113]</sup> K. G. Günther, *Aufdampfschichten aus halbleitenden III-V Verbindungen*, Z. Naturforschg. **13a**, 1081 (1958).
- <sup>[114]</sup> J. R. Arthur, *Interaction of Ga and As<sub>2</sub> molecular beams with GaAs surfaces*, J. Appl. Phys. **39**, 4032 (1968).
- <sup>[115]</sup> Y. González, *Crecimiento y caracterización de GaAs sobre Si por epitaxia de haces moleculares* (Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, 1991).

- [116] J. P. Silveira, *Efectos de una cinética bidimensional de crecimiento sobre la incorporación de impurezas y estructura de semiconductores III-V epitaxiados por haces moleculares* (Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, 1992).
- [117] P. S. Domínguez, *Crecimiento epitaxial de estructuras semiconductoras sobre sustratos no planos mediante MBE y ALMBE* (Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid, 1994).
- [118] P. A. Postigo, *Espectroscopía de reflectancia diferencial aplicada al estudio del crecimiento de dispositivos semiconductores III-V por epitaxia de haces moleculares* (Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Madrid, 1996).
- [119] Y. González, L. González y F. Briones, *ALMBE growth of GaAs<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub> layers: study of P<sub>2</sub> incorporation by reflectance difference (RD) technique*, J. Vac. Sci. Technol. A **13**, 73 (1995).
- [120] R. Kaspi y S. A. Barrett, *Analysis of GaAs(001) surface stoichiometry using Monte Carlo simulations*, Surf. Sci. **241**, 146 (1991).
- [121] B. A. Joyce, J. Zhang, T. Shitara, J. H. Neave, A. Taylor, S. Armstrong, M. E. Pemble y C. T. Foxon, *Dynamics and kinetics of MBE growth*, J. Cryst. Growth **115**, 338 (1991).
- [122] K. Ohta, T. Kojima y T. Nakagawa, *Anisotropic surface migration of Ga atoms on Ga(001)*, J. Cryst. Growth **95**, 71 (1989).
- [123] K. Shiraishi, *Ga atoms diffusion on an As-stabilized GaAs(001) surface via missing As dimer rows: First-principles calculation*, Appl. Phys. Lett. **60**, 1363 (1992).
- [124] A. Kley, P. Ruggerone y M. Scheffler, *Novel diffusion mechanism on the GaAs(001) surface: the role of adatom-dimer interaction*, Phys. Rev. Lett. **79**, 5278 (1997).
- [125] M. A. Salmi, M. Alatalo, T. Ala-Nissila y R. M. Nieminen, *Energetics and diffusion paths of gallium and arsenic adatoms on flat and stepped GaAs(001) surfaces*, Surf. Sci. **425**, 31 (1999).
- [126] Y. Horikoshi, H. Yamaguchi, F. Briones y M. Kawashima, *Growth process of III-V compound semiconductors by migration-enhanced epitaxy*, J. Cryst. Growth **105**, 326 (1990).
- [127] T. Shitara, D. D. Vvedensky, M. R. Wilby, J. Zhang, J. H. Neave y B. A. Joyce, *Misorientation dependence of epitaxial growth on vicinal GaAs(001)*, Phys. Rev. B **46**, 6825 (1992).
- [128] A. R. Avery, H. T. Dobbs, D. M. Holmes, B. A. Joyce y D. D. Vvedensky, *Nucleation and growth of islands on GaAs surfaces*, Phys. Rev. Lett. **79**, 3938 (1997).
- [129] M. Itoh, G. R. Bell, A. R. Avery, T. S. Jones, B. A. Joyce y D. D. Vvedensky, *Island nucleation and growth on reconstructed GaAs(001) surfaces*, Phys. Rev. Lett. **81**, 633 (1998).
- [130] P. Kratzer, C. G. Morgan y M. Scheffler, *Model for nucleation in GaAs homoepitaxy derived from first principles*, Phys. Rev. B **59**, 15246 (1999).
- [131] M. G. Lagally, D. E. Savage y H. G. Tringides, *Diffraction from disordered surface: an overview*, en *Reflection High Energy Electron Diffraction and Reflection Electron Imaging of Surfaces* (P. K. Larsen y D. J. Dobson, eds., NATO ASI Series B **188**, p. 139, Plenum Press, Nueva York, 1988).
- [132] J. H. Neave, B. A. Joyce, P. J. Dobson y N. Norton *Dynamics of Film Growth of GaAs by MBE from RHEED Observations*, Appl. Phys. A **31**, 1 (1983).
- [133] F. Briones, L. González y A. Ruiz, *Atomic layer molecular beam epitaxy (ALMBE) of III-V compounds: growth modes and applications*, Appl. Phys. A **49**, 729 (1989).

- <sup>[134]</sup> D. E. Aspnes y A. A. Studna, *Anisotropies in the above-bandgap Optical spectra of cubic semiconductors*, Phys. Rev. Lett. **54**, 1956 (1985).
- <sup>[135]</sup> D. E. Aspnes, J. P. Harbison, A. A. Studna y L. T. Florez, *Optical reflectance and electron diffraction studies of molecular-beam-epitaxy growth transients on GaAs(001)*, Phys. Rev. Lett. **59**, 1687 (1987).
- <sup>[136]</sup> I. Kamiya, D. E. Aspnes, L. T. Florez y J. P. Harbison, *Reflectance-difference spectroscopy of (001) GaAs surfaces in ultrahigh vacuum*, Phys. Rev. B **46**, 15894 (1992).
- <sup>[137]</sup> I. Kamiya, D. E. Aspnes, H. Tanaka, L. T. Florez, J. P. Harbison y R. Bhat, *Surface science at atmospheric pressure: Reconstructions on (001) GaAs in organometallic chemical vapor deposition*, Phys. Rev. Lett. **68**, 627 (1992).
- <sup>[138]</sup> D. E. Aspnes, Y. C. Chang, A. A. Studna, L. T. Florez, H. H. Farrell y J. P. Harbison, *Direct optical measurement of surface dielectric responses: Interrupted growth on (001) GaAs*, Phys. Rev. Lett. **64**, 192 (1990).
- <sup>[139]</sup> P. A. Postigo, T. Utzmeier, G. Armelles y F. Briones, *A new in situ III-V surface characterization technique: chemical modulation spectroscopy*, J. Cryst. Growth **175-176**, 298 (1997).
- <sup>[140]</sup> F. Briones y A. Ruiz, *Atomic layer molecular beam epitaxy (ALMBE): growth kinetics and applications*, J. Cryst. Growth **111**, 194 (1991).
- <sup>[141]</sup> D. K. Bowen y B. K. Tanner, *High Resolution X-ray Diffractometry and Topography*, (Taylor & Francis Ltd, London, 1998).
- <sup>[142]</sup> G. Binnig, C. F. Quate y Ch. Gerber, *Atomic force microscope*, Phys. Rev. Lett. **56**, 930 (1986).
- <sup>[143]</sup> D. Sarid, *Scanning force microscopy: with applications to electric, magnetic and atomic forces*, (Oxford University Press, cop. New York [etc.], 1994).

## Capítulo III. Sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña: $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ (001)

III.1. Introducción.....	80
III.2. Estudios <i>in situ</i> de los procesos de relajación durante el crecimiento de $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ .....	82
III.2.1. Procesos de relajación en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ( $\epsilon_0 <  2  \%$ ).....	82
III.2.2. Medidas <i>in situ</i> de la evolución de la tensión durante el crecimiento de $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) a 500 °C.....	89
III.2.2.a. Régimen pseudomórfico .....	91
III.2.2.b. Procesos de relajación.....	93
III.3. Estudios <i>in situ</i> de la evolución de la morfología durante el crecimiento de $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) a 500 °C.....	108
III.4. Desarrollo de capas adaptadoras del parámetro de red a partir de estudios <i>in situ</i> de evolución de la morfología y la relajación.....	123
III.4.1. Influencia de la temperatura en la evolución de la morfología y en los procesos de relajación durante el crecimiento de $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) .....	124
III.4.2. Optimización del proceso de crecimiento de capas adaptadoras del parámetro de red.....	135
III.5. Conclusiones .....	140
<i>Bibliografía</i> .....	141

---

En este capítulo se exponen los resultados, obtenidos mediante técnicas *in situ*, relativos a la evolución de la morfología y a los procesos de relajación en un sistema heteroepitaxial con diferencia de parámetro de red pequeña:  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001). A partir de las medidas *in situ*, hemos podido establecer la secuencia completa del proceso de relajación y las primeras etapas de formación de la morfología de surcos entrecruzados. Además, se ha estudiado la influencia de distintos parámetros que intervienen en el crecimiento epitaxial, tales como la temperatura del sustrato o la velocidad del crecimiento, en el desarrollo de la morfología y en la relajación. La utilización de velocidades de crecimiento bajas ( $\sim 0,2$  monocapas por segundo), cuando la temperatura del sustrato es alta ( $\sim 500$  °C), favorece el desarrollo de la rugosidad pero no afecta a los procesos plásticos de relajación. Por otro lado, el crecimiento a temperaturas bajas ( $\sim 200$  °C) modifica tanto los mecanismos de relajación como la evolución de la morfología. A partir de los resultados obtenidos, hemos desarrollado un procedimiento para optimizar la fabricación de capas adaptadoras del parámetro de red.

---

### III.1. Introducción

Los mecanismos que intervienen en la relajación de los sistemas heteroepitaxiales pueden ser, como ya se ha expuesto en la introducción de esta memoria, de tipo plástico, es decir, mediante la introducción de dislocaciones de desacople en la intercara, o de tipo elástico, a través del desarrollo de rugosidad en la superficie o la formación de islas tridimensionales. Los mecanismos plásticos gobiernan la relajación de los sistemas heteroepitaxiales en los que el desajuste de parámetro de red entre la capa y el sustrato,  $\epsilon_0$ ,\* es pequeño, mientras que en los sistemas con diferencia de parámetro de red grande son los procesos elásticos los que aparecen en primer lugar.<sup>[1]</sup> En la práctica, se ha establecido que el límite entre el primer tipo de comportamiento frente a la relajación y el segundo se encuentra en  $\epsilon_0 = |2|$  %, <sup>[2]</sup> aunque el predominio de uno u otro comportamiento también depende de las condiciones de crecimiento y de ahí que este límite resulte un tanto arbitrario. En efecto, se ha observado la formación de superficies onduladas<sup>[3]</sup> e incluso de islas tridimensionales<sup>[4]</sup> en el sistema heteroepitaxial  $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}/\text{Si}$ , cuya diferencia de parámetro de red es de  $\epsilon_0 = -0,8$  %, cuando a la temperatura de crecimiento la formación de dislocaciones es lenta en comparación con la difusión superficial de los adátomos. Asimismo, se ha conseguido evitar el crecimiento tridimensional en  $\text{InAs}/\text{GaAs}$ , donde  $\epsilon_0 = -7$  %, empleando unas condiciones de crecimiento en las que la reconstrucción superficial ya no es la  $(2 \times 4)$  habitual sino la  $(4 \times 2)$ .<sup>[5]</sup> Sin embargo, el predominio de un mecanismo de relajación u otro da lugar a diferencias importantes en el modo de crecimiento y en las posibles aplicaciones de los sistemas heteroepitaxiales, de manera que mantiene su sentido la subdivisión de estos sistemas en función de dicho comportamiento.

En los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ( $\epsilon_0 < |2|$  %) la capa epitaxial depositada, o epicapa, crece inicialmente acoplada al sustrato y la tensión biaxial generada por la diferencia entre los parámetros de red se acomoda mediante la deformación tetragonal de la epicapa, de modo que ésta acumula energía elástica. Esta etapa del crecimiento se conoce como régimen pseudomórfico, y en ella el sistema es termodinámicamente estable.<sup>[2]</sup> Esta situación persiste hasta alcanzar un determinado espesor, que se conoce como espesor crítico, en el que la energía acumulada es suficiente para que se formen dislocaciones de desacople del parámetro de red en la intercara entre la capa depositada y el sustrato.<sup>[6,7]</sup> Entonces, la capa comienza a relajarse plásticamente y su parámetro de red evoluciona hacia su valor de equilibrio, es decir, hacia el valor que le corresponde al material de dicha capa. La incorporación de las capas que se mantienen en el régimen pseudomórfico como zona activa en dispositivos electrónicos y optoelectrónicos presenta un gran interés, puesto que la tensión de la capa modifica su estructura de bandas electrónicas reduciendo la degeneración en la parte superior de la banda de valencia, lo que por un lado mejora la eficiencia de los dispositivos láser y reduce su sensibilidad a la

---

\*El desajuste de parámetro de red entre la capa y el sustrato,  $\epsilon_0$ , se define como:  $\epsilon_0 = (a_s - a_c)/a_s$ , donde  $a_s$  es el parámetro de red del sustrato y  $a_c$  el de la capa.

temperatura,<sup>[8]</sup> y por otro aumenta la movilidad electrónica en transistores de alta movilidad.<sup>[9]</sup> Una vez superado el espesor crítico, las capas ya no pueden utilizarse como zona activa de un dispositivo puesto que la presencia de dislocaciones en la capa degrada enormemente sus propiedades ópticas y eléctricas haciéndola inservible. Sin embargo, estas capas relajadas poseen interés tecnológico como capas tampón adaptadoras del parámetro de red, o sea, como capas que hacen posible la transición entre el parámetro de red del sustrato y el de la capa activa. En ambas aplicaciones, es imprescindible conocer el estado de tensión y los procesos de relajación de las capas, tanto para determinar cuál es el espesor crítico en el primer caso como para predecir el parámetro de red que alcanzará la capa adaptadora en función de su espesor y de las condiciones de crecimiento.

Por otro lado, una vez generadas las dislocaciones de desacople del parámetro de red, la superficie de estos sistemas heteroepitaxiales desarrolla una morfología característica denominada morfología (o patrón) de surcos entrecruzados (en inglés “crosshatch”).<sup>[10-14]</sup> Esta morfología consiste, como ya se ha explicado en el capítulo anterior, en caballones y surcos alineados a lo largo de las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$  de la superficie, y la distancia promedio entre los caballones así como su altura aumentan con el espesor de la capa. Además, generalmente esta morfología se propaga a otras capas crecidas sobre la capa relajada. Este tipo de topografía rugosa degrada las características de los dispositivos en los que se emplean estos sistemas como capas adaptadoras del parámetro de red, y puede provocar serios problemas tecnológicos durante el procesado de los mismos. Por ejemplo, en los moduladores ópticos de reflexión, la reflectividad total de la superficie disminuye y, además, parte de la luz se difracta en la superficie apareciendo fenómenos de interferencia no deseados.<sup>[15]</sup> En transistores de alta movilidad, al no ser planas las intercaras del canal las características del dispositivo dependen de la zona de la oblea donde son fabricados, y además la movilidad electrónica disminuye.<sup>[16]</sup>

En resumen, la relajación y la evolución de la morfología constituyen dos aspectos fundamentales en la fabricación de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña, tanto desde el punto de vista de caracterización básica de estos materiales como por sus aplicaciones tecnológicas. En este capítulo se exponen los estudios *in situ* que hemos realizado relativos a estos dos aspectos en el sistema heteroepitaxial  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ , donde el desajuste de parámetros de red entre la epicapa y el sustrato es  $\epsilon_0 = -1,4\%$ . En primer lugar, se explica de manera más completa cómo se produce la relajación en los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña, y se muestra la secuencia completa del proceso de relajación en las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositadas a  $500\text{ }^\circ\text{C}$  mediante epitaxia por haces moleculares, obtenida a partir de las medidas *in situ* de evolución de la tensión. A continuación, se describe la formación de la morfología de surcos entrecruzados, cuyas primeras etapas, así como la influencia de la velocidad de crecimiento en sus parámetros característicos, hemos podido establecer a partir de las medidas de dispersión de luz *in situ*. Posteriormente se presentan los estudios, realizados también a través de las técnicas *in situ*, acerca de la influencia de la temperatura de crecimiento en la relajación y en la morfología de las capas de

$\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ . El crecimiento epitaxial a temperaturas muy bajas, posible gracias a la utilización de la técnica ALMBE, modifica tanto los mecanismos de relajación como la evolución de la morfología en estos sistemas. Por último, se exponen las características que ha de poseer una buena capa adaptadora del parámetro de red y se detalla un procedimiento que hemos desarrollado, basándonos en los resultados obtenidos a partir de la caracterización *in situ* de los procesos de relajación y la evolución de la morfología en este sistema, para optimizar su fabricación.

### III.2. Estudios *in situ* de los procesos de relajación durante el crecimiento de $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$

La relajación en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ha sido ampliamente estudiada, y se han publicado diversos artículos recopilatorios en los que se exponen los conocimientos actuales relativos a los procesos involucrados en la relajación de estos sistemas, tanto para semiconductores III-V como para  $\text{SiGe}/\text{Si}$ .<sup>[2,17,18]</sup> A continuación, se especifican los mecanismos más importantes que intervienen en la relajación de estos sistemas, y que servirán para interpretar las medidas *in situ* de evolución de la tensión realizadas durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) que se presentan en el apartado III.2.2. En ese apartado veremos cómo las medidas *in situ* nos han permitido establecer, mediante el crecimiento de una única muestra, las diversas etapas de que consta el proceso de relajación en este sistema. Además, hemos elaborado un modelo que describe la evolución del parámetro de red de la capa en función del espesor depositado, y a partir del ajuste de los datos experimentales obtenidos de las medidas *in situ* con este modelo hemos obtenido información importante acerca de la formación de las dislocaciones y la interacción entre ellas.

#### III.2.1. Procesos de relajación en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ( $\epsilon_0 < |2|$ %)

Durante el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña existe una primera etapa, denominada régimen pseudomórfico, en la que la capa depositada, o epicapa, crece acoplada al sustrato, es decir, su parámetro de red en el plano de la intercara se adapta al del sustrato. En materiales cuya estructura cristalina posee simetría cúbica, como es el caso de los semiconductores de tipo IV y III-V, con excepción de algún nitruro, la deformación del parámetro de red de la capa en este plano es simétrica. Para acomodar la tensión biaxial, también simétrica, a la que se ve sometida la capa en dicho plano, ésta se deforma en la dirección perpendicular dando lugar a una distorsión tetragonal de su celda unidad (ver figura III.1-(a)). La tensión biaxial,  $\sigma$ , que experimenta la capa en el plano de la intercara es:

$$\sigma = M\epsilon_{ps} , \quad (\text{Ec. III.1})$$

donde  $M$  es el módulo biaxial de la epicapa, cuya expresión en función de las constantes elásticas  $c_{ij}$  de la capa aparece en la ecuación II.25, y  $\varepsilon_{\text{ps}}$  es la deformación de su parámetro de red en el plano en este régimen pseudomórfico:

$$\varepsilon_{\text{ps}} = \frac{a_s - a_c}{a_c}, \quad (\text{Ec. III.2})$$

con  $a_s$  el parámetro de red del sustrato y  $a_c$  el parámetro de red de equilibrio de la epicapa, o sea, el que corresponde al material de que está compuesta. Si la capa depositada es una aleación, por ejemplo  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ , su parámetro de red se obtiene mediante la interpolación lineal entre los parámetros de red de sus constituyentes,  $\text{InAs}$  ( $a_{\text{InAs}} = 0,60585$  nm) y  $\text{GaAs}$  ( $a_{\text{GaAs}} = 0,56535$  nm) en este caso, lo que se conoce como ley de Vegard:  $a_{\text{InGaAs}}(x) = xa_{\text{InAs}} + (1-x)a_{\text{GaAs}}$ . En el caso de una capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ , su parámetro de red de equilibrio es  $a_c = 0,57345$  nm. La ley de Vegard también se considera una buena aproximación para obtener las constantes elásticas de las aleaciones. La deformación que experimenta el parámetro de red en la dirección perpendicular a la intercara en el régimen pseudomórfico,  $\varepsilon_{\perp,\text{ps}}$ , viene dada por:

$$\varepsilon_{\perp,\text{ps}} = -\frac{2c_{12}}{c_{11}} \varepsilon_{\text{ps}}, \quad (\text{Ec. III.3})$$

donde  $\varepsilon_{\perp}$  se define como:

$$\varepsilon_{\perp} = \frac{a_{\perp} - a_c}{a_c}, \quad (\text{Ec. III.4})$$

con  $a_{\perp}$  el parámetro de red de la capa en la dirección perpendicular a la intercara. Cuando el parámetro de red de la capa es mayor que el del sustrato ( $a_c > a_s$ ), como ocurre con el  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ , se dice que la capa está en compresión, y  $\varepsilon_{\text{ps}}$  es negativo. Por el contrario,  $\varepsilon_{\text{ps}}$  es positivo cuando la capa está en tensión ( $a_c < a_s$ ).

Debido a la deformación elástica del parámetro de red en la capa, en ésta se acumula energía elástica cuyo valor por unidad de área es:

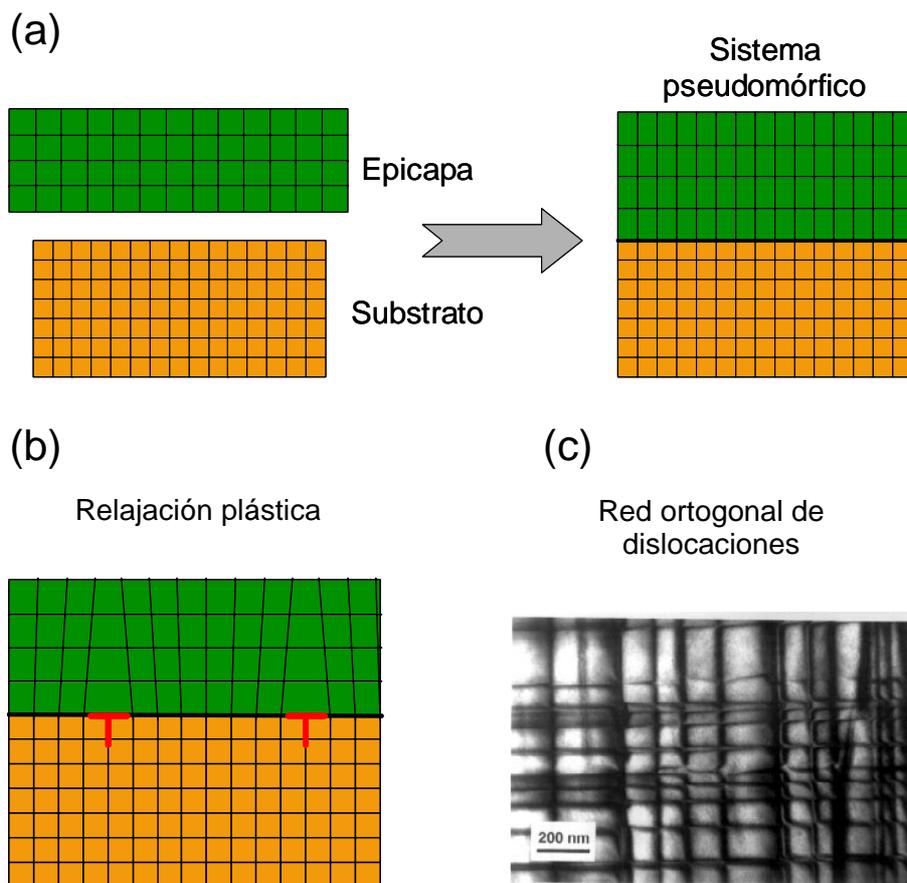
$$E_{\text{el}} = M\varepsilon_{\text{ps}}^2 h, \quad (\text{Ec. III.5})$$

donde  $h$  es el espesor de capa depositado. En algunos artículos se utiliza, en las expresiones III.1, III.3 y III.5, el desajuste entre los parámetros de red del sustrato y la epicapa,  $\varepsilon_0$ , en lugar de la deformación del parámetro de red de la epicapa en el régimen pseudomórfico,  $\varepsilon_{\text{ps}}$ . Recordemos que  $\varepsilon_0$  se define como:

$$\epsilon_0 = \frac{a_s - a_c}{a_s}, \tag{Ec. III.6}$$

por lo  $\epsilon_0$  y  $\epsilon_{ps}$  no son equivalentes, sino que se relacionan mediante  $\epsilon_{ps} = \epsilon_0 / (1 + \epsilon_0)$ . En general, la diferencia entre ambas cantidades es pequeña, pero las expresiones correctas para la tensión biaxial, la energía elástica y la deformación tetragonal de la capa se obtienen a partir de la deformación de su parámetro de red en el plano.

Las capas en el régimen pseudomórfico son termodinámicamente estables porque la energía elástica acumulada en ellas no es suficiente para generar ningún proceso de relajación. Conforme el espesor de la capa crece, la energía elástica acumulada



**Figura III.1:** Mecanismos a través de los cuales se acomoda la tensión durante el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña. (a) Deformación tetragonal de la epicapa en el régimen pseudomórfico. (b) Relajación plástica mediante la introducción de dislocaciones de desacople del parámetro de red en la intercara entre la capa y el sustrato. (c) Imagen de microscopía electrónica de transmisión (tomada de [62]) de la red ortogonal de dislocaciones de 60° paralelas a las direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la intercara.

aumenta (ver ecuación III.5) hasta llegar a un determinado espesor, denominado espesor crítico, en el que esta energía elástica acumulada es suficiente para que se empiecen a formar dislocaciones de desacople del parámetro de red (dislocaciones de desacople de aquí en adelante) en la intercara entre la capa y el sustrato (ver figura III.1-(b)). A partir de ese espesor el acomodo del desajuste entre los parámetros de red de ambos materiales se comparte entre la deformación elástica de la capa y las dislocaciones de desacople, que relajan la capa de manera plástica.

Los semiconductores de tipo IV poseen la estructura cristalina del diamante, y los de tipo III-V, salvo algún nitruro, la de la esfalerita o blenda de cinc, y en ambos sistemas cristalinos los planos de deslizamiento de las dislocaciones son los  $\{111\}$ . Por lo tanto, cuando la dirección de crecimiento es la  $[001]$  las dislocaciones de desacople que se forman en la intercara discurren a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  y dan lugar a una red ortogonal (ver figura III.1-(c)). Las dislocaciones que desacoplan de manera más eficiente el parámetro de red entre la epicapa y el sustrato son las de tipo arista, pero no pueden deslizarse por los planos  $\{111\}$ , de manera que las dislocaciones de desacople que aparecen con más frecuencia en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña son unas dislocaciones de carácter mixto que sí deslizan por estos planos  $\{111\}$  y que se conocen como dislocaciones de  $60^\circ$ . Estas dislocaciones se denominan así porque su vector de Burgers,  $\mathbf{b}$ , forma un ángulo de  $60^\circ$  con la dirección  $\langle 110 \rangle$  a lo largo de la cual discurre la línea de la dislocación, y cada una de ellas desacopla la mitad de una celda cristalina de la capa con respecto al sustrato. Así, a medida que se van creando dislocaciones de desacople en la intercara, el parámetro de red de la capa va evolucionando hacia su valor de equilibrio  $a_c$  y la deformación en el plano de la intercara ya no es  $\varepsilon_{ps}$  sino que va disminuyendo:

$$|\varepsilon| = |\varepsilon_{ps}| - \frac{b}{2} \rho_d, \quad (\text{Ec. III.7})$$

donde  $\rho_d$  es la densidad de dislocaciones de desacople por unidad de longitud y  $b$ , cuyo valor es  $b = a_s / \sqrt{2}$ , es el módulo del vector de Burgers de las dislocaciones. El parámetro de red de la capa en el plano de la intercara,  $a_{||}$ , se relaciona con  $\varepsilon$  según:

$$\varepsilon = \frac{a_{||} - a_c}{a_c}. \quad (\text{Ec. III.8})$$

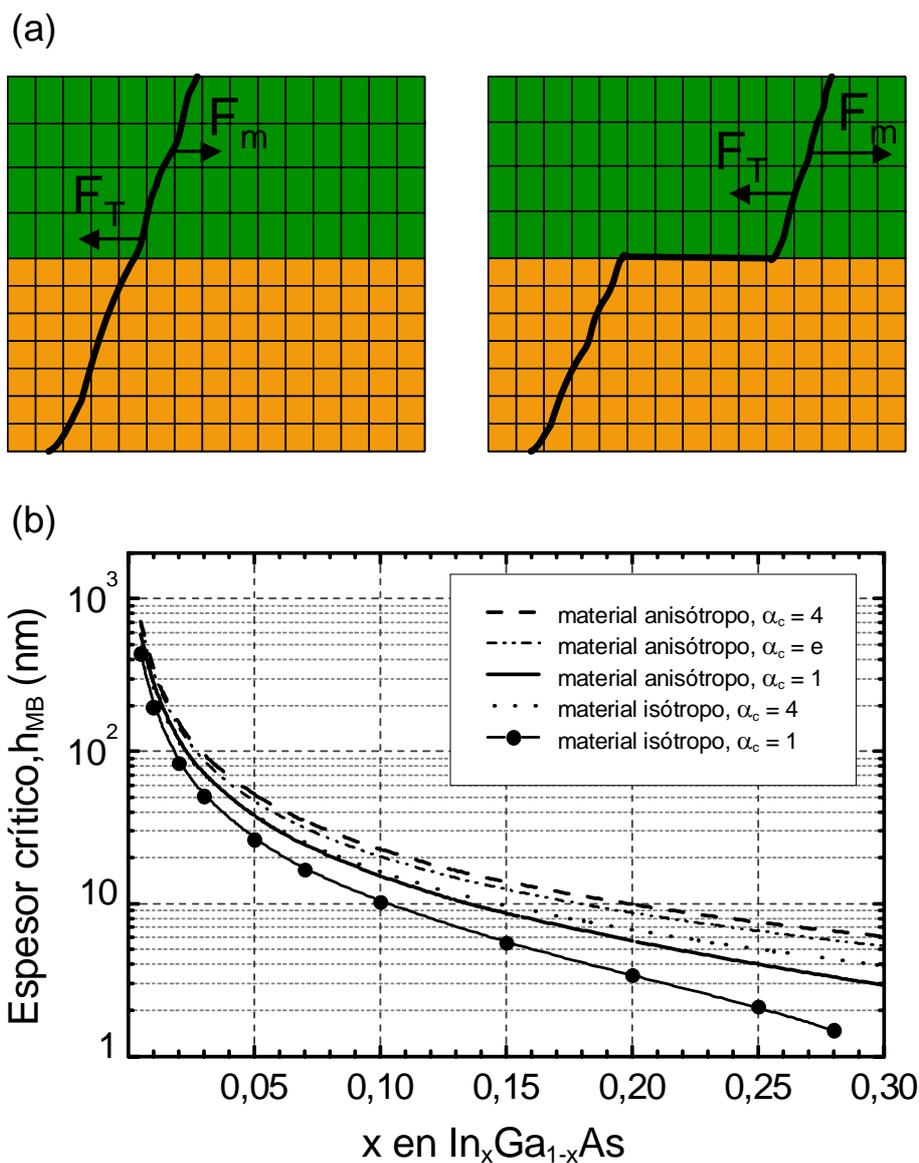
La tensión biaxial, la deformación en el plano perpendicular a la intercara y la energía elástica por unidad de área presentes en la capa en cada momento se obtienen a partir de las expresiones III.1, III.3 y III.5 sustituyendo  $\varepsilon_{ps}$  por  $\varepsilon$ . En estos sistemas, es habitual expresar la progresión del parámetro de red de la capa mediante una cantidad porcentual denominada relajación,  $R_{(\%)}$ , que expresa la relación entre lo que ha evolucionado este parámetro de red con respecto al del sustrato y la diferencia que existe entre ambos:

$$R_{(\%)} = \frac{a_s - a_{\parallel}}{a_s - a_c} \times 100\% = \frac{\varepsilon_{ps} - \varepsilon}{\varepsilon_{ps}} \times 100\% . \quad (\text{Ec. III.9})$$

Por otro lado, la densidad de dislocaciones a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  puede ser distinta, lo que daría lugar a una relajación asimétrica, aunque en general las asimetrías en estos sistemas, cuando están fabricados en las condiciones de crecimiento habituales, son pequeñas.

Matthews propuso, en 1966, un modelo muy célebre para explicar la introducción de dislocaciones de desacople en la intercara.<sup>[19]</sup> Este modelo, aún vigente, está representado de manera esquemática en la figura III.2-(a) y se expone a continuación. Los substratos siempre contienen dislocaciones (ninguna estructura cristalina es absolutamente perfecta) y algunas de ellas terminan en la superficie. Cuando depositamos una capa sobre el substrato, estas dislocaciones, a las que denominaremos dislocaciones trepadoras, penetran en la capa y la atraviesan. Debido al campo de tensiones presente en una capa heteroepitaxial se ejerce una fuerza,  $F_m$ , sobre el segmento de la dislocación que la atraviesa. Esta fuerza tiende a mover este segmento de la dislocación trepadora y así generar una dislocación de desacople en la intercara para rebajar parte de la tensión. Sin embargo, y debido al coste energético que conlleva la formación de una dislocación, existe también una fuerza en sentido contrario,  $F_T$ , que tiende a inhibir el crecimiento de ese segmento de desacople. La fuerza  $F_m$  aumenta linealmente con el espesor de la capa, mientras que  $F_T$  lo hace de manera logarítmica, así que a un determinado espesor, el espesor crítico,  $F_m$  supera a  $F_T$  y los segmentos trepadores comienzan a moverse dando lugar a la formación de dislocaciones de desacople en la intercara. Tras la proposición de este modelo Matthews y Blakeslee desarrollaron, a partir de las expresiones de las fuerzas que actúan sobre la dislocación, una expresión analítica que permitía determinar el espesor crítico de un sistema en función del desajuste entre los parámetros de red.<sup>[7]</sup> Esta misma expresión se puede obtener efectuando el análisis en términos energéticos.<sup>[17]</sup> En su análisis, Matthews y Blakeslee asumieron que los materiales eran isótropos, y en posteriores refinamientos del modelo ya se tuvo en cuenta su verdadero carácter anisótropo debido a su cristalinidad.<sup>[17]</sup> En la figura III.2-(b) está representado el espesor crítico para la formación de dislocaciones de desacople según este mecanismo,  $h_{MB}$ , para el sistema heteroepitaxial estudiado en este trabajo de tesis doctoral,  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  (001), en función de la composición de In,  $x$ . Como se puede ver en la gráfica, el valor de  $h_{MB}$  que se obtiene considerando la naturaleza anisótropa del  $\text{InGaAs}$  es superior al valor que predice la expresión original. En la ecuación de Matthews y Blakeslee existe un parámetro, denominado  $\alpha_c$ , de difícil determinación. Este parámetro  $\alpha_c$  se relaciona con el tamaño del núcleo de la dislocación  $y$ , a partir de cálculos *ab initio* u otras consideraciones, los valores que se le han atribuido varían entre  $\alpha_c = 0,5$  y  $\alpha_c = 4$ . Aunque los cálculos más recientes sugieren un valor  $\alpha_c = 1$ , los valores experimentales del espesor crítico parecen estar más próximos a los obtenidos con  $\alpha_c = 4$ . En la figura III.2-(b) están incluidos los valores de  $h_{MB}$  considerando diversos valores de  $\alpha_c$  para mostrar cómo afecta este parámetro al espesor crítico obtenido.

Una vez superado este espesor crítico  $h_{\text{MB}}$ , se deberían formar muchas dislocaciones de desacople en la intercara provocando una rápida relajación de la capa. Sin embargo, y a pesar de que el mecanismo de formación de dislocaciones propuesto por Matthews se ha verificado experimentalmente,<sup>[20,21]</sup> pronto se comprobó que la relajación no era tan rápida como predecían las ecuaciones: capas cuyos espesores sobrepasaban el espesor crítico permanecían acopladas al sustrato y, cuando ya se



**Figura III.2:** (a) Dibujo esquemático del mecanismo propuesto por Matthews para la introducción de dislocaciones de desacople del parámetro de red en la intercara entre la capa y el sustrato. (b) Espesor crítico para la formación de las dislocaciones de desacople según este mecanismo en  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) en función de la composición de In.

observaba relajación en las capas, ésta presentaba valores mucho menores que los esperados. Esta discrepancia se debe a que las dislocaciones de desacople formadas mediante el mecanismo propuesto por Matthews requieren de la existencia previa de dislocaciones procedentes del sustrato, y ésta es una fuente muy limitada, ya que la industria de semiconductores produce sustratos de muy alta calidad, con densidades de dislocaciones en torno a  $10^4$ - $10^5$   $\text{cm}^{-2}$  en el caso de GaAs (001) e incluso inferiores en Si ( $10^2$   $\text{cm}^{-2}$ ). Los sustratos de GaAs (001) utilizados en este trabajo tienen todos una densidad de dislocaciones de  $10^4$   $\text{cm}^{-2}$  y un tamaño máximo de  $2,5 \times 1,5$   $\text{cm}^2$  por lo que, suponiendo incluso que cada dislocación procedente del sustrato diera lugar a una dislocación de desacople en la intercara que la atravesara de lado a lado, lo cual evidentemente es una sobreestimación de la situación real, sólo se podría conseguir un cambio en la deformación en el plano de la intercara  $\Delta\varepsilon = 2,5 \times 10^{-4}$ , y esto supone una relajación en torno al 2 %.<sup>[2,22]</sup>

Por lo tanto, para que la capa se relaje de manera considerable es necesario que se introduzcan nuevas dislocaciones de desacople, bien mediante la nucleación de lazos de dislocaciones en la superficie que se propagan hasta la intercara<sup>[17,23-25]</sup> o bien mediante procesos de multiplicación de las dislocaciones ya existentes.<sup>[22,26]</sup> Los procesos de multiplicación requieren de espesores de la capa varias veces superiores a  $h_{\text{MB}}$  para poder actuar, y la nucleación homogénea de lazos de dislocaciones conlleva más energía que el mecanismo de formación de dislocaciones de desacople a partir de las dislocaciones trepadoras procedentes del sustrato, por lo que la relajación apreciable de la capa comienza a un espesor superior a  $h_{\text{MB}}$ . Podemos considerar este nuevo espesor, al que designaremos  $h_r$ , como un nuevo espesor crítico que marca el comienzo de la relajación progresiva de la capa.

Para describir la evolución en la relajación de la capa una vez superado este  $h_r$ , lo cual es fundamental para el diseño de capas adaptadoras del parámetro de red, se han elaborado diversos modelos, basados unos en consideraciones energéticas,<sup>[23,27,28]</sup> otros considerando efectos geométricos<sup>[29]</sup> o incluso algunos teniendo en cuenta la cinética de las dislocaciones.<sup>[30]</sup> Además, cuando la densidad de dislocaciones de desacople en la capa es grande, también aparecen procesos de interacción entre ellas que endurecen el material y limitan la relajación, y estos efectos han sido recogidos en otros modelos teóricos.<sup>[31-35]</sup> Todos estos modelos se han tratado de justificar experimentalmente pero, a pesar del enorme esfuerzo dedicado, nos encontramos con una gran dispersión de comportamientos en la literatura que ha impedido validar ninguno de ellos por completo. Esta dispersión se debe, en gran medida, a que casi todos los estudios se han realizado a través de la caracterización de las muestras una vez fabricadas y extraídas de la cámara de crecimiento, lo cual conlleva dos serias limitaciones: escasez de datos experimentales debido a la necesidad de fabricación de una nueva muestra para cada dato de relajación a un determinado espesor y dispersión en las características de las muestras, puesto que pequeñas diferencias en la composición y en las condiciones de crecimiento de cada muestra son inevitables. Y a todo esto hay que añadir la disparidad de técnicas experimentales que se han venido utilizando para determinar la relajación de las muestras. En esta situación, la utilización de una técnica *in situ* que nos permita determinar en tiempo real la evolución en la relajación de la capa puede aportar mucha

luz a este problema, pero hasta fechas recientes no se han empezado a realizar experimentos en este sentido.<sup>[36-39]</sup> A continuación, se presentan las medidas *in situ* que hemos llevado a cabo durante el desarrollo de este trabajo de tesis doctoral para determinar los procesos de relajación en heteroestructuras de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) crecidas por epitaxia por haces moleculares a 500 °C y que nos han permitido, mediante la caracterización *in situ* y en tiempo real de una única muestra, establecer la secuencia completa del proceso de relajación.<sup>[39,40]</sup>

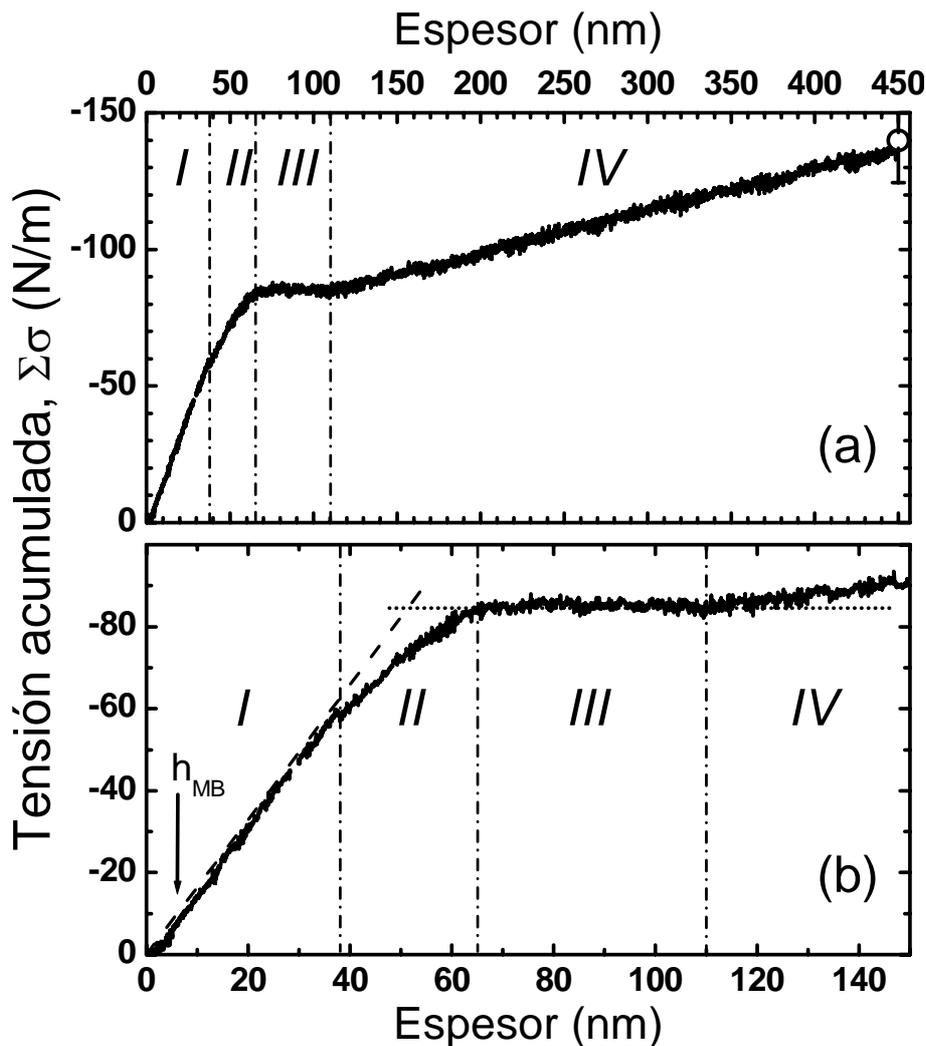
### III.2.2. Medidas *in situ* de la evolución de la tensión durante el crecimiento de $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) a 500 °C

La figura III.3 muestra la evolución de la tensión durante el crecimiento por MBE de 450 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001), obtenida *in situ* y en tiempo real a partir de la medida del cambio de curvatura en el sustrato según la técnica descrita en el apartado II.3. El crecimiento de esta heteroestructura se ha realizado a una velocidad de 0,5 monocapas por segundo (MC/s), con el sustrato a una temperatura  $T_s = 500$  °C y una relación entre los flujos de los elementos del grupo V y del grupo III en torno a 20/1, y en estas condiciones la superficie presenta la reconstrucción (2×4). Durante toda la deposición de la capa de InGaAs se mantiene el modo de crecimiento bidimensional o “capa a capa”, tal y como lo indica la presencia de barras en el patrón de difracción de electrones. Antes de depositar la capa de InGaAs, el procedimiento general que hemos seguido tanto en ésta como en el resto de heteroestructuras de InGaAs/GaAs (001) que aparecen en esta memoria de tesis doctoral es el siguiente: el sustrato se calienta por encima de los 620 °C durante 3 minutos para desorber los óxidos presentes en su superficie, y a continuación se baja la temperatura hasta 580 °C y se depositan entre 100 y 200 nm de GaAs para conseguir una buena (plana) superficie de partida. Los sustratos de GaAs (001) empleados tienen, como ya se ha mencionado anteriormente, una densidad de dislocaciones de  $10^4$  cm<sup>-2</sup>, según las especificaciones del fabricante, y un espesor de 350 μm.

Para realizar las medidas *in situ* de evolución de la tensión, el sustrato se cortó con forma de viga de 2,5 cm de largo y 0,5 cm de ancho. El eje largo es paralelo a la dirección [110], de manera que las medidas corresponden a la evolución de la tensión a lo largo de esa dirección. En la figura III.3 está representada la tensión acumulada durante el crecimiento,  $\Sigma\sigma$ . Recordemos la definición de esta magnitud que, si despreciamos las variaciones en la tensión superficial, es directamente proporcional a los cambios en la curvatura del sustrato (ver ecuación II.31):

$$\Sigma\sigma(h) = \int_0^h \sigma(z) dz . \quad (\text{Ec. III.10})$$

Como vemos, la tensión acumulada representa la tensión a la que está sometido el material de la capa heteroepitaxial depositada integrada en todo el espesor de dicha capa. Cuando la tensión es homogénea a lo largo de toda la capa,  $\sigma(z) = \sigma = \text{constante}$ ,



**Figura III.3:** (a) Evolución de la tensión acumulada durante el crecimiento de 450 nm de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) mediante epitaxia por haces moleculares (velocidad de crecimiento: 0,5 monocapas por segundo, temperatura del sustrato: 500 °C). Las líneas punteadas delimitan etapas de distinto comportamiento de la tensión acumulada. El círculo hueco representa el valor de tensión acumulada de la heteroestructura obtenido a partir de la caracterización *ex situ* mediante difracción de rayos X. (b) Detalle de los primeros 150 nm de las medidas presentadas en (a). La línea discontinua representa el ajuste de los datos de la etapa I a un crecimiento pseudomórfico. La línea de puntos horizontal es una ayuda visual para mostrar que en la etapa III el valor de tensión acumulada se mantiene constante.

la tensión acumulada es simplemente el producto de la tensión por el espesor de la capa,  $\Sigma\sigma = \sigma h$ . Como ya se comentó en el capítulo II, las variaciones en la tensión superficial son como máximo del orden de 0,5-1 N/m en los semiconductores con los que trabajamos, por lo que teniendo en cuenta los valores de tensión acumulada que se generan durante la deposición del  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$  (ver figura III.3), por encima de los 10 nm el error cometido al despreciar esta contribución ya es muy pequeño. La tensión

acumulada es negativa en el caso del  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  (001), como aparece en la figura III.3, ya que en este sistema heteroepitaxial la capa está en compresión, y por ello tanto la deformación en el plano,  $\varepsilon$ , como la tensión,  $\sigma$ , son negativas.

Tal y como puede verse en la figura III.3-(a), durante el crecimiento del  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  se pueden distinguir cuatro etapas que se caracterizan por un comportamiento diferente de la tensión acumulada frente al espesor depositado. Estas etapas están delimitadas por líneas punteadas en la figura. En la primera etapa, o etapa *I*, y tras una pequeñísima zona en la que aparece un comportamiento no lineal que se relaciona con procesos de segregación de indio, como se expone en el apéndice B,  $\Sigma\sigma$  aumenta linealmente con el espesor. A los 38 nm se produce un cambio en la pendiente de la tensión acumulada, y aunque sigue aumentando lo hace de manera no lineal (etapa *II*). En la etapa *III*, que tiene lugar entre los 65 y los 110 nm,  $\Sigma\sigma$  permanece constante y finalmente, a partir de los 110 nm y ya en la etapa *IV*,  $\Sigma\sigma$  aumenta de nuevo con el espesor de manera casi lineal pero con una pendiente menor que la inicial. La presencia de estas cuatro etapas en la evolución de la tensión acumulada nos indica la existencia de cuatro etapas o regímenes principales durante el crecimiento de la heteroestructura, y a continuación vamos a analizar con mayor detalle cada una de ellas.

### III.2.2.a. Régimen pseudomórfico

En la etapa *I*, que se aprecia con mayor detalle en la figura III.3-(b), la tensión acumulada aumenta linealmente con el espesor, y esto corresponde al régimen pseudomórfico del crecimiento de sistemas heteroepitaxiales. Como ya hemos dicho en el apartado anterior (apartado III.2.1), en este régimen la capa crece acoplada al sustrato y por ello experimenta una tensión biaxial cuyo valor es  $\sigma = M\varepsilon_{ps}$  (ecuación III.1). Esta tensión biaxial es constante a lo largo de toda la capa, de manera que la tensión acumulada en este régimen viene dada por:

$$\Sigma\sigma = M\varepsilon_{ps} h, \quad (\text{Ec. III.11})$$

es decir, aumenta linealmente con el espesor de capa depositado. Por lo tanto, y si efectivamente la etapa *I* corresponde a este régimen pseudomórfico, a partir de la pendiente de la evolución de la tensión acumulada se puede obtener el valor de la deformación de la capa en el plano de la intercara,  $\varepsilon_{ps}$ , y de ahí la composición de la capa. En el caso de las medidas representadas en la figura III.3, a partir de los datos de tensión acumulada en la etapa *I* se obtiene que la composición de la capa de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  depositada es  $x = 0,2$ .

Llegados a este punto conviene aclarar que, según las medidas *in situ* de evolución de la tensión, el régimen pseudomórfico alcanza hasta los 38 nm y, sin embargo, el espesor crítico para la formación de dislocaciones de desacople según el modelo propuesto por Matthews y Blakeslee es  $h_{MB} = 5,7\text{-}10$  nm en  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$

(001) (ver figura III.2-(b)). Teniendo en cuenta que existen evidencias experimentales de que el mecanismo propuesto por Matthews tiene lugar en este sistema heteroepitaxial y de que ocurre en torno a los espesores predichos por el modelo,<sup>[17,21]</sup> podemos suponer que cuando la capa de InGaAs alcanza un espesor de 38 nm ya se han formado dislocaciones de desacople en la intercara a partir del movimiento de las dislocaciones trepadoras procedentes del sustrato. No obstante, y como ya se comentó en el apartado anterior, debido a la baja densidad de dislocaciones presentes en el sustrato la relajación que se obtiene a partir de este mecanismo es muy pequeña. Así, teniendo en cuenta en este caso el tamaño del sustrato ( $2,5 \times 0,5 \text{ cm}^2$ ) y la densidad de dislocaciones presentes en él ( $10^4 \text{ cm}^{-2}$ ), mediante este mecanismo se podría obtener un máximo de  $0,25 \mu\text{m}^{-1}$  dislocaciones de desacople a lo largo de la dirección [110]. Esta densidad de dislocaciones produce, según las ecuaciones III.7 y III.9, una variación en la deformación de la capa  $\Delta\varepsilon = 0,5 \times 10^{-4}$ , y una relajación  $R_{(\%)} = 0,4 \%$ . Con la configuración experimental que hemos utilizado para realizar estas medidas *in situ* de evolución de la tensión no somos capaces de detectar los cambios en la pendiente de la tensión acumulada producidos por una relajación tan pequeña como ésta, y por ello hemos considerado que el régimen pseudomórfico se prolonga hasta los 38 nm, donde sí tiene lugar un cambio claro en la pendiente de la tensión acumulada. Una posibilidad para tratar de detectar el proceso de relajación asociado con el mecanismo de Matthews consiste en realizar las medidas *in situ* con sustratos más delgados que los que hemos utilizado en este caso. Las variaciones que los cambios en la tensión acumulada producen en la curvatura del sustrato son inversamente proporcionales al cuadrado de su espesor (ecuación II.31), por lo que si en lugar de sustratos de 350  $\mu\text{m}$  de espesor se emplean, por ejemplo, sustratos de 100  $\mu\text{m}$ , la sensibilidad de la medida aumenta en más de un orden de magnitud.

Volviendo de nuevo a la heteroestructura durante el crecimiento de la cual se realizaron las medidas *in situ* representadas en la figura III.3, a partir de la pendiente de la tensión acumulada en la etapa I hemos obtenido la composición de la capa de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ . Una vez fabricada y extraída de la cámara de crecimiento, hemos caracterizado esta heteroestructura mediante difracción de rayos X para comprobar la validez cuantitativa de las medidas *in situ* de tensión. Los valores de composición y relajación obtenidos a partir de dicha caracterización para ésta y otras heteroestructuras aparecen en la tabla III.1, junto con los valores que se pueden extraer de las medidas *in situ* de tensión para estos parámetros. Como se ve en la tabla, para la muestra de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  fabricada a 0,5 MC/s la composición determinada a partir de las medidas de rayos X es  $x = 0,2$ , que coincide con el valor obtenido de las medidas *in situ* y por lo tanto corrobora la validez cuantitativa de estas medidas. Como confirmación adicional, podemos comparar también la relajación que se obtiene a partir del valor de tensión acumulada de la capa medido *in situ* a los 450 nm de espesor con la que se obtiene de las medidas de rayos X. En la figura III.3-(a) vemos que la tensión acumulada en la capa a los 450 nm es  $\Sigma\sigma = \sim(-137) \text{ N/m}$ . Puesto que una capa de este espesor y de la misma composición acumularía  $(-741) \text{ N/m}$  si estuviese completamente acoplada al sustrato, esta capa ha relajado un 82 % de su tensión, lo que efectivamente coincide con el valor medido por difracción de rayos X (ver tabla III.1). Dado el acuerdo obtenido con las medidas de rayos X tanto en la composición de la capa, que se

Velocidad de crecimiento (MC/s)	Composición de In, x		Espesor, h (nm)	Relajación, $R_{(\%)}$	
	<i>In situ</i>	Rayos X		<i>In situ</i>	Rayos X
0,5	$0,20 \pm 0,02$	$0,20 \pm 0,005$	450	$82 \pm 3$	$82 \pm 2$
			47	$9 \pm 1$	0
0,2	$0,18 \pm 0,02$	$0,21 \pm 0,005$	370	$79 \pm 3$	$80 \pm 2$
			50	$15 \pm 1$	0

**Tabla III.1:** Valores de composición y relajación obtenidos a partir de las medidas *in situ* de tensión y de la caracterización mediante difracción de rayos X de varias heteroestructuras de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) fabricadas utilizando dos velocidades de crecimiento diferentes.

determina a partir de los datos de tensión acumulada de la primera etapa del crecimiento, como en el valor final de relajación, calculado del último dato de tensión acumulada, podemos asegurar la validez cuantitativa de las medidas *in situ* durante todo el crecimiento de la heteroestructura.

### III.2.2.b. Procesos de relajación

El régimen pseudomórfico en el crecimiento de un sistema heteroepitaxial, nuestra etapa *I*, termina cuando comienzan a producirse procesos de relajación, de manera que la deformación del parámetro de red en el plano de la intercara ya no es  $\epsilon_{ps}$  sino menor y por lo tanto cambia la pendiente de la tensión acumulada. En la figura III.3-(b) se puede ver claramente el cambio de pendiente que se produce en  $\Sigma\sigma$  a los 38 nm, que marca el final de la etapa *I* y el comienzo de los procesos de relajación en la heteroestructura. Una vez comenzados estos procesos de relajación, la tensión acumulada experimenta otros dos cambios notables en su comportamiento, como se ve en la figura III.3, y a partir de estos cambios hemos definido las etapas *II*, *III* y *IV* del proceso de relajación de esta heteroestructura. Que en cada una de estas etapas la tensión acumulada presente una evolución diferente nos indica, sin duda, que en cada una de ellas están actuando distintos mecanismos de relajación de la heteroestructura, y para tratar de identificar los mecanismos involucrados en cada etapa (formación de dislocaciones de desacople en la intercara, interacción entre ellas, influencia de la cinética de las dislocaciones en la relajación, etc.), hemos realizado una serie de experimentos complementarios.

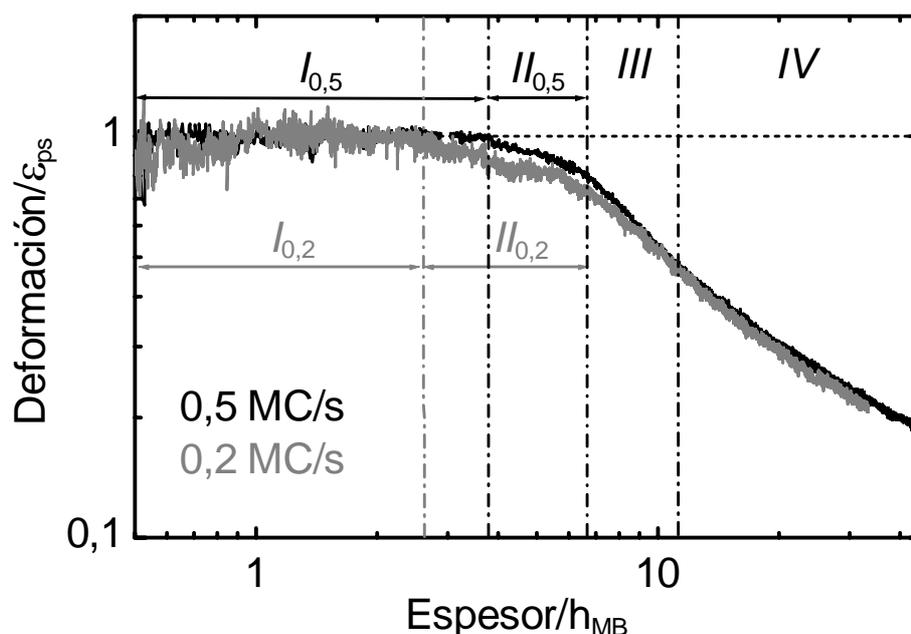
Así, para analizar la influencia de la velocidad de crecimiento y de la cinética de las dislocaciones en los procesos de relajación hemos medido, también *in situ* y en tiempo real, la evolución de la tensión durante el crecimiento de otra heteroestructura de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) en las mismas condiciones que aquella a la que corresponden las medidas mostradas en la figura III.3 excepto por la velocidad de crecimiento, que en este caso ha sido 0,2 MC/s. El comportamiento general de la tensión acumulada en este caso es igual al mostrado en la figura III.3, con las mismas

cuatro etapas caracterizadas por idénticos tipos de evolución de la tensión acumulada en función del espesor depositado. También en este caso hemos calculado la composición de la capa de InGaAs a partir de la pendiente inicial de la tensión acumulada y la relajación alcanzada a partir del valor de la tensión acumulada en el espesor final depositado (370 nm en este caso), y los datos se recogen en la tabla III.1. De nuevo, los valores obtenidos a partir de las medidas *in situ* muestran un acuerdo muy bueno con los extraídos de la caracterización de la heteroestructura mediante difracción de rayos X.

A pesar de que la composición nominal de la capa de InGaAs de la heteroestructura crecida a 0,2 MC/s es la misma que la de la crecida a 0,5 MC/s, existen pequeñas diferencias en la composición real obtenida, por lo que para poder comparar en detalle la evolución de la tensión durante el crecimiento de las dos heteroestructuras es conveniente representar, en lugar de la tensión acumulada, la deformación de la capa en el plano,  $\varepsilon$ , normalizada a la deformación en el régimen pseudomórfico,  $\varepsilon_{ps}$ . Para obtener la deformación de la capa a partir de la tensión acumulada (ecuación II.32) hay que considerar que la tensión  $\sigma(z)$  es constante a lo largo de todo el espesor de la capa, y de ahí:

$$\varepsilon = \frac{\Sigma\sigma(h)}{Mh}. \quad (\text{Ec. III.12})$$

La figura III.4 muestra la evolución de la deformación durante el crecimiento para estas dos heteroestructuras, normalizada a la deformación en el régimen pseudomórfico correspondiente en cada caso. Para eliminar todo efecto relacionado con las pequeñas diferencias en la composición de las capas de InGaAs, también hemos normalizado el espesor al valor del espesor crítico de Matthews y Blakeslee,  $h_{MB}$ , para cada composición. Las líneas punteadas delimitan las distintas etapas definidas a partir del comportamiento de la tensión acumulada. La etapa *I* corresponde al régimen pseudomórfico, como ya hemos visto, y, evidentemente, la deformación de la capa en esta etapa coincide con  $\varepsilon_{ps}$ . La etapa *II* comienza cuando aparece el primer proceso de relajación medible, es decir, cuando empieza a disminuir la deformación en la capa, y aquí se observa la primera diferencia entre estas dos muestras crecidas a dos velocidades diferentes: la etapa *II* comienza a espesores distintos para distintas velocidades de crecimiento. Además, también el comportamiento durante esta etapa es diferente, y la relajación es mayor en la capa crecida a menor velocidad. Sin embargo, al pasar a la etapa *III*, caracterizada porque la tensión acumulada permanece constante, o desde el punto de vista de la deformación, porque la deformación es inversamente proporcional al espesor de la capa, la deformación tiende a igualarse en ambas capas y, al final, las etapas *III* y *IV* presentan una evolución idéntica. Por lo tanto, tal y como puede deducirse a partir de la figura III.4, los procesos de relajación involucrados en la etapa *II* dependen de la velocidad de crecimiento, mientras que aquellos que intervienen en las etapas *III* y *IV* no lo hacen.



**Figura III.4:** Evolución de la deformación (normalizada a la deformación en el régimen pseudomórfico) frente al espesor (normalizado al espesor crítico de Matthews y Blakeslee) durante el crecimiento de dos capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  a dos velocidades diferentes: 0,2 y 0,5 monocapas por segundo (MC/s). Las líneas punteadas delimitan las distintas etapas detectadas en la evolución de la tensión acumulada. Las etapas I y II están indicadas por separado para cada velocidad de crecimiento, puesto que son diferentes.

#### Procesos de relajación: relajación elástica

Para confirmar la dependencia de la relajación con la velocidad de crecimiento en la etapa II, hemos fabricado otras dos heteroestructuras de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001), una de ellas a 0,5 MC/s y la otra a 0,2 MC/s, con el espesor de la capa de InGaAs dentro del intervalo de espesores que comprende esta etapa: 47 nm la capa crecida a 0,5 MC/s y 50 nm la otra. Estas muestras han sido caracterizadas por difracción de rayos X, y los valores de relajación obtenidos aparecen en la tabla III.1, junto con los que se extraen de los datos *in situ* de evolución de la tensión para esos espesores. Sorprendentemente, en este caso los resultados obtenidos con las dos técnicas no coinciden en absoluto: a partir de las medidas de rayos X se obtiene que las capas están totalmente acopladas al substrato,  $R_{(\%)} = 0\%$ , mientras que con las medidas *in situ* se detectan valores de relajación del 9 e incluso del 15 % para estos espesores.

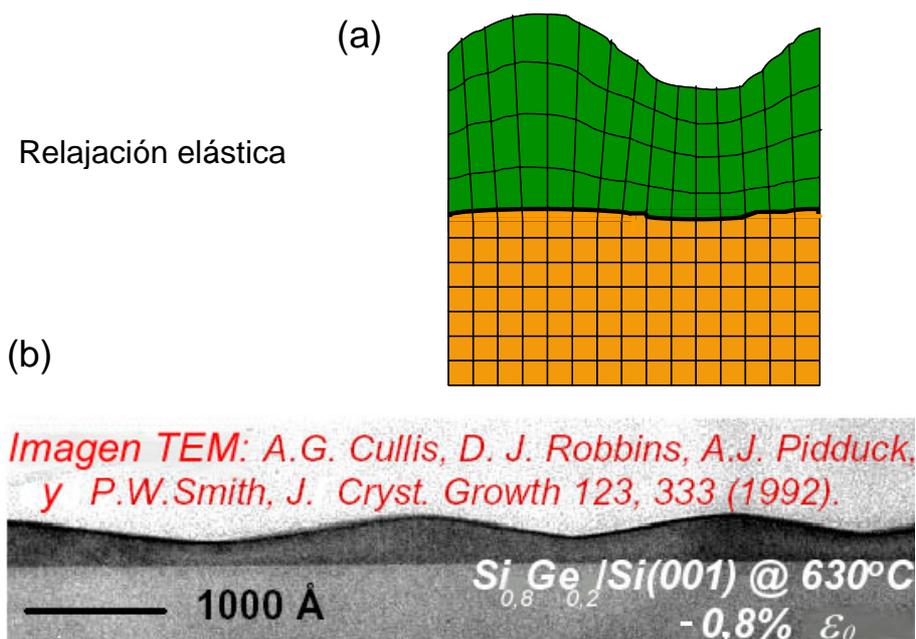
Con las medidas de difracción de rayos X se obtiene el valor promedio del parámetro de red de la capa, y puesto que la presencia de dislocaciones de desacople en la intercara modifica dicho valor promedio, estas medidas permiten determinar la relajación plástica, es decir, asociada a dislocaciones, que presenta la capa. Ahora bien, para que se produzca un cambio en el parámetro de red de la capa que pueda ser

detectado por las medidas de difracción de rayos X es necesaria una densidad mínima de dislocaciones, ya que cada dislocación afecta a un volumen finito de material en torno a ella y, si éstas están muy alejadas entre sí, el volumen de cristal cuyo parámetro de red ha sido modificado por la presencia de la dislocación es muy pequeño comparado con el volumen de cristal sin perturbar, de manera que el parámetro de red promedio de la capa corresponde al de la parte en la que no hay dislocaciones.<sup>[41]</sup> Como ya se comentó en el apartado II.4.3, la densidad mínima de dislocaciones que somos capaces de detectar en heteroestructuras de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) a partir de las medidas de difracción de rayos X realizadas está en torno a  $1 \mu\text{m}^{-1}$ , lo cual corresponde a una relajación mínima del 1,5 %. Así, está claro que con las medidas de difracción de rayos X no se puede detectar la relajación producida por las dislocaciones formadas a partir del mecanismo de Matthews debido a los límites en la sensibilidad de esta técnica, pero estos límites no justifican las discrepancias encontradas con los resultados *in situ* para las muestras de 47 y 50 nm. Por lo tanto, las medidas de difracción de rayos X indican que no existe relajación plástica apreciable en estas capas,\* y que la relajación detectada por nuestras medidas *in situ* en la etapa II no se produce mediante dislocaciones de desacople, sino a través de otros procesos a los que los rayos X no son sensibles.

La energía elástica acumulada en las capas se puede rebajar no sólo a través de procesos de relajación plástica, sino también de manera elástica mediante la aparición de rugosidad en la superficie. Tal y como se muestra en la figura III.5, la presencia de rugosidad en la superficie permite que el parámetro de red de la capa en el plano,  $a_{\parallel}$ , aumente en las zonas cercanas a las crestas de la rugosidad y disminuya en los valles, dando lugar a una distribución no homogénea de la deformación que en promedio hace disminuir la energía elástica y la tensión acumulada de la capa.<sup>[18,42]</sup> Además, puesto que las variaciones en el parámetro de red tienen lugar únicamente en la parte superior de la capa, cerca de la superficie, y en el resto permanece inalterado, el parámetro de red promedio de la capa no cambia y las medidas de difracción de rayos X no son capaces de detectar este tipo de relajación. Los procesos de relajación elástica son característicos de los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red grande ( $\epsilon_0 \geq |2| \%$ ), pero también han sido detectados procesos de este tipo en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña ( $\epsilon_0 < |2| \%$ ) tales como  $\text{SiGe}/\text{Si}$ <sup>[3,4,12,42]</sup> e  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$  ( $x > 0,53$ ),<sup>[43]</sup> de modo que, aunque hasta ahora no habían sido encontrados en capas de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  con  $x < 25 \%$ ,<sup>[44,45]</sup> la relajación detectada por las medidas *in situ* en la etapa II podría ser precisamente de tipo elástico, asociada a la formación de rugosidad superficial. Además, teniendo en cuenta que la evolución de la morfología superficial en las capas heteroepitaxiales depende de la velocidad de crecimiento, y que la superficie se arruga más a velocidades menores, como veremos en el apartado III.3, si esta relajación es de tipo elástico habría de ser distinta a diferentes velocidades de crecimiento, y mayor cuanto menor sea la

---

\*De hecho, estas heteroestructuras han sido caracterizadas mediante microscopía de transmisión de electrones en la Universidad de Cádiz, y las imágenes obtenidas revelan que la densidad de dislocaciones presentes en la intercara es inferior a  $0,5 \mu\text{m}^{-1}$ , lo cual confirma que apenas existe relajación plástica en las capas.



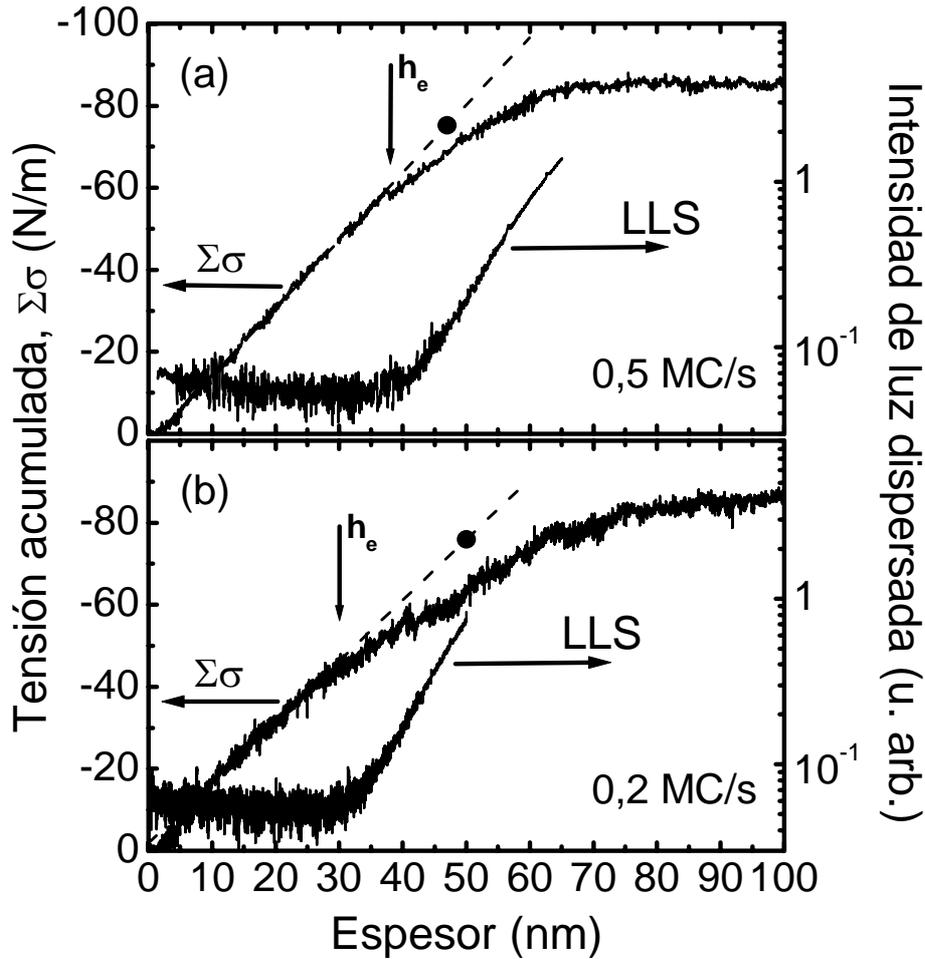
**Figura III.5:** Procesos de relajación elástica mediante la formación de rugosidad superficial en sistemas heteroepitaxiales. (a) Dibujo esquemático del proceso. (b) Imagen de microscopía electrónica de transmisión (tomada de [3]) de las ondulaciones presentes en la superficie de una capa de  $\text{Si}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}/\text{Si}$  (001).

velocidad, como efectivamente ocurre.

Para confirmar la hipótesis de que es el desarrollo de rugosidad en la superficie lo que produce la relajación en la etapa *II*, hemos medido la evolución de la morfología superficial durante la deposición de otras dos capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  en las mismas condiciones que las que se utilizaron para depositar las capas durante las cuales se realizaron las medidas *in situ* de evolución de la tensión acumulada. Las medidas se realizaron empleando la técnica de dispersión de luz láser *in situ* descrita en el capítulo anterior (apartado II.2.3), y puesto que las medidas *in situ* de relajación se habían llevado a cabo a lo largo de dirección [110], la muestra se orientó de tal manera que se pudiera detectar el desarrollo de la rugosidad superficial que produce relajación en esa misma dirección, es decir, con la dirección [110] de la superficie contenida en el plano de detección.

La figura III.6 muestra la evolución de la intensidad de luz dispersada durante el crecimiento de los primeros 50-60 nm de estas capas, junto con la evolución de la tensión acumulada durante los primeros 100 nm. La figura III.6-(a) corresponde a las heteroestructuras fabricadas a 0,5 MC/s y la figura III.6-(b) a las fabricadas a 0,2 MC/s. La evolución en la intensidad de luz dispersada, relacionada con el desarrollo de la rugosidad superficial, presenta una primera fase en la que se mantiene constante e indica que la superficie no se está arrugando, al menos en la escala de tamaños laterales

que detecta la técnica. Tras esta fase inicial, la señal de dispersión de luz aumenta, indicando un incremento en la rugosidad superficial. En las curvas de tensión acumulada se muestran las dos primeras etapas de su evolución y el inicio de la tercera: el régimen pseudomórfico, en el que  $\Sigma\sigma$  aumenta linealmente con el espesor; la etapa II o posible etapa de relajación elástica, en la que  $\Sigma\sigma$  sigue creciendo pero de forma no lineal, y por último la etapa III, en la que la  $\Sigma\sigma$  permanece constante. Las líneas discontinuas representan los ajustes lineales de la tensión acumulada en el régimen pseudomórfico, y sirven de guía visual para establecer el comienzo de la etapa II. En esta figura se aprecia claramente que el espesor al que comienza dicha etapa depende

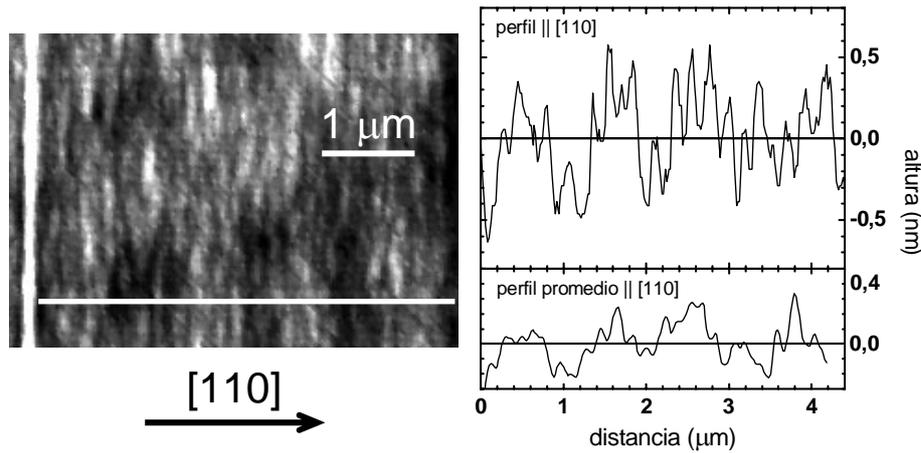


**Figura III.6:** Evolución de la tensión acumulada ( $\Sigma\sigma$ ) y de la intensidad de luz dispersada (LLS) durante la deposición de dos capas de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) a dos velocidades de crecimiento diferentes: (a) 0,5 monocapas por segundo (MC/s), (b) 0,2 MC/s. Las líneas discontinuas son los ajustes lineales de la tensión acumulada en el régimen pseudomórfico, y sirven de guía visual para establecer el comienzo de la relajación elástica. Los símbolos redondos representan el valor de la tensión acumulada en capas de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$  de ese espesor obtenido a partir de medidas de difracción de rayos X.

de la velocidad de crecimiento y es menor a 0,2 MC/s que a 0,5 MC/s. La evolución de la intensidad de luz dispersada también presenta diferencias con la velocidad de crecimiento, como puede verse en la figura III.6, y de la misma manera que el comienzo de la etapa II, el aumento de la señal de dispersión de luz tiene lugar a un espesor menor para la velocidad de crecimiento más pequeña. Además, el inicio de la subida en la intensidad de luz dispersada y el de la relajación tienen lugar al mismo espesor para cada velocidad, y esto implica que el desarrollo de la morfología y los procesos de relajación en la etapa II están estrechamente relacionados entre sí. Por lo tanto, a partir de la correlación entre las medidas *in situ* de tensión en la capa y de evolución de la morfología superficial se deduce que los mecanismos de relajación que intervienen en la etapa II son procesos elásticos, asociados con el desarrollo de rugosidad superficial. El espesor al que comienza la relajación elástica, que designaremos como  $h_e$  y que está marcado con una flecha en las figuras III.6-(a) y III.6-(b), es 30 y 38 nm para las capas cuyo crecimiento se ha realizado a 0,2 y 0,5 MC/s, respectivamente.

Una vez establecida la naturaleza elástica de los procesos de relajación en la etapa II, nos interesa identificar la rugosidad responsable de dicha relajación. Para ello, hemos caracterizado mediante microscopía de fuerzas la superficie de las dos capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  cuyos espesores están comprendidos en el intervalo perteneciente a esta etapa de relajación elástica: la de 47 nm, crecida a 0,5 MC/s, y la de 50 nm, depositada a 0,2 MC/s. Recordemos que, tal y como aparece en la tabla III.1, la relajación de las capas a lo largo de la dirección [110] determinada a partir de las medidas *in situ* de tensión para estos espesores y estas velocidades de crecimiento es 9 y 15 % respectivamente. La figura III.7 muestra la imagen obtenida con el microscopio de fuerzas de la superficie de la capa de 50 nm. En ella se observa la presencia de una rugosidad ondulada y orientada a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ , y de un caballón recto y alto (1,7 nm) en el lateral izquierdo de la imagen, que la atraviesa de arriba abajo y que se relaciona con la formación de la morfología de surcos entrecruzados, como veremos en el apartado III.3. La superficie de la capa de 47 nm presenta las mismas características que ésta, sólo que los caballones son más bajos, la rugosidad ondulada está peor definida y su valor rms es menor, como era de esperar teniendo en cuenta que para este espesor de la capa y esta velocidad de crecimiento los valores obtenidos *in situ* de intensidad de luz dispersada y de relajación son menores que para los 50 nm a 0,2 MC/s.

Tanto la rugosidad ondulada como el caballón dispersarían luz en el plano que contiene a la dirección [110] debido a su alineación, por lo que al aumento en la intensidad de luz dispersada detectado durante el crecimiento (figura III.6-(b)) habrá contribuido el desarrollo de ambas clases de motivos. Además, puesto que la rugosidad ondulada es perpendicular a la dirección [110], relajará tensión en esa dirección, y en este sentido la aportación de los caballones a la relajación ha de ser muy pequeña, ya que su densidad es muy baja. Por lo tanto, la rugosidad ondulada es la principal responsable de la relajación elástica, que es entonces anisótropa y sólo tiene lugar en la dirección [110]. La ondulación se desarrolla a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  en las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) porque ésta es la dirección preferente de difusión en superficies (001) de semiconductores III-V, como se comentó en el apartado II.4.1.<sup>[46-48]</sup> A lo



**Figura III.7:** Imagen obtenida con el microscopio de fuerzas de la superficie de la capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  de 50 nm de espesor depositada a 0,2 monocapas por segundo. El perfil de la superficie a lo largo de la línea blanca trazada sobre la imagen está representado en la gráfica que aparece en la parte superior derecha de la figura. La gráfica que aparece en la parte inferior derecha corresponde al perfil promedio de la superficie a lo largo de la dirección [110] calculado a partir de toda la imagen, con la excepción del caballón que la cruza en el lado izquierdo.

largo de la ondulación, la tensión se relaja en las crestas mientras que aumenta en los valles, y esto produce una disminución de la energía elástica acumulada en los picos con respecto a los valles. Esta diferencia en la energía elástica provoca durante el crecimiento un transporte de masa de los valles hacia las crestas de la ondulación, de manera que aumenta su amplitud. A esto se opone el incremento de energía superficial que supone la creación de más superficie, pero si el período de la ondulación es lo suficientemente grande, la disminución promedio de la energía elástica acumulada en la capa supera al aumento en energía superficial y la ondulación, también conocida como inestabilidad morfológica, crece.<sup>[18,42,49]</sup>

La gráfica de la parte superior derecha de la figura III.7 muestra el perfil de la superficie a lo largo de la línea blanca trazada sobre la imagen, y la de la parte inferior derecha corresponde al perfil promedio a lo largo de la dirección [110], calculado a partir de toda la imagen con la excepción del caballón. Estos perfiles ponen de manifiesto la existencia de un orden de largo alcance en esta rugosidad ondulada, tal y como lo demuestra la perfecta definición de las crestas y los surcos en el perfil resultado de un promedio a lo largo de una distancia superior a las 3  $\mu\text{m}$ . A partir de estos perfiles hemos calculado el período de los surcos, que es 230 nm, y la distancia de pico a valle, que es aproximadamente 1 nm. También hemos trazado perfiles del mismo tipo en la imagen de la superficie de la capa de 47 nm, y el período de los surcos y la altura de pico a valle obtenidos en este caso son 150 nm y 0,7 nm, respectivamente. La periodicidad que presenta la ondulación en estas capas es similar a la de los surcos observados por Cullis y sus colaboradores en capas de SiGe/Si cuya diferencia de parámetro de red está en torno al 1 %.<sup>[3,42]</sup> Ahora bien, si se tienen en cuenta los cálculos realizados por Christiansen y sus colaboradores<sup>[50]</sup> para obtener la

relajación que produce una determinada morfología en función del cociente entre su período y su amplitud, esta rugosidad no justifica toda la relajación medida *in situ* dados los valores de altura de pico a valle y período extraídos de los perfiles. Sin embargo, los modelos teóricos que consideran los procesos de relajación elástica en aleaciones predicen que el desarrollo de la rugosidad provoca una distribución no homogénea en la composición de la aleación,<sup>[51,52]</sup> de manera que las zonas con menor densidad de energía elástica, las crestas en este caso, se enriquecen en los átomos cuya longitud de difusión es mayor. En las capas de  $\text{InGaAs}$ , los átomos de  $\text{In}$  difunden más rápidamente que los de  $\text{Ga}$ , y además tienen mayor tamaño, por lo que un enriquecimiento de las crestas de la ondulación en átomos de  $\text{In}$  aumentaría la relajación. En resumen, la rugosidad ondulada orientada a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ , junto con una distribución no homogénea de la composición inherente a la formación de dicha rugosidad, son los responsables de la relajación elástica de la capa.

Los procesos de relajación elástica no habían sido detectados en trabajos previos realizados en heteroestructuras de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001).<sup>[44,45]</sup> Si en nuestro caso se ha desarrollado la ondulación superficial se debe, sin duda, a que hemos utilizado unas velocidades de crecimiento menores que las empleadas en esos trabajos. El desarrollo de las inestabilidades morfológicas depende de la velocidad de crecimiento ya que, según pronostican los modelos, la rugosidad prospera si la velocidad de crecimiento de la capa es menor que la velocidad de crecimiento de las ondulaciones.<sup>[53]</sup> Además, si la capa está constituida por una aleación el problema es más complejo, y no sólo el ritmo de desarrollo de la rugosidad sino también su periodicidad dependen de la velocidad de crecimiento,<sup>[54,55]</sup> como ocurre en nuestras capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ . Por otro lado, también hay que considerar que ha sido la utilización de las técnicas *in situ* de medida de la tensión y de la morfología la que nos ha permitido detectar la existencia de este proceso de relajación elástica en las capas.

#### Procesos de relajación: relajación plástica

Ya establecidos los procesos de relajación implicados en la etapa *II* de la evolución de la tensión acumulada, pasemos al estudio de las etapas *III* y *IV*. En estas etapas, sí son las dislocaciones de desacople presentes en la intercara las responsables de la relajación, pues mediante la caracterización *ex situ* por difracción de rayos X de capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  con espesores pertenecientes a estas etapas se detecta ya la evolución en el parámetro de red de la capa. En las capas cuyo espesor se corresponde con los inicios de la etapa *III*, existe todavía una diferencia entre los valores de relajación determinados a partir de las medidas *in situ* y las de rayos X debida a la contribución elástica a la relajación total, pero según va aumentando el espesor y la relajación plástica el peso de esta contribución es cada vez menor y los valores de relajación procedentes de las medidas *in situ* y *ex situ* se van aproximando cada vez más, y una vez superados los 350 nm ambos valores de relajación coinciden, como se ve en la tabla III.1. Las diferencias son mayores en las capas crecidas a 0,2 MC/s que en las crecidas a 0,5 MC/s, ya que la relajación elástica es mayor en el primer caso, y por eso también se observa en la figura III.4 una ligera diferencia entre las dos curvas

de evolución de la deformación en la primera parte de la etapa *III*. Sin embargo, al ir avanzando esta etapa, y dado que la parte elástica pesa cada vez menos, la evolución de la deformación se vuelve idéntica para las dos velocidades de crecimiento. Por lo tanto, a partir de las medidas *in situ* se obtiene que la relajación plástica no depende de la velocidad de crecimiento, a pesar de que el ritmo de deposición de una de las capas es 2,5 veces más rápido que el de la otra. Esto significa que la relajación plástica no está limitada cinéticamente en las condiciones de crecimiento utilizadas en la fabricación de estas heteroestructuras, y consecuentemente no es necesario utilizar modelos que incluyan la cinética de las dislocaciones para interpretar la evolución de la deformación en las etapas *III* y *IV* sino que basta con emplear modelos de equilibrio.

En el caso de InGaAs/GaAs era de esperar que los procesos de relajación plástica no estuvieran limitados cinéticamente, ya que el crecimiento de este sistema heteroepitaxial se lleva a cabo a temperaturas altas con respecto a su transición entre el comportamiento frágil y el dúctil, y por lo tanto la velocidad de deslizamiento de las dislocaciones es muy alta (del orden de varios centímetros por segundo a 500 °C).<sup>[2]</sup> La situación es completamente distinta para SiGe/Si, pues la velocidad de las dislocaciones es muchísimo menor en el intervalo de temperaturas a las cuales se fabrica ese sistema y, por tanto, es muy frecuente que su relajación se encuentre restringida cinéticamente.<sup>[17,18]</sup>

Por otro lado, en algunos artículos se ha demostrado que la rugosidad asociada con la relajación elástica influye en la formación de dislocaciones, ya que el aumento de tensión en los surcos de la ondulación favorece la nucleación de dislocaciones de desacople en esas posiciones.<sup>[56-59]</sup> Las medidas *in situ* muestran que en nuestro caso los procesos de relajación plástica son los mismos para las dos velocidades de crecimiento, aunque la relajación elástica y la rugosidad ondulada son mayores a 0,2 que a 0,5 MC/s. Así, no parece que en nuestro caso el incremento de tensión en los surcos de la rugosidad sea suficiente para intervenir en la nucleación de dislocaciones, como también ocurre en algunos casos en capas de SiGe/Si.<sup>[12]</sup>

A continuación, vamos a analizar la evolución en la relajación de la epicapa durante las etapas *III* y *IV* empleando un modelo de equilibrio. Fontaine y sus colaboradores<sup>[27]</sup> propusieron un modelo sencillo que predice el comportamiento de la tensión acumulada considerando la formación de dislocaciones de desacople en la intercara. En este modelo se tienen en cuenta dos contribuciones a la energía por unidad de área,  $E$ , de una capa con una cierta relajación:

$$E = E_{el} + E_{disl} , \quad (\text{Ec. III.13})$$

donde  $E_{el}$  es la energía elástica por unidad de área almacenada en la capa, cuyo valor para una capa cuya deformación en el plano es  $\varepsilon$  viene dado por la expresión ya conocida:

$$E_{el} = M\varepsilon^2 h , \quad (\text{Ec. III.14})$$

y  $E_{\text{disl}}$  es la energía por unidad de área consumida por las dislocaciones de desacople necesarias para relajar la capa hasta ese valor  $\varepsilon$  de deformación, suponiendo que todas ellas son de 60°:

$$E_{\text{disl}} = \rho_d \xi_0 = (2/b) \xi_0 |\varepsilon_{\text{ps}} - \varepsilon|, \quad (\text{Ec. III.15})$$

con  $\xi_0$  la energía de formación por unidad de longitud de una nueva dislocación. La deformación en la capa para un determinado espesor será aquella para la cual la energía sea mínima, es decir,  $(\partial E / \partial \varepsilon)_h = 0$ . Con esto, y teniendo en cuenta que  $\sigma = M\varepsilon$ , se obtiene:

$$|\Sigma \sigma| = M |\varepsilon| h = \xi_0 / b = \text{constante}, \quad (\text{Ec. III.16})$$

es decir, la tensión acumulada permanece constante con el espesor. Éste es el comportamiento medido *in situ* para las capas de InGaAs en la etapa III, como se ve en la figura III.3. Por lo tanto, podemos asociar la relajación en esta etapa con la formación de nuevas dislocaciones, y la evolución de la deformación se puede describir mediante una relación muy sencilla:

$$|\varepsilon| h = k, \quad (\text{Ec. III.17})$$

donde  $k$  es una constante. Dunstan y sus colaboradores obtuvieron este mismo resultado basándose no en argumentos energéticos sino en consideraciones geométricas,<sup>[29,60]</sup> y tras la caracterización *ex situ* de un amplio número de muestras establecieron el valor de dicha constante para dos sistemas materiales:  $k = 0,8 \pm 0,1$  nm para capas de InGaAs<sup>[2,60,61]</sup> y  $k = 1,4$  nm para capas de InGaP.<sup>[62]</sup> A partir de las medidas *in situ* se puede obtener el valor de dicha constante de manera muy precisa y con el crecimiento de una única muestra, y para el sistema material cuyo comportamiento se ha estudiado *in situ* en este trabajo de tesis doctoral, In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As/GaAs (001), se ha obtenido el valor  $k = 0,75$  nm. A partir de esta constante se puede calcular la energía de formación de una dislocación por unidad de longitud,  $\xi_0$ , ya que  $k = \xi_0 / Mb$ , y en este caso resulta  $\xi_0 = 3,4 \times 10^{-8}$  J/m, valor razonable comparado con los calculados teóricamente.<sup>[27]</sup> Como he mencionado anteriormente, las dislocaciones de desacople se pueden formar mediante la nucleación de lazos en la superficie que luego deslizan hasta la intercara o a través de la multiplicación de las dislocaciones ya presentes en la capa. De las medidas *in situ* se puede extraer que en la etapa III la formación de nuevas dislocaciones gobierna el proceso de relajación, pero no proporcionan información acerca de cuál de los dos mecanismos de generación de dislocaciones es el que predomina. Así pues, el valor de la energía de formación  $\xi_0$  obtenido puede considerarse como un valor promedio del coste energético de ambos mecanismos.

De las medidas *in situ* también se obtiene el alcance de la etapa III, es decir, hasta qué espesor la deformación responde a la relación  $\varepsilon h = k$ . Tal y como se observa en la

figura III.3, al crecer el espesor de la capa llega un momento en el cual la tensión acumulada deja de ser constante y comienza a aumentar de nuevo, lo cual indica una ralentización en el ritmo de relajación de la capa, como se ve en la figura III.4. Este nuevo comportamiento en la tensión acumulada es el que define la etapa IV. Existen varios modelos en los que la disminución en el ritmo de relajación de la capa se atribuye a la interacción entre las dislocaciones cuando su densidad es muy alta, y por lo tanto es un problema relacionando con el endurecimiento mecánico de la capa.<sup>[31-35]</sup> Para poder interpretar las medidas *in situ* en la etapa IV, hemos modificado el modelo formulado por Fontaine y sus colaboradores añadiendo a la energía de formación por unidad de longitud de una dislocación un nuevo término que da cuenta de la interacción de esa dislocación con las ya presentes en la capa y paralelas a ella:

$$\xi = \xi_0 + \xi_{\text{int}} . \quad (\text{Ec. III.18})$$

Así,  $\xi$  es ahora la energía de formación total por unidad de longitud de una dislocación,  $\xi_0$  representa la energía necesaria para que se forme una dislocación de desacople aislada en la intercara y  $\xi_{\text{int}}$  es la contribución debida a la interacción con otras dislocaciones paralelas que ya se encuentran allí.

La energía de interacción,  $\xi_{\text{int}}$ , depende de la distancia entre las dislocaciones y del espesor de la capa.<sup>[31,63,64]</sup> En los sistemas heteroepitaxiales las dislocaciones forman una red más o menos ordenada en la intercara, de manera que en promedio las dislocaciones se encuentran equidistantes entre sí y la distancia entre ellas es el inverso de su densidad. Para espesores grandes y una densidad de dislocaciones alta, que son las condiciones en las que los efectos de endurecimiento mecánico se manifiestan en la relajación, y asimismo las condiciones que se dan en la etapa IV, este término se puede expresar como:<sup>[64,35]</sup>

$$\xi_{\text{int}} = A \left| \varepsilon_{\text{ps}} - \varepsilon \right| h , \quad (\text{Ec. III.19})$$

donde A es una constante. Ahora bien, si extendemos el uso de esta expresión a situaciones en las que la densidad de dislocaciones de desacople es más baja y el espesor menor, podremos tratar de unificar la descripción de las etapas III y IV. Para ello, hemos generalizado la expresión III.19 a partir del tratamiento de Dodson al problema de endurecimiento mecánico de la capa. Dodson consideró que una dislocación sólo interacciona con aquéllas que están dentro de un determinado radio de alcance, y este radio de alcance de la interacción, que denotaremos  $l_{\text{int}}$ , aumenta con el espesor de la capa.<sup>[31]</sup> Con esta aproximación, podemos reescribir la ecuación III.19 de la siguiente manera:

$$\xi_{\text{int}} = A' S_n \left| \varepsilon_{\text{ps}} - \varepsilon \right| h , \quad (\text{Ec. III.20})$$

con A' constante y  $S_n$  una suma que se extiende al número de dislocaciones que intervienen en la interacción, n:

$$S_n = \sum_{i=1}^n 1/i. \quad (\text{Ec. III.21})$$

Este número  $n$  depende entonces del radio de alcance de la interacción  $l_{\text{int}}$ , y aunque Dodson consideró este radio igual al espesor de la capa, aquí vamos a dejarlo como un parámetro que podremos ajustar a partir de los valores de deformación obtenidos de las medidas *in situ*.

Con la nueva expresión para la energía de formación de una dislocación, la energía de la capa por unidad de área queda del siguiente modo:

$$E = M\varepsilon^2 h + (2/b)(\xi_0 + \xi_{\text{int}}) \left| \varepsilon_{\text{ps}} - \varepsilon \right|, \quad (\text{Ec. III.22})$$

y considerando otra vez que la deformación en la capa para un determinado espesor será aquella para la cual la energía sea mínima, se obtiene:

$$|\varepsilon|h = \left( 1 + \frac{2A'S_n}{Mb} \right)^{-1} \left[ \frac{\xi_0}{Mb} + \frac{2A'S_n}{Mb} |\varepsilon_{\text{ps}}| h \right]. \quad (\text{Ec. III.23})$$

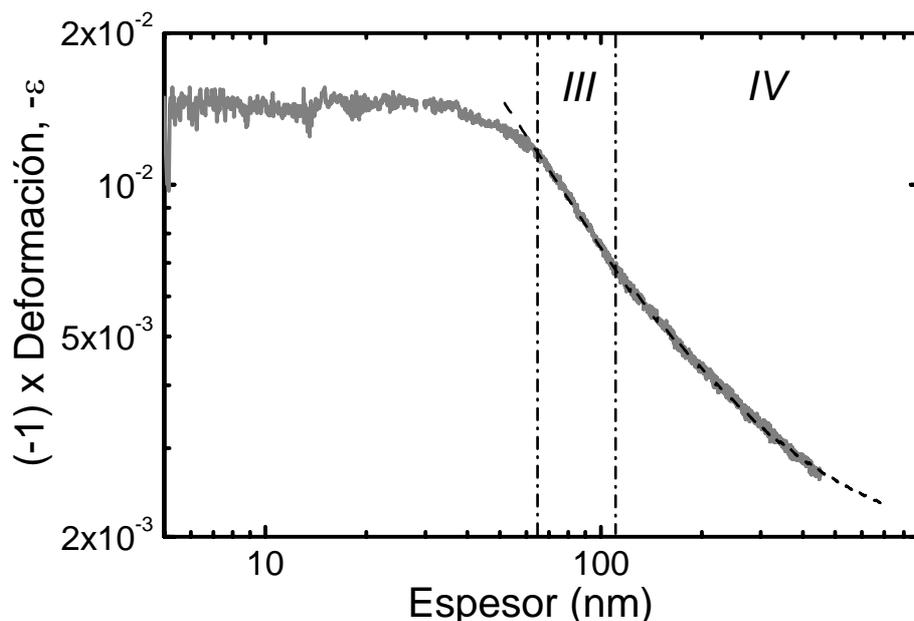
Esta expresión proporciona el valor de la deformación de la capa en función de su espesor cuando los mecanismos que intervienen en la relajación son la formación de nuevas dislocaciones y la interacción entre ellas. Cuando la distancia entre las dislocaciones de desacople en la intercara es mayor que el radio de alcance de la interacción  $l_{\text{int}}$ , se tiene que  $S_n = 0$  y de la ecuación III.23 se recupera la expresión III.17, ya que no existe interacción entre las dislocaciones. De la expresión III.23 se puede extraer una propiedad importante de las capas heteroepitaxiales, y es que no pueden alcanzar la relajación completa, es decir, no se puede llegar a  $\varepsilon = 0$ . Esto se debe a que al aumentar la relajación crece la densidad de dislocaciones en la capa y con ella la energía de interacción, de manera que se alcanzará un momento en el que la energía necesaria para introducir una nueva dislocación será mayor que la energía elástica acumulada en la capa, y se detendrá el proceso.

Los valores de deformación obtenidos a partir de las medidas *in situ* de tensión y correspondientes a las etapas III y IV se pueden comparar con la ecuación III.23, y la figura III.8 muestra, con línea discontinua, el ajuste a esta expresión de la deformación en las etapas III y IV para la capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositada a 0,5 MC/s. Para efectuar este ajuste hemos asignado a la energía de formación de una dislocación aislada el valor obtenido con los datos experimentales de la etapa III,  $\xi_0 = 3,4 \times 10^{-8}$  J/m, pues en esa etapa los resultados experimentales podían explicarse sin necesidad de considerar la interacción entre dislocaciones. El valor de la constante de interacción,  $A'$ , se determina ajustando la pendiente de la tensión acumulada en la etapa IV, y en este caso se obtiene  $A' = 0,64$  J/m<sup>2</sup>. El número de dislocaciones involucradas en la interacción,  $n$ , proviene de ajustar el espesor en el que se produce la transición entre las etapas III y IV, y a partir de dicho número se puede calcular el radio de alcance de la interacción

entre las dislocaciones,  $l_{int}$ . El ajuste de nuestros datos experimentales proporciona para este parámetro el valor  $l_{int} = 0,6 \times h$ .

Tal y como se observa en la figura III.8, el acuerdo entre los valores experimentales de la deformación en las etapas III y IV y la ecuación III.23 es excelente, por lo que podemos deducir que en estas etapas la formación de nuevas dislocaciones de desacople y la interacción entre ellas constituyen los mecanismos involucrados en la relajación de la capa. Gracias a que las medidas *in situ* proporcionan la evolución continua de la deformación, podemos establecer con gran precisión la transición entre las etapas III y IV, y a partir de ahí establecer con gran fiabilidad el valor del radio de alcance de la interacción entre las dislocaciones para las capas de  $In_{0,2}Ga_{0,8}As/GaAs$  (001). Además, con estas medidas hemos obtenido una expresión, la ecuación III.23, que nos permite predecir el comportamiento de la deformación en función del espesor una vez que comienzan los procesos de relajación plástica en la capa, y no sólo en el régimen gobernado por la ley  $|\epsilon|h = k$ , que ya se conocía, sino también una vez comenzado el endurecimiento mecánico de la capa. Este conocimiento es imprescindible si se quieren utilizar estas capas para fabricar capas adaptadoras del parámetro de red.

Del ajuste de los datos experimentales a la ecuación III.23 también se puede extraer que los procesos de relajación plástica no comienzan exactamente en el punto



**Figura III.8:** Evolución de la deformación durante el crecimiento de 450 nm de  $In_{0,2}Ga_{0,8}As/GaAs$  (001) mediante epitaxia por haces moleculares a 0,5 monocapas por segundo y 500 °C, obtenida a partir de las medidas *in situ* de tensión. Las líneas punteadas delimitan las dos etapas de relajación plástica, la III y la IV. La línea discontinua representa el comportamiento de la deformación en dichas etapas según la expresión III.23, obtenida a partir del modelo propuesto en el texto.

en el que la tensión acumulada comienza a ser constante (ver figuras III.8 y III.3) sino un poco antes, en torno a los 53 nm para la capa a la que corresponden las medidas de las figuras III.8 y III.3, y por eso la evolución de la tensión acumulada y de la deformación muestran una cierta inflexión ahí. Sin embargo, el peso de la tensión relajada elásticamente es todavía importante a esos espesores, y de ahí que el comportamiento  $\Sigma\sigma = \text{constante}$  no se alcance hasta espesores un poco mayores. En cualquier caso, y en vista de la correspondencia entre los datos experimentales y la ecuación III.23, el espesor crítico que marca el comienzo de la relajación plástica progresiva de la capa,  $h_r$ , se puede obtener de la intersección de dicha ecuación con la deformación en el régimen pseudomórfico, y de ahí:

$$h_r = k / |\epsilon_{ps}|. \quad (\text{Ec. III.24})$$

Me gustaría hacer una última puntualización antes de finalizar con la exposición de los resultados concernientes a los procesos de relajación plástica en las heteroestructuras de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001). En el modelo que hemos utilizado para analizar esos procesos se considera que la energía de formación de una dislocación aislada por unidad de longitud,  $\xi_0$ , es constante, y así lo confirman nuestras medidas *in situ*, ya que la etapa III se comporta de acuerdo a la ecuación III.16. No obstante, se sabe que la energía de formación de las dislocaciones depende logarítmicamente del tamaño del cristal, que en el caso de películas delgadas corresponde al espesor de la capa,<sup>[7,32,63,64]</sup> y generalmente los modelos de relajación plástica en sistemas heteroepitaxiales tienen en cuenta esta dependencia. Ahora bien, al ser esta dependencia de tipo logarítmico sólo es importante para espesores pequeños, y después ese término se vuelve casi constante. Los procesos de relajación plástica apreciable en las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ , las etapas III y IV, tienen lugar a espesores grandes por lo que no es necesario considerar esta dependencia.

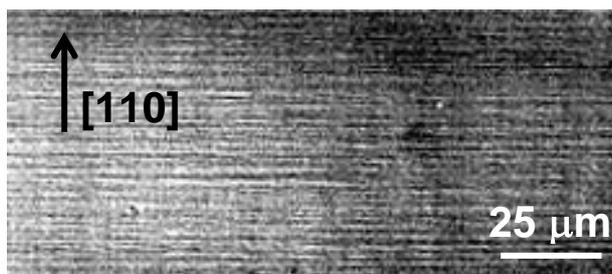
*En resumen, las medidas in situ y en tiempo real de evolución de la tensión que hemos llevado a cabo durante el crecimiento de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) nos han permitido establecer la secuencia completa del proceso de relajación en este sistema heteroepitaxial. La relajación consta de una primera etapa elástica, que depende de la velocidad de crecimiento, y dos etapas posteriores asociadas a mecanismos plásticos de relajación, es decir, a la formación de dislocaciones de desacople en la intercara, y que ya no dependen del ritmo de deposición de la capa. La naturaleza elástica de los procesos de relajación en la primera etapa se ha puesto de manifiesto mediante la correlación entre medidas in situ de tensión y de evolución de la morfología.<sup>[40]</sup> En cuanto a los procesos plásticos involucrados en las dos etapas siguientes, son la formación de nuevas dislocaciones de desacople en la intercara y la interacción entre ellas las que gobiernan la relajación en dichas etapas, y considerando estos dos mecanismos hemos elaborado un modelo que describe la evolución de la deformación de la capa en función de su espesor una vez iniciados dichos procesos.<sup>[39]</sup>*

### III.3. Estudios *in situ* de la evolución de la morfología durante el crecimiento de $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ (001) a 500 °C

La presencia en la superficie de morfologías de surcos entrecruzados (en inglés “crosshatch”) es típica en sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña, como ya se ha mencionado. Esta morfología consiste en la presencia en la superficie de caballones y surcos alineados a lo largo de las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$ , entrecruzados entre sí, donde los surcos adyacentes se encuentran a una distancia promedio bien definida pero que es distinta en cada dirección. Las figuras II.3 y II.5 del capítulo II muestran imágenes detalladas de superficies con este tipo de morfología obtenidas con el microscopio de fuerzas atómicas, aunque si la morfología ya está bastante desarrollada puede observarse mediante microscopía Nomarski (figura III.9) o incluso a simple vista.

La presencia de la morfología de surcos entrecruzados en la superficie de una capa heteroepitaxial degrada la calidad de dicha capa, ya que impide la obtención de intercaras abruptas, perjudica las características de los dispositivos fabricados sobre ella,<sup>[15,16]</sup> provoca problemas tecnológicos durante el procesado de los mismos e incluso ocasiona un aumento considerable en la densidad de dislocaciones trepadoras en la capa, las cuales son muy nocivas para los dispositivos, debido a que los surcos más profundos de esta morfología rugosa favorecen el bloqueo de las dislocaciones de desacople.<sup>[65,66]</sup> Por ello, existe un gran interés en tratar de determinar las causas de la formación de este tipo de morfología, y se han llevado a cabo numerosos estudios al respecto<sup>[10-13,67-74]</sup> con el objetivo final de elaborar procedimientos con los que se pueda controlar su desarrollo.<sup>[75,76]</sup>

El origen de la morfología de surcos entrecruzados está totalmente relacionado con la presencia de dislocaciones de desacople en la intercara, puesto que sólo aparece en capas que ya han superado el espesor crítico de formación de dislocaciones. Sin embargo, y a pesar de la gran cantidad de estudios llevados a cabo, todavía existen discrepancias en cuanto al origen concreto de dicha morfología. Una de las propuestas



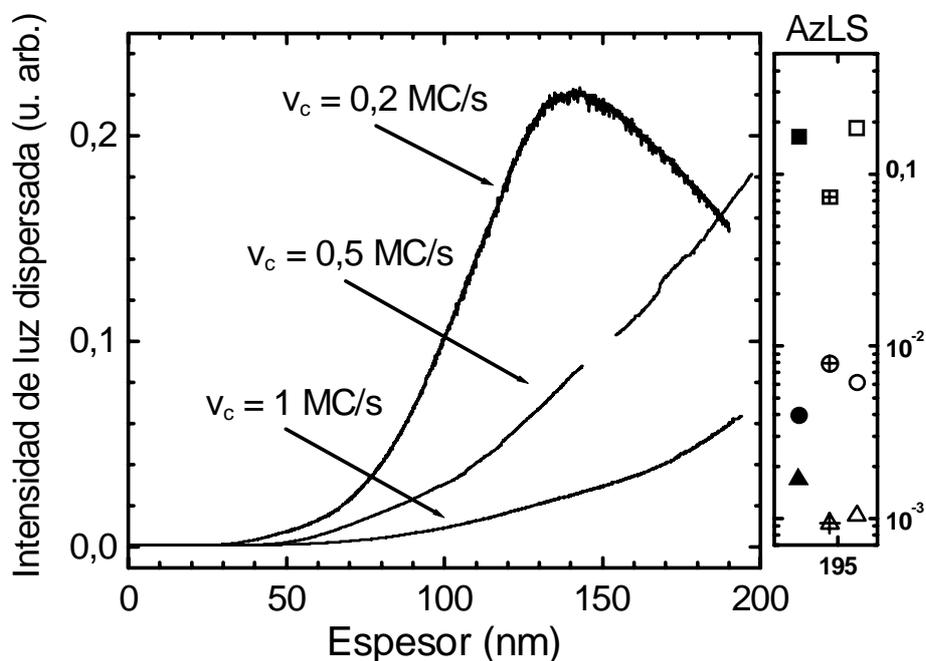
**Figura III.9:** Micrografía Nomarski de la superficie de una capa de 700 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositada sobre  $\text{GaAs}$  (001) que presenta una morfología de surcos entrecruzados. En la imagen se aprecian claramente los surcos alineados a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  de la superficie y de manera más tenue los surcos paralelos a la  $[110]$ .

considera que las ondulaciones propias de la morfología de surcos entrecruzados son simplemente el resultado de los procesos de deslizamiento mediante los cuales se forman las dislocaciones de desacople de  $60^\circ$  características de estos sistemas, que generan escalones y desplazamientos elásticos en la superficie.<sup>[67,68,73]</sup> Otro mecanismo, asociado al anterior, atribuye su formación a la tendencia de la superficie a eliminar dichos escalones mediante crecimiento por propagación de escalones allí donde estos se forman.<sup>[74]</sup> Un último modelo lo asocia a variaciones locales en la velocidad de crecimiento de la capa epitaxial inducidas por la presencia en la superficie de campos de tensiones que las dislocaciones de desacople generan.<sup>[10-13,69,72]</sup> Además, aun considerando como válida esta última interpretación, no está claro si la morfología de surcos entrecruzados comienza a desarrollarse a partir del espesor crítico para la introducción de las primeras dislocaciones de desacople en la intercara,  $h_{\text{MB}}$ , y debido entonces a los campos de tensiones producidos por estas dislocaciones,<sup>[10,13]</sup> o a partir del espesor crítico al que comienza la relajación progresiva de la capa,  $h_r$ , y debido a los campos de tensiones asociados con grupos de dislocaciones generados mediante procesos de multiplicación y que se encuentra en el interior de la capa, por encima de la intercara.<sup>[11]</sup>

A continuación, se describen los estudios que hemos llevado a cabo, a través de medidas *in situ* de dispersión de luz, acerca de la evolución de la morfología durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de capas heteroepitaxiales de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) y de cómo influye la velocidad de crecimiento en dicha evolución. Al igual que para las medidas de evolución de la relajación, las capas de  $\text{InGaAs}$  se han depositado utilizando unas condiciones de crecimiento típicas para este sistema material:  $T_s = 500^\circ\text{C}$  y flujo de arsénico en torno a  $4 \times 10^{-6}$  mbar de presión equivalente, y en estas condiciones la superficie presenta la reconstrucción  $(2 \times 4)$ . El modo de crecimiento bidimensional se mantiene durante toda la deposición de la capa de  $\text{InGaAs}$ . A partir de estos estudios hemos podido establecer la influencia de la cinética del crecimiento en el proceso de formación del patrón de surcos entrecruzados y las primeras etapas de dicho proceso, lo cual ayuda a comprender mejor los mecanismos que dan lugar a dicha morfología.<sup>[14]</sup>

La figura III.10 muestra la evolución de la intensidad de luz dispersada (o señal LLS) durante el crecimiento de tres capas de 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositadas sobre  $\text{GaAs}$  (001) a tres velocidades ( $v_c$ ) diferentes: 0,2, 0,5 y 1 MC/s. Se espera que estas capas desarrollen una morfología de surcos entrecruzados, y este tipo de morfología dispersa la luz de manera muy concentrada en dos direcciones paralelas a las  $\langle 110 \rangle$  de la superficie, lo que da lugar a un patrón muy característico en forma de cruz, tal y como se explicó en el capítulo II. Por lo tanto, para detectar el desarrollo de este tipo de morfología es muy importante que una de estas dos direcciones esté contenida en el plano de detección de la luz dispersada, y para ello es preciso alinear la muestra antes de comenzar el crecimiento de la capa. Esto se hace con ayuda de las barras del patrón de electrones difractados por la superficie de  $\text{GaAs}$  previa a la deposición del  $\text{InGaAs}$ , porque esta superficie es isótropa para la dispersión de luz. Las medidas que aparecen en la figura III.10 han sido tomadas con la dirección  $[110]$  de la superficie de la muestra contenida en el plano de detección de la luz dispersada. Debido al

recubrimiento de las ventanas con pequeñas cantidades de arsénico durante el crecimiento, y a pequeñas diferencias en el alineamiento del sistema óptico, el valor absoluto de intensidad de luz dispersada detectada cambia de un crecimiento a otro. Así para preservar la relación entre las intensidades relativas de luz dispersada y la rugosidad de cada muestra, hemos escalado las señales medidas *in situ* considerando la relación entre las funciones de densidad espectral de potencias de las superficies obtenidas a partir de medidas *ex situ* de dispersión de luz con resolución angular. Además, el nivel de señal dispersada inmediatamente anterior a la deposición del InGaAs, que proviene de la capa de GaAs previa y que varía un poco en función de pequeñas diferencias en la deposición de dicha capa, también ha sido sustraído para fijar en la figura el mismo valor inicial para las tres muestras. Al finalizar el crecimiento de la capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ , hemos girado la muestra para obtener la dependencia azimutal de la luz dispersada (medidas AzLS *in situ*), y los datos obtenidos están representados en escala logarítmica en la figura III.10, a la derecha de la gráfica (en escala lineal) de evolución de la luz dispersada.



**Figura III.10:** Evolución de la intensidad de luz dispersada durante el crecimiento de tres capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  de 200 nm de espesor, depositadas sobre GaAs (001) mediante epitaxia por haces moleculares a tres velocidades de crecimiento ( $v_c$ ) diferentes: 0,2 monocapas por segundo (MC/s), 0,5 MC/s y 1 MC/s. Las medidas han sido tomadas con la dirección [110] de la superficie alineada en el plano de detección. A la derecha de la gráfica se encuentran, en escala logarítmica, las medidas de dependencia azimutal de la luz dispersada (AzLS), realizadas *in situ* al finalizar el crecimiento de las capas. Los símbolos rellenos, los símbolos huecos y los símbolos marcados con una cruz corresponden a las capas depositadas a 0,2, 0,5 y 1 MC/s, respectivamente. Los cuadrados representan la intensidad de luz dispersada cuando la dirección [110] de la superficie se encuentra en el plano de detección; los círculos, la intensidad de luz dispersada con la dirección [110] en el plano de detección y los triángulos corresponden a la dirección [100] en dicho plano.

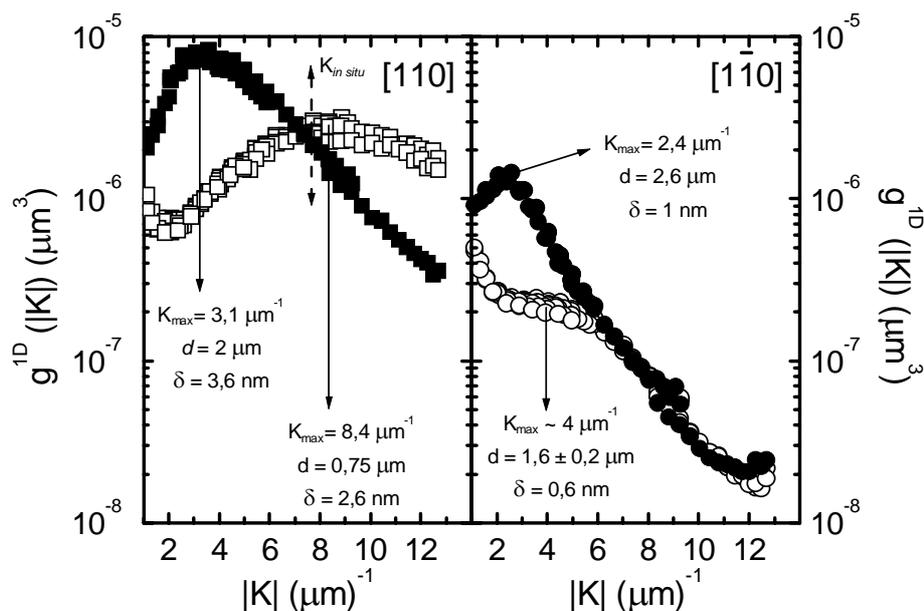
Según los resultados mostrados en la figura III.10, la evolución de la morfología durante el crecimiento de las capas de InGaAs presenta el mismo comportamiento general para las tres velocidades de crecimiento, si bien el ritmo concreto de desarrollo de la rugosidad sí depende de la velocidad. En efecto, al comenzar la deposición de la capa, la intensidad de luz dispersada no varía, y se mantiene en ese nivel, que denominaremos nivel LLS inicial, hasta alcanzar un determinado espesor a partir del cual la señal aumenta muy rápidamente, lo que indica un desarrollo rápido de la rugosidad superficial en la dirección [110]. Tal y como vimos en el apartado II.2.2.b del capítulo II, se puede establecer si este arrugamiento de la superficie se relaciona con el desarrollo de una morfología de surcos entrecruzados analizando la dependencia azimutal de la luz dispersada. Para ello, hemos realizado medidas AzLS una vez terminado el crecimiento de las capas, así como durante una interrupción en el crecimiento de la muestra depositada a 0,5 MC/s a los 100 nm de espesor, pero esta medida no aparece en la figura por claridad. Para realizar las medidas AzLS, se enfrían rápidamente las muestras una vez detenido el crecimiento para evitar que la morfología evolucione, y a continuación se giran para ir registrando la intensidad de luz dispersada cuando las direcciones  $\langle 110 \rangle$  y  $\langle 100 \rangle$  de la superficie están contenidas en el plano de detección. Tras una rotación completa, la muestra se vuelve a colocar en la posición original con la dirección [110] de nuevo bien alineada en el plano de detección. En las medidas realizadas a 100 y 200 nm de espesor siempre hemos recuperado el nivel de señal que se tenía al detener el crecimiento, lo cual indica que la rugosidad no ha evolucionado durante el proceso de enfriamiento. En la parte derecha de la figura III.10 se han incluido los valores finales de intensidad de luz dispersada obtenidos *in situ* correspondientes a las direcciones [110] (cuadrados),  $[1\bar{1}0]$  (círculos) y [100] (triángulos) de las superficies de las tres muestras. Como puede verse, la señal LLS depende enormemente de la orientación de la muestra. La intensidad de luz dispersada se ha incrementado en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , aunque el mayor aumento se ha producido en la dirección [110]. En cuanto a direcciones intermedias, como la [100], la señal ha evolucionado poco o nada, y se mantiene muy cerca del nivel LLS inicial. Las medidas AzLS realizadas demuestran que, efectivamente, las superficies de estas capas presentan una morfología de surcos entrecruzados ya desde los 100 nm de espesor, puesto que la luz dispersada está muy concentrada en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie, y en cuanto sacamos cualquiera de esas dos direcciones fuera del plano de detección, la señal decae al nivel LLS inicial. En cuanto a las diferencias de señal entre las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , puesto que la luz dispersada por la superficie en cada una de estas direcciones nos proporciona información acerca del desarrollo de los surcos paralelos a la dirección perpendicular, como vimos en el capítulo II, nos indican que en los tres casos los surcos que discurren a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  son más altos que los alineados en la [110], lo cual coincide con la tendencia general observada en las capas heteroepitaxiales de InGaAs depositadas a 500 °C.<sup>[71,72,77]</sup>

Como ya hemos dicho, la evolución que presenta la intensidad de luz dispersada durante el crecimiento de las tres muestras es la misma a grandes rasgos, porque en todos los casos corresponde al desarrollo de una morfología de surcos entrecruzados. Sin embargo, en la figura III.10 se observan diferencias muy claras en cuanto a la

evolución concreta de la señal de luz dispersada para cada velocidad de crecimiento, lo que nos indica que el desarrollo de dicha morfología depende de la velocidad de crecimiento.

Así, el aumento en la intensidad de luz dispersada y por lo tanto en la rugosidad de la superficie en la dirección [110] es más rápido cuanto menor es la velocidad de crecimiento, y esto nos indica que la morfología de surcos entrecruzados en esa dirección evoluciona más deprisa a velocidades de crecimiento menores. Ahora bien, la señal LLS relativa a la muestra depositada a 0,2 MC/s presenta un máximo al espesor de 140 nm, y partir de ahí disminuye. A primera vista, este comportamiento parecería indicar que la superficie de esta muestra comienza a aplanarse a partir de ese espesor y, sin embargo, esto no es cierto y dicho máximo es en realidad un artefacto debido a la configuración geométrica del montaje empleado para realizar las medidas de dispersión de luz *in situ*. Tal y como se expuso en el apartado II.2.3, con la configuración que utilizamos se obtiene información acerca de la rugosidad de la superficie con sensibilidad máxima para tamaños laterales de  $l = 0,83 \mu\text{m}$  o, expresado en frecuencias espaciales, de  $|\mathbf{K}| = 7,6 \mu\text{m}^{-1}$ . Por otro lado, se sabe que las morfologías de surcos entrecruzados evolucionan con el espesor hacia superficies con surcos cada vez más altos y con distancias promedio entre ellos cada vez mayores.<sup>[11,71,74]</sup> Por consiguiente, durante el crecimiento de la capa depositada a 0,2 MC/s el tamaño lateral más característico de la rugosidad presente en la superficie se hace cada vez mayor y se aleja cada vez más del tamaño  $l = 0,83 \mu\text{m}$ , por lo que, aun sin dejar de aumentar la rugosidad de la superficie, el valor de intensidad de luz dispersada detectado puede disminuir.

La figura III.11 muestra las funciones de densidad espectral de potencias de las superficies finales de las capas de 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositadas a 0,2 y 0,5 MC/s, obtenidas a partir de medidas *ex situ* de dispersión de luz con resolución angular. Tal y como lo indicaban las medidas *in situ*, ambas superficies presentan una morfología de surcos entrecruzados. Esta figura puede ayudar a comprender por qué decrece la intensidad de luz dispersada cuando la rugosidad de la superficie está aumentando. En la figura aparecen las dos componentes unidimensionales de la función PSD a lo largo de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie, que son las componentes características de la morfología de surcos entrecruzados. Las medidas LLS *in situ* mostradas en la figura III.10 son proporcionales a la evolución de la componente espectral  $|\mathbf{K}| = 7,6 \mu\text{m}^{-1}$  de la función PSD unidimensional a lo largo de la dirección [110], marcada con una doble flecha punteada en la figura. Las cuatro funciones PSD unidimensionales que aparecen en la figura presentan máximos claros que nos indican que la distancia promedio entre surcos está muy bien definida en todos los casos. De la integral de las funciones se puede obtener la rugosidad rms a lo largo de la dirección correspondiente, y de ahí la altura de pico a valle de los surcos, como se explicó en el apartado II.2.2.c. En la figura se incluyen los valores de distancia promedio entre surcos,  $d$ , y rugosidad rms,  $\delta$ , obtenidos a partir de cada componente unidimensional de las funciones PSD. La superficie de la capa depositada a 0,2 MC/s es más rugosa que la de la capa crecida a 0,5 MC/s, ya que la rugosidad rms es mayor en las dos direcciones. Sin embargo, el máximo en la componente de la PSD de dicha superficie a lo largo de la dirección



**Figura III.11:** Componentes unidimensionales a lo largo de las direcciones  $[110]$  de la densidad espectral de potencias de la superficie de las capas de 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  crecidas a 0,2 y 0,5 monocapas por segundo (MC/s), obtenidas a partir de medidas *ex situ* de dispersión de luz con resolución angular. Los símbolos rellenos corresponden a la superficie de la capa depositada a 0,2 MC/s y los símbolos huecos a la capa depositada a 0,5 MC/s.

$[110]$  está muy alejado de la componente espectral detectada con nuestro montaje experimental, de manera que el valor concreto de dicha PSD en  $|\mathbf{K}| = 7,6 \mu\text{m}^{-1}$  es inferior al que presenta la PSD de la capa crecida a 0,5 MC/s. Esto explica que, al terminar el crecimiento de las capas de  $\text{InGaAs}$  y tal y como se ve en la figura III.10, la intensidad de luz dispersada por la muestra crecida a 0,5 MC/s supere a la señal LLS procedente de la depositada a 0,2 MC/s aun cuando la rugosidad de la superficie de esta última muestra es mayor. De hecho, la superficie final de la capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  crecida a 0,2 MC/s es muy rugosa, y esto podría explicar que el valor final de intensidad de luz dispersada en la dirección  $[100]$  sea más alto que en las otras muestras, como se observa en las medidas AzLS de la figura III.10.

Por lo tanto, el máximo que aparece en la evolución de la intensidad de luz dispersada durante el crecimiento de la capa depositada a 0,2 MC/s es un signo de que la morfología está evolucionando muy deprisa y, puesto que la señal LLS no presenta máximos en ninguno de los otros dos crecimientos a velocidades mayores (0,5 y 1 MC/s), se confirma que la morfología de surcos entrecruzados en la dirección  $[110]$  se desarrolla más rápidamente cuanto menor es la velocidad de crecimiento.

Los valores de los parámetros que caracterizan las morfologías de surcos entrecruzados correspondientes a las superficies de las tres capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  están recogidos en la tabla III.2. Estos valores han sido calculados a partir de las funciones de densidad espectral de potencias de las superficies obtenidas con la caracterización

de las muestras mediante dispersión de luz con resolución angular, o mediante microscopía de fuerzas. Los datos que aparecen en la tabla corroboran la información extraída de las medidas *in situ*. Así, la altura de pico a valle de los surcos alineados a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  es mayor que la altura de pico a valle de los surcos paralelos a la dirección  $[110]$  en los tres casos,  $h_{[110]} > h_{[1\bar{1}0]}$ , y tanto las distancias promedios entre los surcos paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$  como las alturas de pico a valle de dichos surcos son mayores cuanto menor es la velocidad de crecimiento,  $h_{[110]}(0,2 \text{ MC/s}) > h_{[110]}(0,5 \text{ MC/s}) > h_{[110]}(1 \text{ MC/s})$  y  $d_{[110]}(0,2 \text{ MC/s}) > d_{[110]}(0,5 \text{ MC/s}) > d_{[110]}(1 \text{ MC/s})$ . En cuanto a la morfología en la dirección  $[1\bar{1}0]$ , es decir, la relacionada con los surcos que discurren paralelos a la dirección  $[110]$ , se cumple también que  $h_{[1\bar{1}0]}(0,2 \text{ MC/s}) > h_{[1\bar{1}0]}(0,5 \text{ MC/s}) > h_{[1\bar{1}0]}(1 \text{ MC/s})$  y  $d_{[1\bar{1}0]}(0,2 \text{ MC/s}) > d_{[1\bar{1}0]}(0,5 \text{ MC/s}) > d_{[1\bar{1}0]}(1 \text{ MC/s})$ , de modo que también en este caso la evolución ha sido mayor a menor velocidad de crecimiento. Además, tal y como se ve en la tabla, la distancia promedio entre los surcos paralelos a la dirección  $[110]$  es mayor que la distancia promedio entre los surcos paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$ , y esta es otra característica típica de las morfologías de surcos entrecruzados de las capas heteroepitaxiales de InGaAs depositadas a 500 °C. Por otro lado,  $d_{[1\bar{1}0]} \gg 0,83 \mu\text{m}$  para las tres velocidades de crecimiento estudiadas, y esto sugiere que la evolución de la intensidad de luz dispersada en la dirección  $[1\bar{1}0]$  presentará máximos del mismo tipo que el de la capa depositada a 0,2 MC/s de la figura III.10, como de hecho hemos comprobado para una capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) depositada a 1 MC/s. La presencia de estos máximos en la evolución de la señal LLS en la dirección  $[1\bar{1}0]$  provoca que los valores finales detectados en esa dirección durante las medidas AzLS *in situ* presentadas en la figura III.10 estén invertidos en relación con los valores finales de  $h_{[1\bar{1}0]}$ . Por último, la tabla incluye la rugosidad rms total de la superficie,  $\delta$ , que en estos casos engloba las características en las dos direcciones de la morfología de surcos entrecruzados presente en la superficie. Por supuesto,  $\delta$  disminuye con el aumento de la velocidad de crecimiento.

En definitiva, el desarrollo de las morfologías de surcos entrecruzados depende de la velocidad de crecimiento, como lo demuestran las medidas *in situ* de dispersión de luz, y lo confirma el análisis *ex situ* de las superficies de las heteroestructuras fabricadas. Esta dependencia no puede deberse a diferencias en el ritmo de relajación plástica, puesto que sabemos por las medidas *in situ* de evolución de la tensión expuestas en el apartado III.2 que dichos procesos no dependen de la velocidad de crecimiento. En efecto, hemos caracterizado mediante difracción de rayos X dos de las tres capas cuya morfología ha sido monitorizada *in situ* y hemos comprobado que el estado de tensión es el mismo, y además simétrico en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ . Consecuentemente, el desarrollo de las morfologías de surcos entrecruzados viene determinado por la cinética del crecimiento y, si esto es así, el origen de esta morfología no pueden ser únicamente los escalones y los desplazamientos elásticos en la superficie asociados a las dislocaciones, que sólo dependen de los procesos de relajación plástica, sino que es más probable que su formación responda al modelo que la vincula con la existencia de variaciones locales en la velocidad de crecimiento de la

<b>h</b> (nm)	<b>v<sub>c</sub></b> (MC/s)	<b>d<sub>[110]</sub></b> (μm)	<b>d<sub>[11̄0]</sub></b> (μm)	<b>h<sub>[110]</sub></b> (nm)	<b>h<sub>[11̄0]</sub></b> (nm)	<b>δ</b> (nm)
200	0,2	2,0 ± 0,2	2,6 ± 0,3	10,2	2,8	4,2
200	0,5	0,75 ± 0,05	1,6 ± 0,2	7,3	1,7	3,1
200	1	0,40 ± 0,05*	1,4 ± 0,2*	4,5*	1,1*	1,9*
65	0,2	0,8 ± 0,1	1,0 ± 0,2	2,8	1,4	1,1*
50	0,2	–	–	1,8*	0,7*	0,4*
47	0,5	–	–	1,1*	0,3*	0,3*

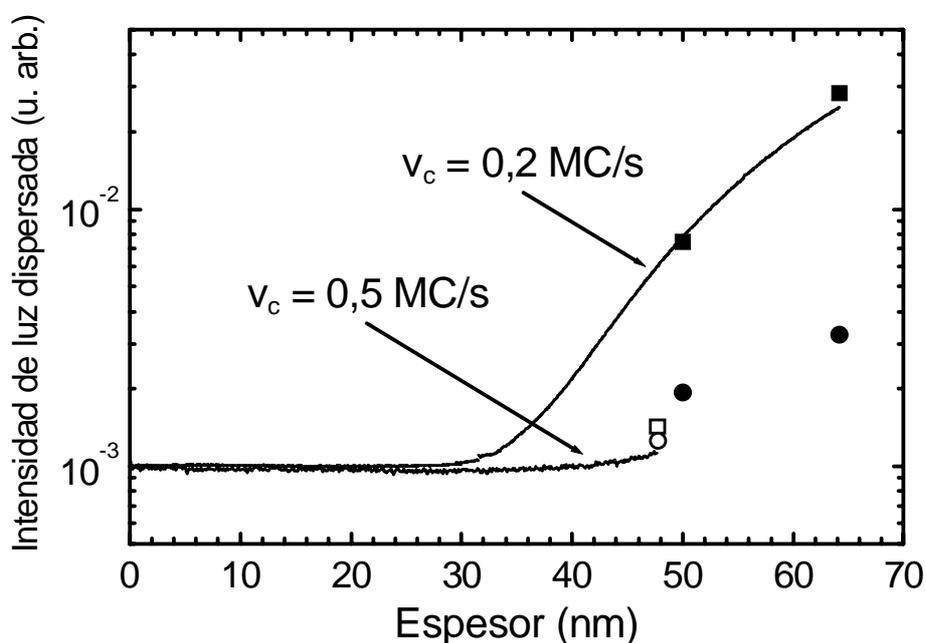
**Tabla III.2:** Valores de los parámetros representativos de la morfología de surcos entrecruzados y de la rugosidad de la superficie, relativos a las capas a las que corresponden las medidas *in situ* de dispersión de luz mostradas en las figuras III.10 y III.12. En la tabla se recogen el espesor de la capa, h; la velocidad a la que fue depositada, v<sub>c</sub>; la distancia promedio entre los surcos que discurren paralelos a la dirección [11̄0] ([110]) de la superficie, d<sub>[110]</sub> (d<sub>[11̄0]</sub>) y su altura promedio de pico a valle, h<sub>[110]</sub> (h<sub>[11̄0]</sub>); y la rugosidad rms de las superficies, δ. La mayor parte de los valores, excepto aquellos marcados con \*, han sido obtenidos a partir de medidas de dispersión de luz con resolución angular. Los valores señalados con \* provienen de la caracterización de las superficies mediante microscopía de fuerzas.

capa epitaxial inducidas por los campos de tensiones producidos por las dislocaciones de desacople. Teniendo en cuenta esta explicación, las variaciones locales serán más importantes cuanto menor sea la velocidad de crecimiento, ya que los átomos de los elementos del grupo III disponen de más tiempo para alcanzar las posiciones de menor tensión (su longitud de difusión aumenta), y la morfología de surcos entrecruzados evolucionará más, en completo acuerdo con nuestros resultados. Además, y puesto que la dirección preferente de difusión en las superficies (001) de semiconductores III-V que presentan la reconstrucción (2×4) es la [11̄0],<sup>[46,47]</sup> los surcos crecerán más en esa dirección, como efectivamente ocurre.<sup>[72]</sup>

En cuanto al espesor al que comienza a formarse la morfología de surcos entrecruzados, en la figura III.10 se observa que el espesor al que despega la intensidad de luz dispersada es superior en los tres casos al espesor crítico de Matthews y Blakeslee, h<sub>MB</sub>, pero inferior al espesor crítico que marca el inicio de la relajación progresiva de la capa, h<sub>r</sub>. Recordemos que, para las capas de In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As/GaAs (001), h<sub>MB</sub> = 5,7-10 nm (de la figura III.2) y h<sub>r</sub> = 53 nm (de la figura III.8 y la ecuación III.24). Asimismo, el comienzo en la subida de la señal LLS tiene lugar a espesores cada vez más bajos para velocidades de crecimiento cada vez menores. Ahora bien, sabemos que esta subida inicial se produce por el arrugamiento de la superficie relacionado con procesos de relajación elástica en estas heteroestructuras (ver figura III.6). Sin embargo, en algún momento la rugosidad de la superficie evolucionará hacia la morfología de surcos entrecruzados que sabemos por las medidas *in situ* de dependencia azimutal de la luz dispersada que está presente en las capas ya a los 100 nm de espesor. Para tratar de determinar el espesor en el que aparece dicha morfología, hemos seguido la evolución de la intensidad de luz dispersada durante el crecimiento de otras tres capas de In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As, depositadas a 0,2 y 0,5 MC/s, y en la subida inicial

de la señal LLS hemos realizado medidas AzLS *in situ* para establecer el espesor en el que la respuesta azimutal de la superficie corresponde al de la morfología de surcos entrecruzados. La figura III.12 muestra los resultados de estas medidas.

En la figura III.12 aparecen las curvas de evolución de la señal LLS en la dirección [110] para dos capas de InGaAs depositadas a 0,2 y 0,5 MC/s y varias medidas AzLS. Las señales han sido normalizadas siguiendo el mismo procedimiento que en el caso de la figura III.10. Tal y como se ve en la figura, detuvimos el crecimiento de la capa depositada a 0,5 MC/s a los 47 nm, cuando la señal de dispersión de luz comenzaba a subir, y la enfriamos rápidamente para congelar la evolución de la morfología. Aun así, parece que a estos espesores pequeños la morfología evoluciona ligeramente, y los puntos que representan los valores finales de intensidad de luz dispersada por la superficie en las direcciones [110] y  $[1\bar{1}0]$  después del enfriamiento son un poco superiores al valor de intensidad final en la curva. Respecto al comportamiento azimutal, la señal en la dirección [110] es superior a la



**Figura III.12:** Evolución de la luz dispersada durante el crecimiento de dos capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  sobre GaAs (001), una de ellas de 47 nm de espesor y depositada a 0,5 monocapas por segundo (MC/s) y la otra de 65 nm de espesor y crecida a 0,2 MC/s. Las medidas han sido tomadas con la dirección [110] de la superficie alineada en el plano de detección. En la figura también se incluyen las medidas *in situ* de dependencia azimutal de la luz dispersada (AzLS), realizadas al finalizar el crecimiento de las capas. Los símbolos rellenos y los símbolos huecos corresponden a las capas depositadas a 0,2 y 0,5 MC/s, respectivamente. Los cuadrados representan la intensidad de luz dispersada cuando la dirección [110] de la superficie se encuentra en el plano de detección y los círculos, la intensidad de luz dispersada con la dirección  $[1\bar{1}0]$  en el plano de detección. Los datos que aparecen en el espesor de 50 nm son datos AzLS que pertenecen a una capa de este espesor, depositada también a 0,2 MC/s, y durante cuyo crecimiento la intensidad de luz dispersada evolucionó tal y como aparece en la figura para la otra capa depositada a esa misma velocidad.

señal en la dirección  $[1\bar{1}0]$ , y al girar la muestra fuera de estas direcciones la señal decrecía pero no tan abruptamente como en el caso de las morfologías de surcos entrecruzados bien definidas. Durante el crecimiento de la capa depositada a 0,2 MC/s, realizamos una interrupción en el crecimiento a los 32 nm, en el inicio del despegue de la señal LLS. En este caso la morfología también progresó un poco durante el enfriamiento de la muestra, aunque como se ve en la figura esta leve evolución no altera el comportamiento de la curva una vez reanudado el crecimiento. La respuesta azimutal de la superficie de esta capa en este espesor, que no aparece en la figura para mostrar con mayor claridad la posterior evolución de la señal LLS, fue idéntica a la de la capa crecida a 0,5 MC/s a los 47 nm. Tras realizar las medidas AzLS *in situ* en esta heteroestructura, volvimos a subir la temperatura a 500 °C para continuar con la deposición de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ . Detuvimos definitivamente el crecimiento a los 65 nm, espesor superior al espesor crítico de relajación progresiva,  $h_r$ . A este espesor, el comportamiento azimutal de la superficie corresponde por completo al de una superficie con morfología de surcos entrecruzados, con la señal en la dirección  $[110]$  superior a la señal en la dirección perpendicular y un decaimiento muy abrupto de la intensidad de luz dispersada en cuanto se gira la muestra y se saca cualquiera de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  fuera del plano de detección. Por último, en la figura se incluyen los datos AzLS finales relativos a otra capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositada a 0,2 MC/s, ésta de 50 nm de espesor, es decir, con  $h < h_r$ , pero para la que la intensidad de luz dispersada ya había experimentado un incremento considerable. La curva de evolución de esta muestra no se presenta en la figura III.12 porque coincide con los primeros 50 nm de la otra capa depositada a la misma velocidad. Las medidas AzLS de esta capa indican claramente la presencia de una morfología de surcos entrecruzados: la luz dispersada está concentrada en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie.

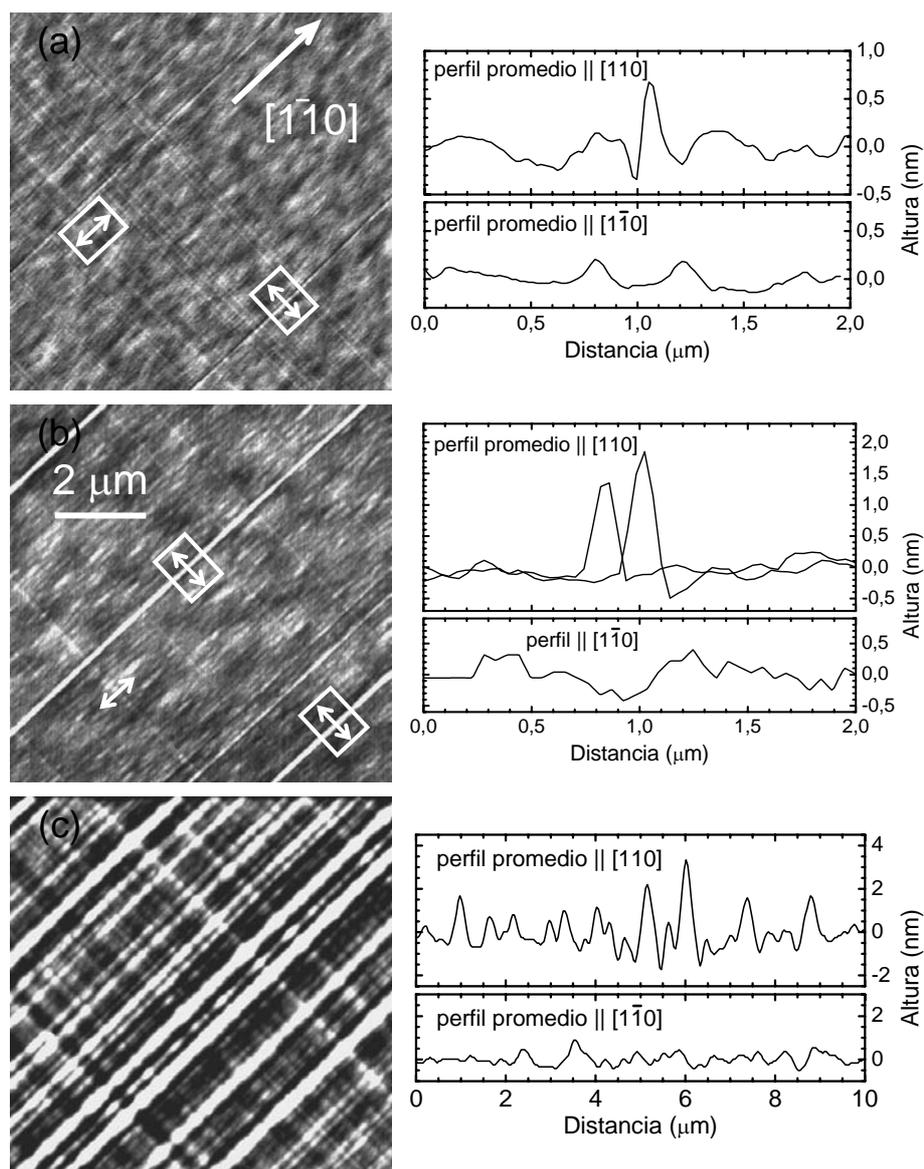
Para garantizar que el estado de relajación de estas tres capas de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  de 47, 50 y 65 nm de espesor se corresponde con el esperado en función del intervalo de espesores en el que se encuentran, las hemos caracterizado *ex situ* mediante difracción de rayos X. La muestra de  $h = 65$  nm ha superado el espesor crítico para que comience la relajación plástica progresiva en la capa y, en efecto, las medidas de rayos X indican una relajación  $R_{(\%)} = 2,5$  %. En realidad, la composición real de esta capa, determinada por estas medidas, es  $x = 0,18$ , que difiere un poco de la composición nominal,  $x = 0,20$ , pero  $h_r(\text{In}_{0,18}\text{Ga}_{0,82}\text{As}) = 59$  nm, por lo que el espesor de la capa está ciertamente por encima de  $h_r$ . En cuanto a las capas de 47 y 50 nm, de composición  $x = 0,17$  y 0,18 respectivamente, todavía no han alcanzado  $h_r$ , y de las medidas de difracción de rayos X se obtiene que  $R_{(\%)} = 0$  %. Esto no significa que no hay ninguna dislocación de desacople presente en estas capas, puesto que ambas han superado el espesor crítico de Matthews y Blakeslee, pero, como ya se comentó en el apartado III.2, la densidad de dislocaciones que puede formarse mediante el mecanismo propuesto por Matthews es tan pequeña que el grado de relajación a que dan lugar no puede ser detectado con las medidas de difracción de rayos X que hemos llevado a cabo en estas heteroestructuras.

Así, los resultados experimentales expuestos en la figura III.12 indican que, una vez superado  $h_r$ , es decir, una vez que han dado comienzo los procesos de nucleación y multiplicación de dislocaciones que producen la relajación progresiva de la capa, la

morfología de surcos entrecruzados está claramente presente en la superficie de los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red pequeña. En cuanto al comportamiento por debajo de dicho espesor  $h_r$ , si la intensidad de luz dispersada ha aumentado de manera considerable la rugosidad de la superficie también presenta las características de la morfología de surcos entrecruzados, pero si la evolución no ha sido tan notoria estas características parecen apuntar aunque no están presentes de manera concluyente todavía. Para completar la información acerca de la topografía, hemos caracterizado las superficies de las tres capas de InGaAs de 47, 50 y 65 nm de espesor mediante microscopía de fuerzas, y las imágenes obtenidas se presentan en la figura III.13.

Analícemos en primer lugar la superficie de las dos capas con  $h < h_r$ . La figura III.13-(a) muestra la superficie de la capa de 47 nm de espesor, depositada a 0,5 MC/s. Recordemos que el crecimiento de esta capa se detuvo cuando la señal de dispersión de luz comenzaba a subir, de manera que, de las tres superficies representadas en la figura III.13, ésta es la que ha experimentado una menor evolución. La figura III.13-(b) corresponde a la superficie de la capa de 50 nm de espesor depositada a 0,2 MC/s, durante cuyo crecimiento la intensidad de luz dispersada ya había experimentado un notable aumento, y por lo tanto corresponde a un estadio posterior en la evolución de la morfología. En ambas imágenes se observa, junto con la rugosidad ondulada y orientada a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  que hemos relacionado con procesos de relajación elástica en las capas (ver apartado III.2.2.b), la presencia de motivos perfectamente rectos y muy largos que discurren a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  de la superficie.

Los motivos rectos paralelos a la dirección  $[110]$  en la superficie de la capa de 47 nm (figura III.13-(a)) poseen 0,3 nm de altura, como puede apreciarse en el perfil promedio colocado a la derecha de la imagen, luego corresponden a un escalón monoatómico de la superficie. Estos motivos son, por tanto, los escalones asociados con la presencia de una dislocación de desacople de tipo  $60^\circ$  en la intercara,<sup>[68]</sup> de las formadas por el mecanismo propuesto por Matthews. Por otro lado, los motivos paralelos a la dirección perpendicular ya no son escalones monoatómicos, son mucho más altos, de hasta 1,1 nm de altura en un perfil promedio que involucra unas 2  $\mu\text{m}$  de distancia. La extrema rectitud de estos motivos y su gran longitud revelan, sin lugar a dudas, que están directamente relacionados con las dislocaciones de desacople de  $60^\circ$  presentes en la intercara, pero en este caso la morfología ha evolucionado con respecto a los escalones monoatómicos iniciales y ha dado lugar a caballones incipientes, cuyo origen se puede justificar con la siguiente explicación. Cuando, mediante el mecanismo de Matthews, se forma una dislocación de desacople en la intercara, da lugar a un escalón en la superficie que lleva asociado un campo no uniforme de tensión, y este campo de tensiones genera un gradiente en el potencial químico de la superficie.<sup>[13,69,71]</sup> Los gradientes de potencial químico constituyen fuerzas termodinámicas que dan lugar al movimiento de los átomos de la superficie desde las regiones de alto potencial hacia las de bajo potencial, que en este caso están a un lado del escalón. Como consecuencia de este flujo de átomos se produce un aumento local en la velocidad de crecimiento de esa zona y se forma un resalte o caballón. Estos caballones son los precursores de la



**Figura III.13:** Imágenes ( $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ ) obtenidas con el microscopio de fuerzas de las superficies de las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  a las que corresponden las medidas *in situ* de dispersión de luz mostradas en la figura III.12: (a) capa de 47 nm de espesor depositada a 0,5 monocapas por segundo (MC/s); (b) capa de 50 nm depositada a 0,2 MC/s; (c) capa de 65 nm depositada a 0,2 MC/s. Todas las imágenes están representadas utilizando la misma escala de alturas. Junto a cada imagen se encuentran los perfiles, simples o promedio, tomados a lo largo de las líneas que aparecen dibujadas sobre las imágenes. Los perfiles relativos a la imagen (c) son perfiles promedio de toda la imagen en las direcciones indicadas.

morfología de surcos entrecruzados. En la tabla III.2 se recogen las alturas, extraídas de los perfiles realizados sobre las imágenes, de los caballones y escalones presentes en

esta superficie en las dos direcciones, así como la rugosidad rms total de la superficie. Puesto que en esta superficie la rugosidad ha comenzado apenas a desarrollarse,  $\delta$  es muy pequeña.

En la superficie de la capa de 50 nm (figura III.13-(b)), encontramos caballones ya bien definidos a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , aunque los paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$  son más altos que los perpendiculares, como muestran los perfiles adyacentes a la imagen de la superficie en la figura III.13-(b). En la tabla III.2 se encuentran los valores de las alturas promedio de los caballones a lo largo de las dos direcciones, junto con el de la rugosidad rms de la superficie, todos ellos superiores a los respectivos valores de la superficie de la muestra de 47 nm, como corresponde a una morfología más desarrollada. Ambas capas heteroepitaxiales, la de 47 y la de 50 nm, poseen un espesor similar, pero sin embargo los estados en la evolución de la morfología son distintos debido a las diferencias en la velocidad de crecimiento, tal y como habíamos obtenido de las medidas *in situ* de dispersión de luz. Cuando la velocidad de crecimiento disminuye, aumenta la longitud de difusión de los cationes en la superficie, de manera que más átomos pueden alcanzar los mínimos en el potencial químico de la superficie, por lo que el proceso de formación de los caballones origen de la morfología de surcos entrecruzados comenzará antes y progresarán más. Además, dado que la longitud de difusión de los cationes en estas superficies durante el crecimiento es mayor en la dirección  $[1\bar{1}0]$ ,<sup>[46-48]</sup> el desarrollo de los caballones es mayor en esa dirección, como lo demuestran las imágenes AFM de estas superficies. Por otro lado, la longitud de difusión de los átomos de In es mayor que la de los átomos de Ga, de manera que es muy probable que estos caballones iniciales, y también los que se encuentran en las superficies que presentan morfologías de surcos entrecruzados completamente desarrolladas, sean más ricos en In que en Ga.<sup>[72]</sup>

En las imágenes de las figuras III.13-(a) y III.13-(b) se observan diferencias en la densidad de escalones y caballones presentes en la superficie a lo largo de las direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$ , que nos indican que la densidad de dislocaciones de desacople en la intercara es distinta en estas dos direcciones. Barnett y sus colaboradores demostraron que, en función de la distribución de las dislocaciones preexistentes en el sustrato y de su vector de Burgers, la densidad de dislocaciones de desacople formadas a partir del mecanismo de Matthews en cada dirección varía mucho.<sup>[20]</sup> Por lo tanto, las diferencias observadas no suponen variaciones en los procesos de relajación de las capas en cada dirección, sino que son un efecto de la región concreta de la capa que hemos caracterizado con el microscopio de fuerzas. De hecho, hemos tomado imágenes en distintas zonas de la superficie, y la densidad de caballones varía enormemente tanto de una imagen a otra como de una dirección a otra. Dado que la densidad de caballones detectada dependerá enormemente de la zona de la superficie, no tiene sentido asignar valores a las distancias promedios entre caballones en estas muestras, y en la tabla III.2 no aparece ningún valor para  $d_{[110]}$  y  $d_{[1\bar{1}0]}$  en estos dos casos. También hemos calculado, a partir de las distintas imágenes realizadas, la relajación promedio que experimenta la capa si se tiene en cuenta la densidad de dislocaciones que revelan los escalones y caballones de la superficie y

hemos obtenido  $R_{(\%)} < 1,5 \%$  y  $R_{(\%)} < 1 \%$  para las muestras de 47 nm y 50 nm de espesor, respectivamente. Estos valores están por debajo de la sensibilidad de las medidas de difracción de rayos X realizadas y dentro de los valores de relajación que pueden ser alcanzados con las dislocaciones de desacople formadas a partir de las dislocaciones procedentes del sustrato mediante el mecanismo de Matthews, así que se confirma que ambas capas de InGaAs están dentro del intervalo de espesores  $h_{\text{MB}} < h < h_r$ .

Una vez superado  $h_r$  las medidas *in situ* de evolución de la morfología indican, como ya se ha dicho, que las epicapas de InGaAs exhiben una morfología de surcos entrecruzados completamente desarrollada. En efecto, la imagen que aparece en la figura III.13-(c) nos muestra la presencia de este tipo de topografía en la superficie de la capa de 65 nm de espesor, con los surcos y caballones perfectamente definidos a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ . Los valores correspondientes a esta superficie de los parámetros que caracterizan este tipo de morfologías están recogidos en la tabla III.2. En las dos capas anteriores, donde  $h < h_r$ , hemos establecido una relación directa y uno a uno entre las dislocaciones en la intercara y los caballones en la superficie. El análisis de los valores de  $d_{[110]}$  y  $d_{[1\bar{1}0]}$  para esta superficie demuestra que, una vez superado  $h_r$ , esto ya no es así. La relajación en esta capa, obtenida de las medidas de difracción de rayos X, es  $R_{(\%)} = 2,5 \%$ , y este valor corresponde a una densidad de dislocaciones de desacople de  $60^\circ$  de  $\rho_d = 1,6 \mu\text{m}^{-1}$ , es decir, la distancia promedio entre dislocaciones es  $0,63 \mu\text{m}$ , y tanto  $d_{[110]}$  como  $d_{[1\bar{1}0]}$  son superiores a este valor. Por lo tanto, ya no existe una relación uno a uno entre las dislocaciones y los caballones de la superficie, debido a que los campos de tensiones que producen las dislocaciones en la superficie solapan al aumentar su densidad, y así se genera un campo promedio de tensiones que es el que gobierna el desarrollo de la morfología de surcos entrecruzados una vez superado  $h_r$ .<sup>[10]</sup> Ahora bien, si ya desde la aparición de las primeras dislocaciones de desacople en la intercara han comenzado a formarse en la superficie caballones a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , que evolucionarán más o menos en función de la velocidad de crecimiento, cuando el espesor de la capa alcanza  $h_r$  la superficie ya ostenta caballones bien desarrollados con una densidad impuesta por la distribución original de dislocaciones en el sustrato. La mayor parte de los caballones que discurren a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  en la superficie de esta capa de 65 nm tienen una altura de pico a valle de unos 2 nm pero, como muestran los perfiles adjuntos a la imagen AFM en la figura III.3-(c), también aparecen caballones mucho más altos, de hasta 4,5 nm. Estos caballones de mayor altura podrían ser los que comenzaron a formarse a partir de la creación de las primeras dislocaciones de desacople en la intercara.

A partir de estos resultados podemos afirmar que, en las capas heteroepitaxiales de InGaAs/GaAs, la morfología de surcos entrecruzados puede comenzar a desarrollarse a partir de la introducción de las primeras dislocaciones de desacople en la intercara, es decir, a partir del espesor crítico de Matthews y Blakeslee, y es la longitud de difusión de los cationes (en general, la cinética del crecimiento) la que determina el espesor concreto en el que comienzan a progresar los caballones. Para

velocidades de crecimiento bajas, esta longitud de difusión es grande y se forman caballones incipientes a espesores muy por debajo de  $h_r$ . Así pues, no son restricciones cinéticas para la formación de las dislocaciones de desacople las que provocan que la formación de la morfología de surcos entrecruzados se retrase con respecto a  $h_{MB}$ , como afirman Pinnington y sus colaboradores,<sup>[13,70]</sup> sino que la barrera la constituyen las limitaciones en la longitud de difusión de los cationes. Por otro lado, Beanland y sus colaboradores alegan que los campos de tensiones generados por las dislocaciones de desacople presentes en la intercara una vez superado  $h_{MB}$  son demasiado débiles para influir en la cinética de crecimiento de la superficie, y que la morfología de surcos entrecruzados sólo puede formarse una vez superado  $h_r$  y comenzados los procesos de multiplicación de dislocaciones, porque estos procesos de multiplicación generan grupos de dislocaciones que quedan en el interior de la capa y por tanto lo suficientemente cerca de la superficie como para modificar localmente el crecimiento.<sup>[11]</sup> Springholz comparte la opinión de que las dislocaciones de desacople no inducen ningún crecimiento preferente en la superficie.<sup>[73]</sup> Según nuestros resultados, los campos de tensiones asociados con las primeras dislocaciones de desacople que se encuentran confinadas en la intercara sí son capaces de modificar el frente de crecimiento, y dan lugar a un aumento local del crecimiento en las zonas de la superficie donde la tensión es menor, que son las zonas adyacentes a los escalones que estas dislocaciones producen en la superficie. Ahí aparecen los caballones con los que se inicia la formación de la morfología de surcos entrecruzados, que se desarrolla plenamente una vez superado  $h_r$  por la contribución del campo de tensiones promedio que generan las dislocaciones. Por último, y aunque ya no haga falta decirlo, queda claro que en el caso de InGaAs/GaAs, los efectos de la cinética del crecimiento son muy importantes en la formación inicial y posterior desarrollo de dicha morfología.

Antes de concluir este apartado, quisiera añadir un comentario relativo a la relación entre el despegue de la señal de dispersión de luz y el inicio de la morfología de surcos entrecruzados. A la vista de las imágenes AFM mostradas en las figuras III.13-(a) y III.13-(b), es evidente que los caballones iniciales de esta morfología conviven con la rugosidad ondulada que hemos relacionado con los procesos de relajación elástica que tiene lugar en estas heteroestructuras. El desarrollo de los dos tipos de rugosidad depende de la velocidad de crecimiento, y en ambos casos una menor velocidad de crecimiento supone un mayor desarrollo. Probablemente, los caballones iniciales de la morfología de surcos entrecruzados empiezan a formarse en cuanto se forman las primeras dislocaciones de desacople, muy dispersas, en la intercara, y su ritmo de evolución está gobernado por la velocidad de crecimiento. En cuanto a la rugosidad responsable de la relajación elástica, el espesor al que comienza a formarse depende de la tensión acumulada en la capa y de la velocidad de crecimiento<sup>[54,55]</sup>, y es la aparición de esta rugosidad la que provoca la subida inicial en la señal LLS, pues en este caso toda la superficie comienza a arrugarse a la vez, y alguna de las componentes de dicha rugosidad tendrá una frecuencia próxima a la que se detecta con las medidas de dispersión de luz *in situ*,  $|\mathbf{K}| = 7,6 \mu\text{m}^{-1}$  (posiblemente sea la envolvente de la ondulación orientada a lo largo de la dirección  $[1 \bar{1} 0]$  que puede verse en la figura III.7, con un tamaño lateral en torno a  $1 \mu\text{m}$  [ $|\mathbf{K}| \cong 6,3 \mu\text{m}^{-1}$ ], la responsable del aumento en la señal LLS). Mientras tanto, los caballones siguen

creciendo y su presencia comienza a contribuir en la intensidad de luz dispersada de manera notable, ya que la frecuencia espacial sondeada con las medidas *in situ* está más próxima a las frecuencias espaciales asociadas con esta morfología que a la frecuencia principal de la rugosidad que produce la relajación elástica ( $|\mathbf{K}| \sim 25 \mu\text{m}^{-1}$  en este último caso). Cuando la altura de los caballones supera la de la rugosidad asociada con la relajación elástica, su contribución en la señal LLS domina por completo a la procedente del otro tipo de rugosidad, y a partir de ahí la evolución de la intensidad de luz dispersada se corresponde completamente con la de la morfología de surcos entrecruzados.

*En resumen, a partir de los estudios in situ de evolución de la morfología que hemos llevado a cabo durante el crecimiento de capas heteroepitaxiales de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) hemos podido establecer que, en este sistema material, el ritmo de desarrollo de la morfología de surcos entrecruzados depende de la velocidad de crecimiento.<sup>[14]</sup> Esto pone de manifiesto la influencia de la cinética del crecimiento en dicho proceso, y por lo tanto apunta en la dirección de que la formación de esta peculiar morfología se debe a variaciones locales en la velocidad de crecimiento de la capa epitaxial inducidas por la presencia en la superficie de campos de tensiones asociados a las dislocaciones de desacople. Por otro lado, hemos podido establecer que la morfología de surcos entrecruzados comienza a desarrollarse a partir de la formación de las primeras dislocaciones de desacople en la intercara (mediante el proceso propuesto por Matthews), cuyos campos de tensiones sí son capaces de modificar localmente el ritmo de crecimiento de la capa.<sup>[14]</sup>*

#### **III.4. Desarrollo de capas adaptadoras del parámetro de red a partir de estudios *in situ* de evolución de la morfología y la relajación**

Como ya se ha comentado en la introducción a esta memoria de tesis doctoral, la incorporación en una misma estructura de capas de materiales con distintas anchuras de la banda prohibida, lo que se ha dado en llamar “ingeniería del ancho de banda”, constituye el pilar fundamental en el que se basan muchos dispositivos electrónicos y optoelectrónicos. Sin embargo, las posibilidades que ofrece esta ingeniería del ancho de banda se ven reducidas porque no es posible cualquier combinación arbitraria de materiales debido a las diferencias entre sus parámetros de red o, dicho de modo más preciso, debido a que los procesos de relajación a través de los cuales se relaja la tensión introducida en las capas por la diferencia de parámetro de red degradan su calidad óptica y electrónica. Una limitación aún más severa la impone el hecho de que, restringiéndonos al empleo de materiales que, con distinta anchura de la banda prohibida, poseen el mismo parámetro de red o uno muy próximo, sólo se dispone de aquellos parámetros de red para los que existen en el mercado substratos con buena calidad óptica, eléctrica y estructural, y cuyo manejo durante el procesado de dispositivos sea viable. Una propuesta muy extendida para superar esta restricción consiste en depositar sobre el sustrato una capa tampón relajada de un material con distinto

parámetro de red que permita la transición entre el parámetro de red del sustrato y el requerido para la fabricación del dispositivo correspondiente, donde esta capa intermedia puede ser tanto una capa de composición constante como una capa cuya composición varía bien de manera gradual o bien de manera escalonada.<sup>[10,65,66,76-80]</sup> Para que estas capas, que hemos denominado capas adaptadoras del parámetro de red, cumplan eficazmente su cometido, el servir de sustrato virtual con el parámetro de red diseñado, es necesario que el grado de relajación de la capa y por lo tanto el parámetro de red final alcanzado puedan ser predichos y elegidos con anterioridad y que las dislocaciones de desajuste implicadas en el proceso de relajación queden confinadas en su interior para evitar la propagación de dislocaciones trepadoras a la zona activa de los dispositivos. Además, las capas han de ser homogéneas y con la superficie plana puesto que, como ya hemos mencionado, la rugosidad se propaga a las intercaras de las capas que constituyen los dispositivos reduciendo su calidad, degrada las características de dichos dispositivos, puede provocar serios problemas tecnológicos durante el procesado de los mismos e incluso puede ocasionar un aumento considerable en la densidad de dislocaciones trepadoras en la capa. Por lo tanto, morfología y relajación representan los dos aspectos fundamentales que es necesario considerar para fabricar capas adaptadoras del parámetro de red de buena calidad.

En este apartado se exponen una serie de estudios realizados *in situ* acerca de cómo influyen las condiciones de crecimiento en la evolución de la morfología y en los procesos de relajación en capas de InGaAs/GaAs, realizados con el propósito de desarrollar un método de crecimiento que permita fabricar capas adaptadoras del parámetro de red óptimas, al menos desde el punto de vista morfológico y de nivel de relajación. Para asegurar una correcta interpretación de los resultados *in situ*, nos hemos limitado al estudio de capas de composición constante, que pueden actuar como capas adaptadoras del parámetro de red por sí mismas o bien formando parte de una capa cuya composición varíe de manera escalonada. Aunque en principio parece que en las capas en las que la composición varía de manera gradual se reduce mucho el número de dislocaciones trepadoras, las capas en las que la composición varía de manera escalonada poseen la ventaja de que son más sencillas de fabricar y es necesario depositar menor cantidad de material para alcanzar el parámetro de red deseado.<sup>[78]</sup> En la primera parte del apartado se presentan los resultados relativos a la influencia de la temperatura de crecimiento en el desarrollo de la morfología y en los procesos de relajación en el sistema heteroepitaxial In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As/GaAs (001). En la segunda parte se detalla un proceso de crecimiento, desarrollado a partir de los resultados obtenidos mediante las técnicas de caracterización *in situ*, a través del cual se consiguen capas planas y relajadas de dicho material.<sup>[81]</sup>

#### III.4.1. Influencia de la temperatura en la evolución de la morfología y en los procesos de relajación durante el crecimiento de In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As/GaAs (001)

La morfología característica de los sistemas heteroepitaxiales cuya diferencia de parámetro de red es pequeña,  $\epsilon_0 < |2|$  %, y en concreto del sistema heteroepitaxial In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As/GaAs, es la de patrón de surcos entrecruzados y, tal y como hemos visto

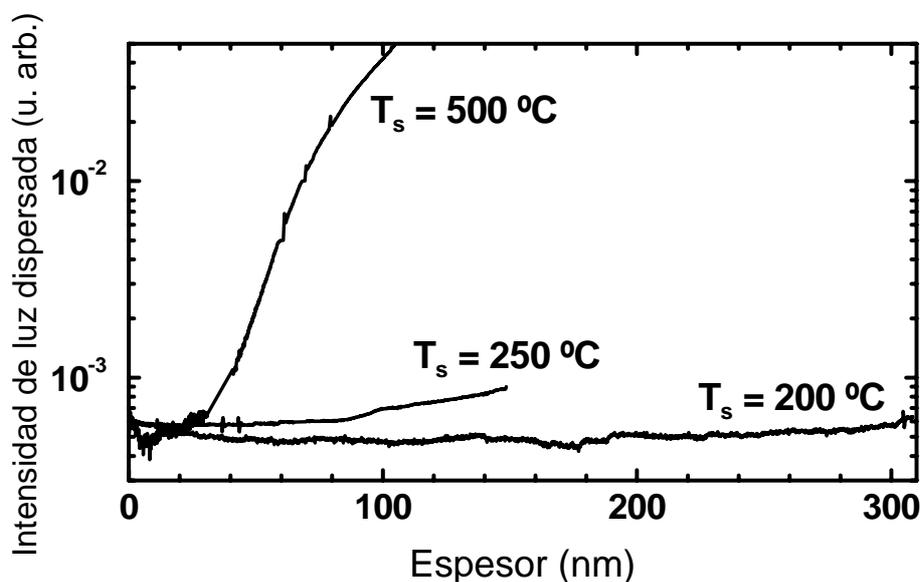
en el apartado III.3, el desarrollo de este tipo de morfología rugosa depende en gran medida de la cinética del crecimiento. En concreto, cuanto mayor es la difusión superficial mayor es la rugosidad que se genera en la superficie de la capa, por lo que para obtener superficies planas conviene depositar las capas en condiciones de crecimiento en las que se reduzca la movilidad de los cationes. Así, la reducción de la temperatura de crecimiento es un buen método para rebajar la rugosidad superficial, como lo demuestran varios trabajos publicados,<sup>[66,71,72,77]</sup> y éste constituye el punto de partida para nuestro estudio de optimización del proceso de crecimiento de capas adaptadoras del parámetro de red. En lo que se refiere a la velocidad de crecimiento, todas las capas relacionadas con este estudio han sido depositadas a 1 MC/s, puesto que la utilización de velocidades de crecimiento menores empeoraría la morfología.

El descenso en la temperatura de crecimiento de las capas podría afectar a los procesos de relajación, pero se ha visto que en las capas de InGaAs, y en general en capas heteroepitaxiales de semiconductores de tipo III-V, la velocidad de deslizamiento de las dislocaciones es lo suficientemente rápida por encima de los 300 °C como para que no existan restricciones cinéticas en los procesos de relajación de capas depositadas a temperaturas superiores a ese valor.<sup>[2,61]</sup> Por otro lado, según la experiencia previa en el Instituto de Microelectrónica de Madrid, en capas depositadas a  $T_s = 250$  °C sí se observa una disminución en el grado de relajación alcanzado por la capa, pero con la aplicación de un tratamiento térmico a las capas una vez crecidas se consiguen los mismos valores de relajación que los obtenidos en capas depositadas a temperaturas más altas. En cualquier caso, en este estudio destinado a mejorar la fabricación de capas adaptadoras del parámetro de red se han abordado tanto la evolución de la morfología como los procesos de relajación, ya que ambos aspectos son fundamentales para obtener una buena capa.

Como acabo de señalar, el primer paso que hemos dado con el objeto de obtener capas con la superficie plana ha sido el de reducir la temperatura de crecimiento. Para poder abordar temperaturas de crecimiento mucho menores que las utilizadas normalmente en la deposición de capas de InGaAs ( $T_s \sim 500$  °C), hemos empleado la técnica de crecimiento epitaxial ALMBE o epitaxia por haces moleculares capa atómica a capa atómica. Como ya se explicó en el capítulo II, el crecimiento mediante la técnica ALMBE precisa de un gran control de la estequiometría superficial durante cada ciclo de pulsado del elemento del grupo V, y para conseguir este control hemos monitorizado el crecimiento de las capas con la técnica *in situ* de reflectancia diferencial o RD. Durante un ciclo de crecimiento por ALMBE, se observan en la señal RD oscilaciones relacionadas con la transición entre una superficie saturada en elemento del grupo III cuando se interrumpe el flujo del elemento del grupo V hasta una superficie enriquecida en el elemento del grupo V cuando se reanuda este flujo. La amplitud de las oscilaciones se relaciona con los niveles de saturación en cada uno de los elementos, que se pueden controlar ajustando el flujo del elemento del grupo V y el tiempo de interrupción de dicho flujo. Para permitir una cierta difusión superficial del catión y garantizar así el crecimiento bidimensional, es necesario que se produzca un enriquecimiento temporal de la superficie en elemento del grupo III pero, por otro lado, un exceso de átomos de elemento del grupo III da lugar a la formación de gotas

metálicas en la superficie y a un aumento muy rápido de la rugosidad, y este problema resulta más delicado cuanto menor es la temperatura de crecimiento. Por lo tanto, los parámetros de crecimiento son especialmente críticos y la deposición de las capas se ha realizado controlando las condiciones de pulsado del elemento del grupo V, As, de manera que la señal RD presente oscilaciones claras en cada ciclo, lo que nos indica que realmente se está produciendo el cambio en la estequiometría superficial que garantiza la movilidad de los cationes, y al mismo tiempo esta señal RD alcance la máxima amplitud posible en presencia del flujo de arsénico, pues esto significa que el crecimiento se está llevando a cabo en condiciones en las que la superficie alcanza la saturación en As en cada ciclo y todos los átomos de elemento del grupo III que tenemos en la superficie se consumen. Antes de depositar las capas de InGaAs hemos seguido siempre, independientemente de la temperatura de crecimiento de estas capas, el procedimiento descrito al comienzo del apartado III.2.2: calentamiento del sustrato por encima de los 620 °C durante 3 minutos para desorber los óxidos presentes en su superficie, y a continuación deposición por MBE a 580 °C de una capa tampón de GaAs de entre 100 y 200 nm para conseguir una buena superficie de partida.

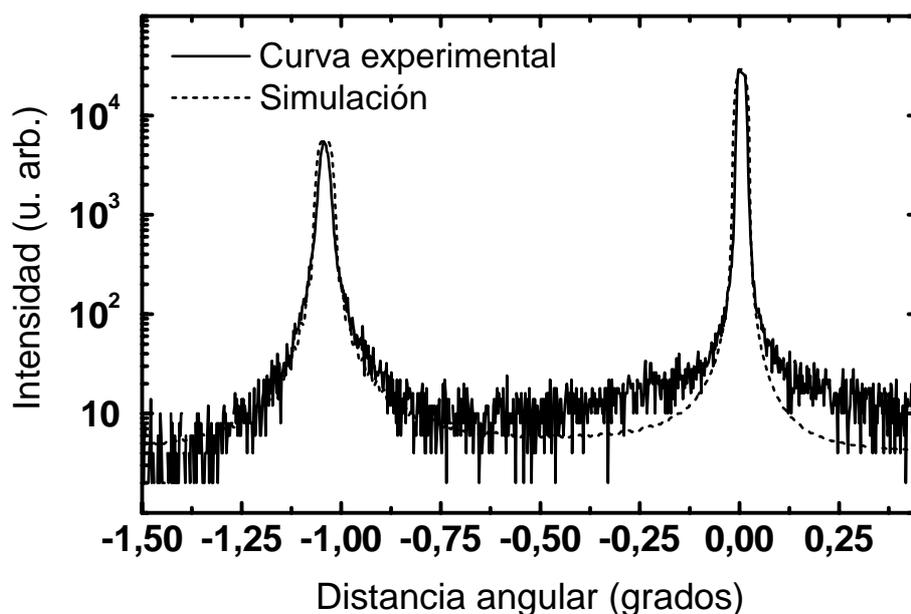
Para encontrar la temperatura más adecuada para la deposición de capas planas de InGaAs, aquella en la que no se desarrolla la rugosidad superficial, hemos depositado capas de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$  a distintas temperaturas y hemos caracterizado la evolución de la morfología superficial durante el crecimiento de cada capa a través de medidas de dispersión de luz *in situ*, que permiten detectar rugosidades en el intervalo de tamaños laterales característico de la morfología de surcos entrecruzados. En la figura III.14 se representa, como ejemplo, la evolución de la intensidad de luz dispersada, o señal LLS, durante el crecimiento de tres capas a temperaturas diferentes,  $T_s = 500$  °C,  $T_s = 250$  °C



**Figura III.14:** Evolución de la intensidad de luz dispersada durante el crecimiento de varias capas de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) mediante MBE y ALMBE a distintas temperaturas ( $T_s$ ).

y  $T_s = 200$  °C. El aumento en la intensidad de luz dispersada, que nos indica el arrugamiento de la superficie, es muy rápido en la capa depositada a  $T_s = 500$  °C. Al ir disminuyendo la temperatura de crecimiento, la evolución en la intensidad de luz dispersada es cada vez menor aunque, tal y como se ve en la figura, a temperaturas tan bajas como 250 °C todavía se arruga la superficie. Sin embargo, cuando la temperatura de crecimiento se reduce por debajo de los 200 °C,  $T_s \leq 200$  °C, no se detecta ningún aumento en la señal LLS para capas de hasta 300 nm de espesor, luego ésta puede ser una buena temperatura de crecimiento para conseguir nuestro objetivo.

En cuanto al estado de relajación de estas capas crecidas a 200 °C, las hemos caracterizado por difracción de rayos X y también hemos llevado a cabo medidas *in situ* de evolución de la tensión. La figura III.15 muestra los picos de difracción de rayos X, correspondientes a la reflexión (004), de una capa de 300 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  depositada por ALMBE a  $T_s = 200$  °C. Esta reflexión permite determinar  $a_{\perp}$ , el parámetro de red de la capa en la dirección perpendicular a la intercara. La calidad cristalina de la capa es buena aun a pesar de haber sido depositada a tan baja temperatura, como lo demuestra la forma de los picos. Como se ve en la figura, la curva experimental coincide con la obtenida con un programa de simulación dinámica si se considera una capa de  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  de 300 nm de espesor totalmente acoplada al sustrato, es decir, en el régimen pseudomórfico, y cuya composición real

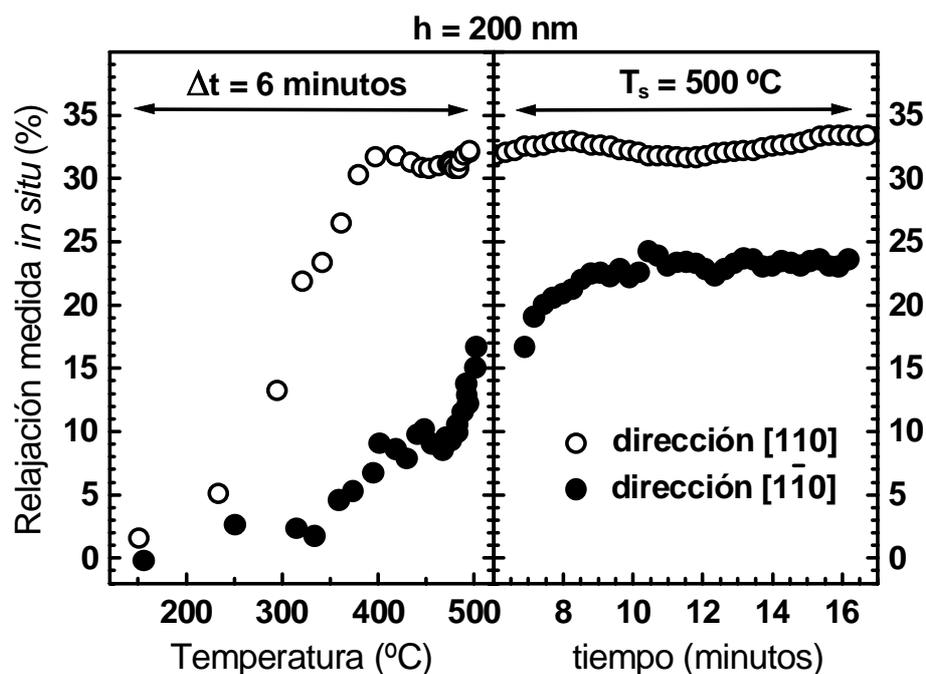


**Figura III.15:** Intensidad de rayos X difractados por un sistema heteroepitaxial compuesto por una capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  de 300 nm depositada por ALMBE a  $T_s = 200$  °C sobre un sustrato de GaAs (001), medida en la reflexión (004) y representada frente a la distancia angular con respecto al pico procedente del sustrato. La línea discontinua corresponde a la simulación de los picos difractados por una capa pseudomórfica de  $\text{InGaAs}$  de 300 nm de espesor, con una composición exacta de In de  $x = 0,21$  e incorporando la curvatura inducida en el sustrato por la tensión a que está sometida la capa, cuyo radio es 4,9 m en este caso.

de In sea  $x = 0,21$ . Tanto el pico del sustrato como el de la capa son más anchos que los picos de difracción de una capa ideal, pero este ensanchamiento se reproduce si se introduce en la simulación la curvatura que induce en el sustrato la tensión a que está sometida la capa, y cuyo radio en este caso es 4,9 m, calculado a partir de la ecuación II.24. Las medidas realizadas en las reflexiones (115), de las que se puede extraer el parámetro de red de la capa en el plano de la intercara,  $a_{\parallel}$ , también ajustan perfectamente con la simulación de una capa pseudomórfica de  $\text{In}_{0,21}\text{Ga}_{0,79}\text{As}$ . Por lo tanto, las medidas de difracción de rayos X indican que, incluso con 300 nm depositados, las capas depositadas a 200 °C están completamente tensadas ( $R_{(\%)} = 0 \%$ ), de lo que se deduce que a esa temperatura los procesos de relajación plásticos están completamente inhibidos. Las medidas *in situ* de evolución de la tensión corroboran este resultado.

Para relajar estas capas depositadas a 200 °C, una vez concluido el crecimiento las hemos sometido a un tratamiento térmico dentro de la propia campana de MBE que consiste en calentar las muestras a  $T_s = 500$  °C y mantenerlas a esta temperatura el mismo tiempo que hemos empleado en depositar la capa de InGaAs. El arsénico de la superficie de las capas de InGaAs no se desorbe a baja temperatura, por lo que, una vez finalizado el crecimiento, el flujo de arsénico se corta. Sin embargo, al subir la temperatura comienza a desorberse, y para evitar que se estropee la superficie se requiere un suministro continuo de arsénico. Así, durante el calentamiento de las muestras se restablecía el flujo de arsénico cuando en el patrón de difracción de electrones aparecía la reconstrucción superficial (4×2), que es un indicativo de que la superficie comienza a enriquecerse en el elemento del grupo III. Por otro lado, en los tratamientos térmicos no se pueden sobrepasar los 500 °C ya que partir de esa temperatura comienza a evaporarse el indio de las capas. Con las técnicas de caracterización *in situ*, hemos monitorizado tanto la evolución de la relajación durante la aplicación de los tratamientos térmicos como la de la morfología.

La figura III.16 muestra la relajación que experimenta en el transcurso de este proceso térmico una capa de 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositada por ALMBE a  $T_s = 200$  °C. Las medidas han sido realizadas en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , para lo cual ha sido necesario depositar dos capas de 200 nm de InGaAs, cada una de ellas sobre un sustrato cortado en forma de viga con el eje largo paralelo a la dirección para la cual se quería determinar la evolución de la tensión. Los valores de relajación se calculan a partir de la tensión acumulada, que es la cantidad directamente observable con las medidas *in situ*, mediante las ecuaciones III.9 y III.12. En la parte izquierda de la figura aparece la evolución de la relajación frente a la temperatura durante el calentamiento de la muestra y en la parte derecha se presenta el comportamiento frente al tiempo una vez alcanzados los 500 °C. El primer valor de relajación que aparece en la figura está por debajo de 200 °C porque, una vez crecidas las capas de InGaAs, las enfriábamos mientras ajustábamos el sistema experimental de medida de tensión. Tal y como se ve en la figura, por debajo de 200 °C las capas están completamente tensadas en las dos direcciones pero, en cuanto se calienta la muestra y se sobrepasa esta temperatura, comienzan los procesos de relajación en ambas. La relajación a lo largo de la dirección [110] se produce de manera muy rápida, y antes de llegar a  $T_s = 500$  °C se satura en un valor en torno al  $33 \pm 2 \%$ . Por el contrario, la relajación en la dirección



**Figura III.16:** Evolución medida *in situ* de la relajación que experimenta una capa de 200 nm de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$  depositada sobre GaAs (001) por ALMBE a  $T_s = 200$  °C durante la aplicación de un tratamiento térmico. Las medidas han sido realizadas a lo largo de las direcciones [110] (símbolos huecos) y [1 $\bar{1}$ 0] (símbolos rellenos). En la parte izquierda de la figura aparece la evolución de la relajación frente a la temperatura durante el calentamiento de la muestra hasta alcanzar 500 °C, y en la parte derecha se representa el comportamiento frente al tiempo mientras se mantiene constante esta temperatura,  $T_s = 500$  °C.

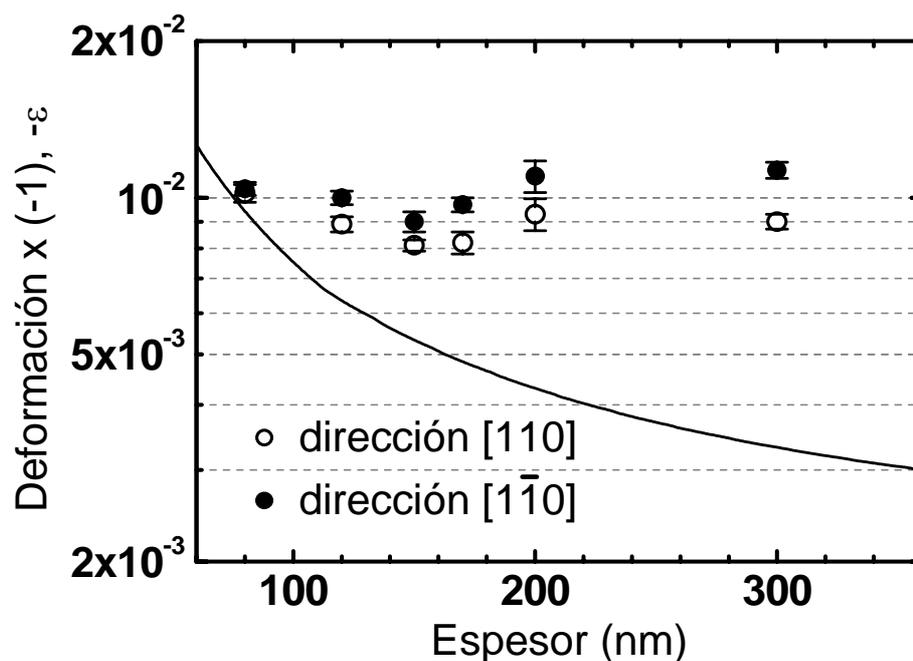
[1 $\bar{1}$ 0] parece presentar distintas etapas que se activan al aumentar la temperatura. Por encima de los 200 °C la relajación evoluciona poco y de manera lenta, y al llegar a 390 °C se observa una meseta que se prolonga hasta los 480 °C, temperatura a partir de la cual se activa un nuevo proceso de relajación que sigue activo una vez alcanzados los 500 °C. Tras cinco minutos a esa temperatura, la relajación en esta dirección también se estabiliza, pero en un valor menor en este caso,  $R_{(\%)} = 24 \pm 3 \%$ .

Así pues, de las medidas representadas en la figura III.16 se puede deducir que el límite a partir del cual se inhiben por completo los procesos de relajación de la capa se encuentra en la temperatura  $T_s = 200$  °C. De hecho, hemos comprobado que, si durante la deposición de una capa a  $T_s = 200$  °C la temperatura del sustrato supera ligeramente este valor, debido al calentamiento provocado por la radiación procedente de las células de efusión, la morfología superficial comienza a evolucionar y las capas se relajan. Por otro lado, nuestros resultados también indican que la relajación que tiene lugar durante el tratamiento térmico es asimétrica, y el valor final alcanzado es mayor en la dirección [110] que en la [1 $\bar{1}$ 0]. Esta asimetría puede estar relacionada con las diferencias que presentan en la velocidad de deslizamiento las dislocaciones de

desacople de  $60^\circ$  de los semiconductores III-V según sean de tipo  $\alpha$  o de tipo  $\beta$ .<sup>[82]</sup> Las dislocaciones de tipo  $\alpha$  se caracterizan porque su núcleo está formado por átomos del elemento perteneciente al grupo III, y tanto en GaAs como en InAs son más rápidas que las dislocaciones de tipo  $\beta$ , cuyo núcleo se compone de átomos del elemento del grupo V.\* En las capas heteroepitaxiales en compresión, las dislocaciones responsables de la relajación en la dirección [110], es decir, las que discurren a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ , son de tipo  $\alpha$ , mientras que en la dirección perpendicular las dislocaciones que aparecen son de tipo  $\beta$ . A alta temperatura, la velocidad de deslizamiento de los dos tipos de dislocaciones es lo suficientemente rápida como para que no afecte al ritmo de relajación, y no aparecen restricciones cinéticas en ninguna dirección. Sin embargo, a temperaturas bajas, en las que sí estamos observando estas restricciones cinéticas, las diferencias en la velocidad de deslizamiento tienen un efecto muy importante, de manera que la relajación asociada a las dislocaciones más veloces, la relajación en la dirección [110], ocurre más rápidamente. Cuando la temperatura es lo suficientemente alta para que la movilidad de las dislocaciones de tipo  $\beta$  sea grande, existe ya en la capa una alta densidad de dislocaciones en la dirección perpendicular que puede bloquear el movimiento de estas dislocaciones y limitar la relajación en esa dirección.<sup>[32,33]</sup>

Por último, hay que señalar que los valores de relajación alcanzados en estas capas tras someterlas al tratamiento térmico son menores que los detectados en capas de InGaAs del mismo espesor y composición depositadas por MBE a  $T_s = 500^\circ\text{C}$ , a pesar de que los dos tipos de capas han permanecido a alta temperatura la misma cantidad de tiempo. Además, aplicar tratamientos térmicos de mayor duración no solucionaría el problema, puesto que, como se ve en la figura III.16, a partir de los cinco minutos a  $T_s = 500^\circ\text{C}$  ya no se observa ninguna evolución en la relajación. Hemos estudiado, en este caso mediante medidas *ex situ* de difracción de rayos X, la dependencia de la relajación obtenida al aplicar los tratamientos térmicos con el espesor de capa depositado. La figura III.17 muestra los valores de deformación del parámetro de red en el plano de la intercara en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  para capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  de distintos espesores depositadas por ALMBE a  $T_s = 200^\circ\text{C}$  y sometidas a un proceso térmico. En la figura también se incluyen los valores de deformación en función del espesor para capas depositadas a alta temperatura, obtenidos a partir de la ecuación III.23 (línea continua). Los datos representados en la gráfica confirman los resultados extraídos de las medidas *in situ* relativos a la asimetría de la relajación en las dos direcciones. En efecto, en todos los casos la relajación es mayor (menor deformación residual) en la dirección [110] que en la  $[1\bar{1}0]$ . Asimismo, la deformación de estas capas crecidas a muy baja temperatura está siempre por encima de la curva correspondiente a la deformación de las capas depositadas a temperatura

\*La velocidad de deslizamiento de las dislocaciones,  $v$ , se puede expresar de la siguiente manera en función de la temperatura,  $T$ , y de la tensión ejercida sobre ellas,  $\sigma_{\text{eff}}$ :  $v = v_0 \sigma_{\text{eff}} \exp(-Q/k_B T)$ . La energía de activación es  $Q = 1,3$  eV para las dislocaciones de tipo  $\alpha$  y  $Q = 1,4$  eV para las de tipo  $\beta$  tanto en el caso de GaAs como en el de InAs. En cuanto a  $v_0$ , su valor es  $v_0(\alpha) = 1,9 \times 10^3$  m/s y en  $v_0(\beta) = 59$  m/s el primer caso, y  $v_0(\alpha) = 5,6 \times 10^4$  m/s y en  $v_0(\beta) = 2,8 \times 10^4$  m/s en el segundo.<sup>[82]</sup>



**Figura III.17:** Valores de deformación del parámetro de red a lo largo de las direcciones  $[110]$  (símbolos huecos) y  $[1\bar{1}0]$  (símbolos rellenos) en capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  de distintos espesores depositadas por ALMBE a  $T_s = 200$  °C y sometidas a tratamientos térmicos. La línea continua representa los valores de deformación en función del espesor para una capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  obtenidos a partir de la ecuación III.23.

alta. Esto podría deberse a que, durante la aplicación de los tratamientos térmicos, existe una única superficie que es la que tiene que proporcionar los sitios de nucleación para la formación de las dislocaciones de desacople, de manera que la cantidad de dislocaciones que se puede introducir en la capa es menor que cuando la relajación tiene lugar durante el crecimiento, donde la superficie se está regenerando continuamente. De hecho, tal y como se observa en la figura, los valores de deformación alcanzados en las capas tras los tratamientos térmicos son aproximadamente los mismos para cada dirección, independientemente del espesor de la capa, como si la densidad de dislocaciones que pueden nuclear a partir de una única superficie fuera siempre la misma, sin importar la tensión acumulada en la capa.

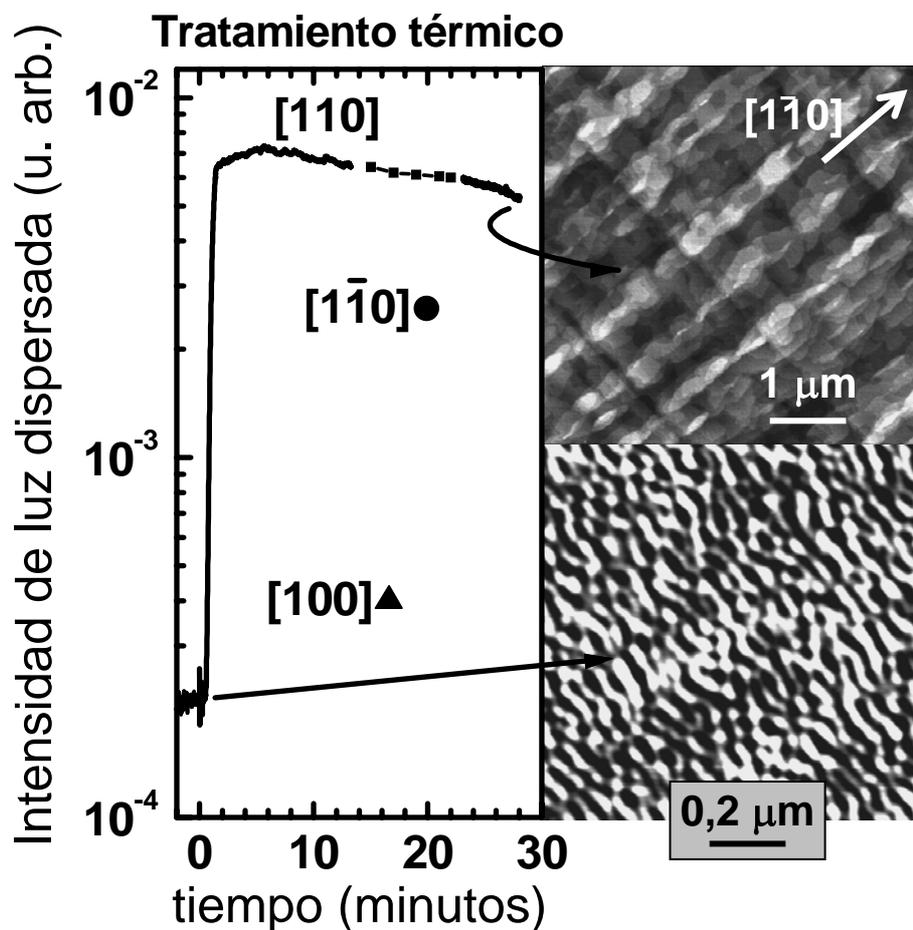
En cuanto a la evolución de la morfología con los tratamientos térmicos, la figura III.18 muestra la evolución de la intensidad de luz dispersada durante la aplicación de dicho proceso a una capa de 300 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositada por ALMBE a  $T_s = 200$  °C. Las medidas han sido realizadas con la dirección  $[110]$  de la superficie en el plano de detección, pero una vez estabilizada la señal en esta dirección también hemos analizado *in situ* la dependencia azimutal de la luz dispersada. Durante la deposición previa de la capa de InGaAs la intensidad de luz dispersada no experimentó aumento ninguno. A la derecha de la gráfica, se muestran en esta figura las imágenes obtenidas mediante microscopía de fuerzas de las superficies de dos capas idénticas de InGaAs

antes (parte inferior) y después (parte superior) de aplicar el tratamiento térmico.

Pese a que las medidas *in situ* de dispersión de luz no detectaron el desarrollo de ninguna rugosidad durante el crecimiento, la caracterización posterior de la morfología mediante microscopía de fuerzas revela la presencia en la superficie de ondulaciones muy bien definidas y orientadas a lo largo de la dirección [110], como se aprecia en la imagen de la parte inferior derecha de la figura III.18. Estas ondulaciones poseen una altura aproximada de unos 4,6 nm y una periodicidad muy bien definida cuyo valor es 42 nm ( $|\mathbf{K}| = 150 \mu\text{m}^{-1}$ ), muy alejado por lo tanto de los tamaños laterales de rugosidad a los que son sensibles las medidas de dispersión de luz *in situ*, lo que explica por qué no hemos detectado su formación durante el crecimiento. La presencia en la superficie de estas ondulaciones tan bien organizadas indica que la difusión superficial no está en absoluto inhibida durante el crecimiento por ALMBE a  $T_s = 200 \text{ }^\circ\text{C}$ , lo que prueba por otro lado que si en las capas depositadas a esta temperatura no se desarrolla la morfología de surcos entrecruzados durante el crecimiento es debido a que no se forman dislocaciones de desacople en la intercara y no a la falta de movilidad de los átomos en la superficie. Por otro lado, las ondulaciones son paralelas a la dirección [110], de lo que se deduce que ésta es la dirección preferente de difusión superficial en nuestras condiciones de crecimiento a muy baja temperatura, donde la superficie ya no reconstruye en la configuración (2×4) sino que adopta otro tipo de estructuras más ricas en arsénico. Posiblemente en nuestro caso la reconstrucción superficial sea la c(4×4), para la que la dirección preferente de difusión superficial es precisamente la [110],<sup>[48]</sup> aunque no lo podemos asegurar porque el patrón de difracción de electrones que muestran las capas a esta temperatura tiene muy poca intensidad y no se distingue con claridad. En cuanto al origen de esta rugosidad ondulada, lo atribuimos a procesos de relajación elástica en la capa, que en este caso disponen de tiempo suficiente para desarrollarse puesto que los mecanismos de relajación plástica que pudieran competir con ellos están inhibidos.<sup>[1,53]</sup> Teniendo en cuenta la relación entre la altura de las ondulaciones y su periodicidad, esta morfología es capaz de rebajar la energía elástica local de los 5 nm de la capa involucrados en las ondulaciones en un 30 % aproximadamente,<sup>[50]</sup> si bien la reducción representa sólo un 1 % si se considera la energía acumulada en todo el espesor de la capa. Hemos tratado de detectar, a través de medidas *in situ* de evolución de la tensión en la dirección  $[1\bar{1}0]$ , el espesor en el que aparecen estos procesos de relajación elástica, pero las variaciones en la tensión acumulada asociadas con ellos son inferiores a la sensibilidad de nuestro sistema. La tensión acumulada durante la deposición de 300 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  que se mantienen pseudomórficos al sustrato, es enorme, superior a 500 N/m, de modo que la curvatura inducida en el sustrato es muy grande y deforma los haces deflectados. En estas condiciones es imposible detectar una relajación gradual de la tensión acumulada cuyo valor final es menor que 1 %, calculado a partir de la morfología observada en la superficie de esta capa. Dentro del error experimental, las medidas *in situ* de evolución de la tensión indican que la capa de 300 nm permanece pseudomórfica al sustrato, y que en ningún momento tiene lugar un proceso brusco de relajación.

Esta rugosidad ondulada desaparece al someter a la capa al tratamiento térmico. Como se observa en la figura III.18, la morfología experimenta un gran cambio al

aplicar el ciclo térmico. El tiempo  $t = 0$  minutos señala en la gráfica el momento en el que comienza a subir la temperatura del sustrato, y a los cinco minutos ya se ha estabilizado en el valor  $T_s = 500$  °C. Al aumentar la temperatura, se produce un rápido incremento en la señal LLS que indica el desarrollo de rugosidad en el intervalo de tamaños laterales a los que es sensible nuestra configuración experimental de dispersión de luz. Según las medidas de dependencia azimutal de la luz dispersada, realizadas cuando la evolución de la intensidad en la dirección  $[110]$  había cesado, la señal LLS está concentrada en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  y el decaimiento de la



**Figura III.18:** Evolución de la intensidad de luz dispersada por la superficie de una capa de 300 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositada por ALMBE a  $T_s = 200$  °C durante la aplicación de un tratamiento térmico. La curva corresponde a la evolución de la señal con la dirección  $[110]$  de la superficie alineada en el plano de detección, y los puntos discretos a la señal ya estacionaria detectada cuando son las direcciones  $[1\bar{1}0]$  y  $[100]$  las que se encuentran en dicho plano. A la derecha de la gráfica se encuentran las imágenes obtenidas mediante microscopía de fuerzas de las superficies de la capa de InGaAs una vez aplicado el tratamiento térmico (arriba) y de otra capa idéntica a la que no se le ha aplicado dicho tratamiento (abajo). Ambas imágenes están representadas con la misma escala de alturas y en la misma orientación, pero el área de barrido es diferente. La rugosidad rms de la imagen superior es  $\delta = 0,5$  nm y la de la imagen inferior,  $\delta = 1,6$  nm.

intensidad cuando sacamos cualquiera de ellas del plano de detección es muy abrupto. Estos resultados demuestran que la superficie desarrolla una morfología de surcos entrecruzados durante la aplicación del tratamiento térmico, aun a pesar de que el frente de crecimiento está parado. Además, el desarrollo de esta morfología no depende de la velocidad con la que se calienta el sustrato hasta llegar a los 500 °C, pues también hemos realizado tratamientos térmicos subiendo la temperatura de manera más lenta que en el caso de las medidas mostradas en la figura III.18, y el resultado ha sido el mismo.

En la parte superior derecha de la figura III.18 se muestra la imagen obtenida con el microscopio de fuerzas de la superficie de la capa de InGaAs a la que corresponden las medidas de evolución de la intensidad de luz dispersada representadas en la gráfica adyacente. La superficie presenta, en efecto, una clara morfología de surcos entrecruzados, pero es en realidad una superficie muy plana, cuya rugosidad rms total es  $\delta = 0,5$  nm, y en la imagen se resuelven claramente las distintas terrazas separadas por escalones monoatómicos. En este caso, la altura de pico a valle de los surcos es  $h_{[110]} = 1,4$  nm y  $h_{[1\bar{1}0]} = 1$  nm, y la distancia promedio entre surcos adyacentes,  $d_{[1\bar{1}0]} = 0,86$   $\mu\text{m}$  y  $d_{[110]} = 1,2$   $\mu\text{m}$ . Como vemos, la altura de pico a valle de los surcos ya no es tan asimétrica en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  como en el caso de las morfologías de surcos entrecruzados que aparecen en las capas de InGaAs depositadas a alta temperatura. De hecho, hemos realizado medidas de dependencia azimutal de la luz dispersada al finalizar los tratamientos térmicos en muchas capas de InGaAs, y en todos los casos las diferencias entre la intensidad detectada en la dirección  $[110]$  y en la  $[1\bar{1}0]$  son mucho menores que las detectadas en las medidas AzLS realizadas en las capas depositadas por MBE a  $T_s = 500$  °C, e incluso en alguna ocasión la señal en la dirección  $[1\bar{1}0]$  superaba a la señal en la dirección perpendicular.

Así, nuestros resultados indican que, para una capa heteroepitaxial que contiene dislocaciones de desacople, la configuración más estable no es la de superficie plana sino la de superficie con morfología de surcos entrecruzados. Por otro lado, puesto que durante la aplicación del ciclo térmico no estamos llevando a cabo la deposición de nuevo material, no puede haber variaciones locales en la velocidad de crecimiento de la capa epitaxial que potencien el desarrollo de esta morfología, y los efectos asociados con la asimetría en la difusión superficial serán menores, por lo que la superficie final obtenida es mucho más plana y simétrica que en el caso de morfologías de surcos entrecruzados desarrolladas durante el crecimiento. De hecho, en las capas de InGaAs sometidas a tratamientos térmicos existe una correlación entre la densidad de dislocaciones presente en la intercara, calculada a partir de las medidas de difracción de rayos X, y la densidad de escalones de la superficie, obtenida de los perfiles trazados sobre las imágenes AFM de las superficies. Esta correlación podría explicarse considerando que, en estas morfologías de surcos entrecruzados desarrolladas con el frente de crecimiento parado, los escalones y desplazamientos elásticos asociados con las dislocaciones de desacople son los principales responsables de la morfología.<sup>[67,68,73]</sup>

Me gustaría añadir un breve comentario relativo a la reconstrucción superficial de

las capas de InGaAs. Durante la aplicación de los tratamientos térmicos hemos observado, a  $T_s = 500$  °C y en presencia de flujo de arsénico, un tipo de reconstrucción peculiar en la superficie de estas capas. En la dirección [110] el patrón de difracción de electrones presentaba una periodicidad corriente, la  $2\times$ , pero en la dirección  $[1\bar{1}0]$  aparecía una distribución no habitual de las barras de difracción. Se trata de una configuración de periodicidad  $\times 3$  y además asimétrica, donde las dos barras de orden fraccionario del patrón de difracción, las correspondientes a la reconstrucción, están desplazadas hacia el centro de la celda unidad. Una reconstrucción similar, denominada  $(1\times 3)$  asimétrica, o  $(1\times 3)_a$ , ha sido reportada en superficies de InAs (001) en condiciones ricas en arsénico, en las que aparece de manera independiente en un intervalo muy pequeño de temperaturas pero es más frecuente encontrarla coexistiendo con las reconstrucciones  $(2\times 4)$  ó  $c(4\times 4)$ .<sup>[83]</sup> Es muy posible que la reconstrucción  $(2\times 3)_a$  detectada en las capas de InGaAs sea una combinación de la  $(2\times 4)$  y la  $(1\times 3)_a$ , que también coexistan para este material. También hemos observado esta misma reconstrucción en las capas de InGaAs depositadas a alta temperatura, pero sólo durante las interrupciones del crecimiento y con el flujo de arsénico abierto.

Volviendo de nuevo a la relajación y la morfología en las heteroestructuras de InGaAs/GaAs, hemos visto que las capas depositadas a  $T_s = 200$  °C y sometidas a una tratamiento térmico relajan en torno al 25-35 % la deformación del parámetro de red y desarrollan una morfología de surcos entrecruzados, pero ésta es muy tenue y la superficie final es muy plana ( $\delta = 0,5$  nm). Puesto que parece que la morfología de surcos entrecruzados es inevitable en capas epitaxiales con dislocaciones de desacople, independientemente de las condiciones de crecimiento, estas capas en las que ya se ha alcanzado un cierto grado de relajación y que poseen una superficie plana resultan muy adecuadas para proseguir el crecimiento sobre ellas. Además, pudiera ocurrir que el desarrollo de la morfología de surcos entrecruzados durante esta segunda parte del crecimiento fuese muy pequeño porque, gracias a la capa depositada a baja temperatura, la intercara está más lejos de la superficie y los campos de tensiones asociados con las dislocaciones son menores. A continuación se exponen los estudios realizados con objeto de determinar las condiciones más apropiadas para llevar a cabo este crecimiento posterior, y su aplicación a la fabricación de capas adaptadoras del parámetro de red.

#### III.4.2. Optimización del proceso de crecimiento de capas adaptadoras del parámetro de red

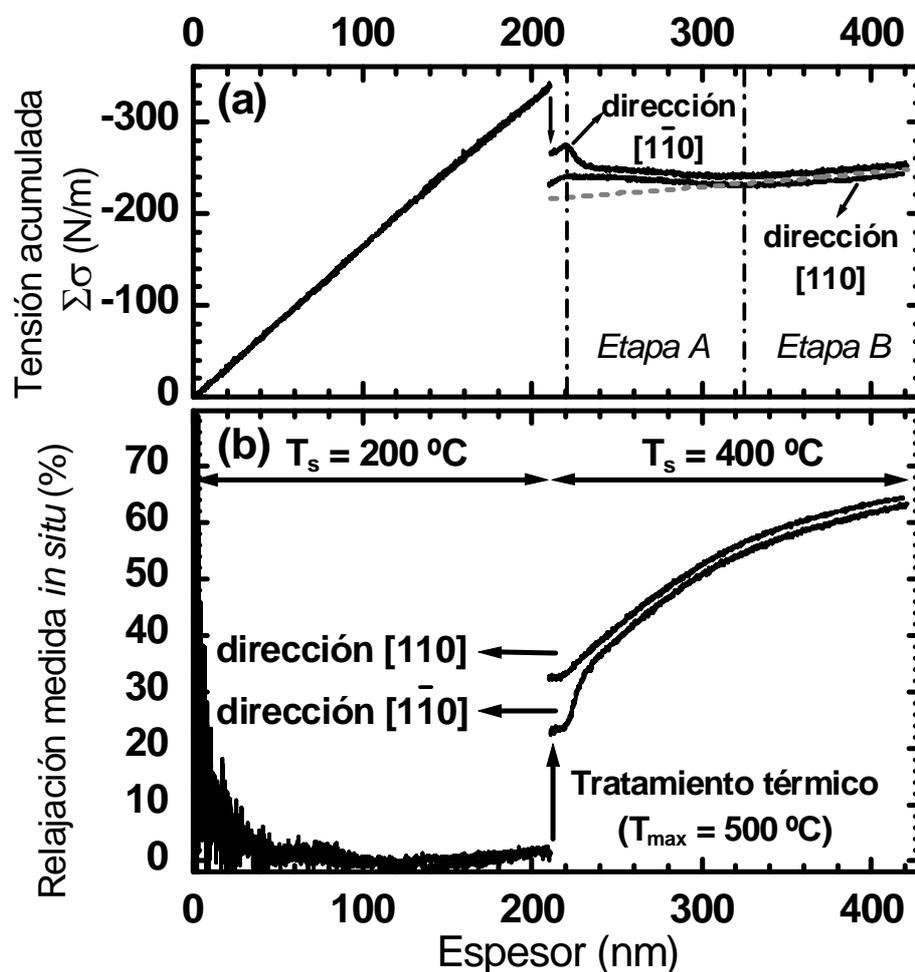
La relajación alcanzada por las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositadas a  $T_s = 200$  °C tras los tratamientos térmicos es menor que la esperada para una capa del mismo espesor depositada en condiciones de crecimiento en las que no interviene ninguna restricción cinética en los procesos de relajación. La deposición de más material tensado provoca en general la relajación de las capas inferiores,<sup>[78]</sup> siempre y cuando los procesos de relajación no estén inhibidos, así que para tratar de mejorar el grado de relajación de dichas capas hemos depositado sobre ellas de nuevo  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ , bien por MBE a  $T_s =$

500 °C o bien por ALMBE a  $T_s = 400$  °C. De nuevo, tanto la evolución de la relajación como la de la morfología han sido monitorizadas durante el crecimiento de estas capas.

La figura III.19 muestra la evolución de la relajación en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  durante el crecimiento de estas capas mixtas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001). En concreto, la estructura de las capas a las que corresponde la figura consiste en 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositados por ALMBE a  $T_s = 200$  °C y sometidos a un tratamiento térmico, que llamaremos capa LTT, y otros 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositados también por ALMBE pero esta vez a  $T_s = 400$  °C, que denominaremos capa HT. La figura III.19 contiene el comportamiento de la relajación durante las dos etapas de crecimiento de la capa, a  $T_s = 200$  °C y a  $T_s = 400$  °C, y la evolución detallada durante el tratamiento térmico está representada en la figura III.16. La gráfica colocada en la parte superior de la figura, gráfica (a), muestra la evolución de la tensión acumulada,  $\Sigma\sigma$ , que es la cantidad observable de manera directa con las medidas *in situ*, y en la parte inferior, gráfica (b), se presentan los valores de relajación calculados a partir de esta tensión acumulada. Puesto que las medidas en las dos direcciones pertenecen a dos muestras diferentes cuyas capas de InGaAs presentan pequeñas diferencias en la composición, los valores de tensión acumulada están escalados a una composición  $x = 0,2$  en ambos casos para así facilitar la comparación entre ellos. Por supuesto, los valores de composición y relajación final en estas capas obtenidos de las medidas *in situ* están en total acuerdo con los extraídos de la caracterización posterior de las muestras mediante difracción de rayos X.

Tal y como se observa en la figura III.19-(a), durante el crecimiento de los 200 nm de InGaAs a  $T_s = 200$  °C la tensión acumulada aumenta de manera lineal con el espesor en las dos direcciones, como corresponde a una capa en el régimen pseudomórfico de crecimiento. El tratamiento térmico provoca, como ya hemos visto, una relajación asimétrica en estas capas LTT y, en efecto, los valores de tensión acumulada y de relajación tras dicho tratamiento son diferentes en cada dirección. Sin embargo, durante la deposición de la siguiente capa a alta temperatura esta asimetría desaparece. Nada más comenzar esta segunda etapa del crecimiento, la relajación a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  experimenta un aumento brusco hasta llegar al mismo valor que la relajación en la dirección perpendicular. A partir de ahí, ambas direcciones presentan el mismo comportamiento, en el que podemos distinguir, atendiendo a la evolución de la tensión acumulada, dos etapas. La primera etapa, o etapa A, abarca entre 220 y 325 nm, y en ella la pendiente de la tensión acumulada es negativa, decrece con el espesor. En la segunda etapa, o etapa B, que va de 325 nm en adelante,  $\Sigma\sigma$  se incrementa al aumentar el espesor de capa depositado. El comportamiento de la tensión acumulada en la etapa A indica un ritmo de relajación muy rápido, mayor que en el caso de las capas crecidas de manera continua por MBE a  $T_s = 500$  °C, donde la pendiente de  $\Sigma\sigma$  no se hace negativa en ningún momento (ver figura III.3). Las capas LTT no alcanzan, como se expuso en el apartado anterior, los valores de relajación que les corresponden por su espesor y composición, o dicho de otro modo, por la cantidad de energía elástica que acumulan, y atribuimos esta limitación a la existencia de una única superficie a partir de la cual habrían de nuclear las dislocaciones de desacople. Al depositar sobre ésta una nueva capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ , proporcionamos nuevas

superficies en las que pueden formarse las dislocaciones, que rápidamente comienzan a hacerlo para tratar de eliminar el exceso de energía elástica acumulada, y de esta manera el ritmo de relajación aumenta. Cuando la capa ha conseguido reducir este exceso en parte, los mecanismos de interacción entre dislocaciones comienzan a intervenir, el ritmo de relajación se retarda y la pendiente de  $\Sigma\sigma$  se vuelve positiva, lo que marca el inicio de la etapa B. En este caso, los mecanismos que intervienen en la



**Figura III.19:** Evolución, determinada *in situ*, de la relajación que experimentan durante el proceso completo de crecimiento las capas mixtas compuestas por 200 nm de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$  depositados por ALMBE a  $T_s = 200\text{ °C}$  y sometidos a un tratamiento térmico (la evolución detallada de la señal en esta parte aparece en la figura III.16) y otros 200 nm de  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$  depositados por ALMBE a  $T_s = 400\text{ °C}$ . Las medidas han sido realizadas en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ . En la gráfica de la parte superior de la figura, gráfica (a), se muestra la cantidad obtenida directamente de las medidas *in situ*, la tensión acumulada  $\Sigma\sigma$ , y en la de la parte inferior, gráfica (b), los valores de relajación calculados a partir de esta tensión acumulada. Las líneas punteadas en la gráfica (a) delimitan las dos etapas que presenta la evolución de  $\Sigma\sigma$  durante el crecimiento de la capa a alta temperatura. La línea discontinua corresponde a los valores de tensión acumulada calculados a partir de la ecuación III.23.

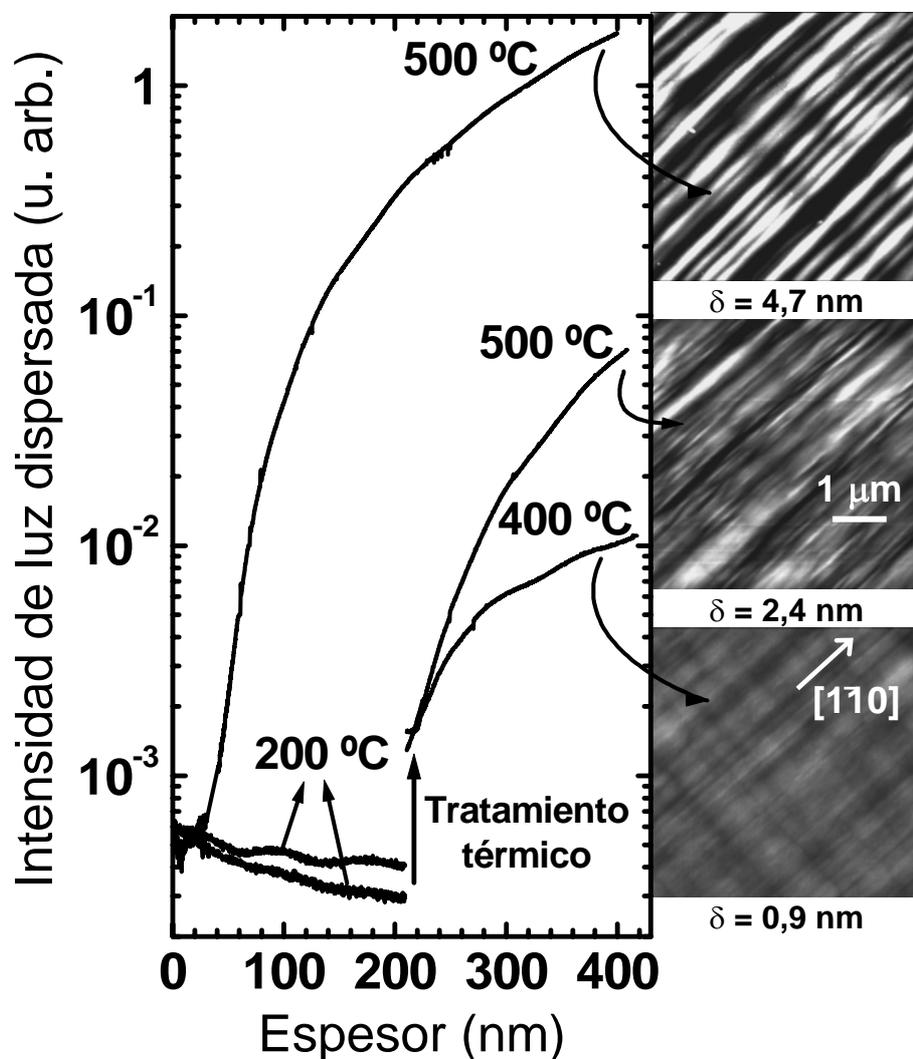
relajación de la capa son la formación de nuevas dislocaciones y la interacción entre ellas, los mismos que durante la última etapa en el caso de las capas crecidas de manera continua por MBE. Análogamente, la evolución de la tensión acumulada en esta etapa se puede describir utilizando la ecuación III.23 (línea discontinua en la figura III.19). Si la segunda parte del crecimiento se lleva a cabo por MBE a  $T_s = 500$  °C, el comportamiento de la relajación es el mismo.

Así, durante el crecimiento a alta temperatura de una nueva capa de InGaAs sobre las capas LTT se reducen las asimetrías y limitaciones que presentaba la relajación estas capas, y se obtiene una capa con un valor de relajación alto, simétrico y predecible, es decir, una capa adecuada, en cuanto a la relajación se refiere, para actuar como capa adaptadora del parámetro de red. Nos interesa entonces analizar la morfología de estas capas. La figura III.20 muestra la evolución de la intensidad de luz dispersada durante el crecimiento completo de dos tipos de capas mixtas, una de ellas con la capa HT depositada por MBE a  $T_s = 500$  °C y la otra con la capa HT depositada por ALMBE a  $T_s = 400$  °C. Al igual que en la figura III.19, en la gráfica se representa el comportamiento de la luz dispersada durante las dos etapas de crecimiento de la capa; la evolución detallada durante el tratamiento térmico es similar a la representada en la figura III.18. En la figura también se incluye la evolución de la señal LLS durante el crecimiento por MBE y mediante un proceso convencional de una capa de 400 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ , que denotaré cMBE. En la parte derecha de la figura aparecen las imágenes, obtenidas con el microscopio de fuerzas, de las superficies de estas tres capas.

Las medidas expuestas en la figura III.20 muestran que, durante la deposición de las capas HT, la intensidad de luz dispersada aumenta con el espesor de capa depositado, pero en ambos casos la señal LLS es menor que la perteneciente a la capa cMBE. Además, la evolución es menor en el caso de la capa mixta cuya capa HT ha sido depositada a  $T_s = 400$  °C. Por supuesto, hemos llevado a cabo medidas *in situ* de dependencia azimutal de la luz dispersada, aunque no aparecen en la figura, y en los tres casos el comportamiento se correspondía con el de morfologías de surcos entrecruzados. Tanto en la capa cMBE como en la capa mixta cuya capa HT se ha depositado por MBE a  $T_s = 500$  °C, la señal en la dirección [110] es mucho mayor que la señal en la  $[1\bar{1}0]$ , mientras que la capa mixta con capa HT depositada a 400 °C es más simétrica, aunque también dispersa mayor cantidad de luz en la dirección [110] que en la perpendicular. Según esto, la morfología de surcos entrecruzados progresa en las capas mixtas durante el crecimiento de las capas HT y, lógicamente, su evolución está gobernada por la cinética del crecimiento, de manera que las capas depositadas a menor temperatura, donde la difusión superficial es menor, son más planas. De todos modos, incluso la superficie de la capa mixta cuya capa HT ha sido crecida por MBE a 500 °C es menos rugosa que la de la capa depositada por MBE con un proceso convencional, posiblemente debido a que el tiempo de evolución ha sido menor. Las imágenes AFM de las superficies confirman estos resultados. Las tres superficies presentan morfologías de surcos entrecruzados, y sus valores de rugosidad rms son  $\delta = 4,7$  nm para la capa cMBE,  $\delta = 2,4$  nm para la capa mixta con capa HT depositada a 500 °C y  $\delta = 0,9$  nm para la capa mixta con capa HT crecida por ALMBE a  $T_s = 400$

°C. La relajación de estas tres capas ha sido determinada mediante difracción de rayos X, y se ha obtenido  $R_{(\%)} \approx 70\%$  en los tres casos.

En definitiva, mediante un proceso de crecimiento compuesto por tres etapas, una primera de deposición por ALMBE a  $T_s = 200\text{ °C}$ , el tratamiento térmico subsiguiente



**Figura III.20:** Evolución de la intensidad de luz dispersada durante el proceso completo de crecimiento de las capas mixtas: 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositados por ALMBE a  $T_s = 200\text{ °C}$ , tratamiento térmico de esta capa (la evolución detallada de la señal en esta parte aparece en la figura III.18) y otros 200 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositados bien por ALMBE a  $T_s = 400\text{ °C}$  o bien por MBE a  $T_s = 500\text{ °C}$ . Además, en la gráfica se ha incluido la evolución de la luz dispersada durante el crecimiento por MBE y mediante un proceso convencional de una capa de 400 nm de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ . Las imágenes ( $5\text{ }\mu\text{m} \times 5\text{ }\mu\text{m}$ ) de las superficies de las tres capas, obtenidas con el microscopio de fuerzas, aparecen a la derecha de la imagen, todas ellas representadas utilizando la misma escala de alturas. También se indica la rugosidad rms de cada superficie.

de la capa así depositada y una última etapa de crecimiento a  $T_s = 400$  °C también por ALMBE, hemos obtenido capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  con una morfología muy plana y un alto grado de relajación.<sup>[81]</sup> Así, en cuanto a estos dos aspectos se refiere, estas capas presentan las características apropiadas para su utilización como capas adaptadoras del parámetro de red, y se pueden incorporar como tales en dispositivos que precisen el aumento en el parámetro de red que ellas proporcionan, o bien pueden servir como primer paso para la fabricación de capas adaptadoras de composición escalonada que den lugar a cambios de parámetro de red mayores.

*Resumiendo lo expuesto en este apartado, se ha demostrado que los procesos de relajación plásticos están completamente inhibidos a  $T_s = 200$  °C en el sistema heteroepitaxial  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ , pero no así la difusión superficial. La aplicación de tratamientos térmicos a las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositadas a 200 °C provoca la relajación asimétrica y parcial de las mismas, y al mismo tiempo la superficie desarrolla, aun sin mediar deposición de material, una tenue morfología de surcos entrecruzados, cuya presencia parece por tanto inevitable en capas epitaxiales que contengan dislocaciones de desacople. La deposición sobre las capas depositadas a 200 °C y sometidas a tratamientos térmicos de nuevas capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  a alta temperatura, bien  $T_s = 400$  °C o bien  $T_s = 500$  °C, aumenta el grado de relajación de las capas y elimina las asimetrías, pero también provoca el desarrollo de la morfología de surcos entrecruzados aunque en menor medida si el crecimiento de esta segunda capa se hace a  $T_s = 400$  °C. En cualquier caso, las capas fabricadas mediante este proceso mixto poseen superficies más planas que las obtenidas a partir del crecimiento convencional por MBE.*

### III.5. Conclusiones

A lo largo de este capítulo, hemos visto la utilidad de las técnicas *in situ* y en tiempo real para caracterizar los procesos de relajación y la evolución de la morfología durante el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales, y para estudiar la influencia de las condiciones de crecimiento en dichos procesos. A pesar de que las medidas *in situ* de dispersión de luz láser no proporcionan información cuantitativa de la superficie son muy útiles, si se dispone de alguna información previa acerca de las posibles topografías que pueden surgir, para detectar el desarrollo de rugosidad superficial o la aparición y evolución de determinadas morfologías. Por otro lado, en el apartado III.2 se ha demostrado que las medidas *in situ* de tensión, basadas en la monitorización óptica de los cambios en la curvatura del sustrato, sí ofrecen información cuantitativa acerca de los procesos de relajación en capas heteroepitaxiales.

Las medidas *in situ* de evolución de la tensión nos han permitido establecer la secuencia completa del proceso de relajación de las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) depositadas por MBE en las condiciones de crecimiento habituales para la fabricación de este sistema heteroepitaxial. El proceso de relajación consta de una primera etapa,

de naturaleza elástica y que depende de la velocidad de crecimiento, a la que suceden otras dos etapas en las que la capa se relaja plásticamente y que ya no dependen de dicha velocidad. En la primera etapa, y gracias a la correlación entre las medidas *in situ* de tensión y de evolución de la morfología, hemos podido establecer que parte de la tensión se relaja de manera elástica mediante la formación de rugosidad superficial. Los mecanismos involucrados en las etapas plásticas son la formación de nuevas dislocaciones de desacople en la intercara y la interacción entre ellas, y considerando estos dos mecanismos hemos elaborado un modelo sencillo que describe de manera muy acertada la evolución de la deformación de la capa en función de su espesor una vez iniciados dichos procesos. A partir del ajuste de los datos experimentales obtenidos de las medidas *in situ* con este modelo hemos obtenido la energía de formación de una dislocación de desacople por unidad de longitud,  $\xi_0 = 3,4 \times 10^{-8}$  J/m, y el radio de alcance de la interacción entre dislocaciones,  $l_{\text{int}} = 0,6 \times h$ .

A partir de las medidas *in situ* de dispersión de luz hemos seguido el desarrollo de la morfología de surcos entrecruzados en capas heteroepitaxiales de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  sobre GaAs (001) depositadas por MBE en condiciones de crecimiento diversas, y de ahí hemos podido establecer que, en este sistema material, el ritmo de desarrollo de este tipo de morfología depende en gran medida de la cinética del crecimiento. En concreto, a menor velocidad de crecimiento evoluciona más y más rápidamente, y el crecimiento a temperaturas más bajas inhibe su desarrollo. Por otro lado, nuestros resultados indican que la morfología de surcos entrecruzados comienza a desarrollarse, si la cinética del crecimiento lo permite, a partir de la formación de las primeras dislocaciones de desacople en la intercara, cuyos campos de tensiones sí son capaces de modificar localmente el ritmo de crecimiento de la capa. Además, también hemos detectado la aparición de morfologías de surcos entrecruzados, aunque muy tenues, al provocar la relajación de capas tensadas mediante la aplicación de tratamientos térmicos y sin que hubiera crecimiento de por medio, lo que demuestra que la presencia de esta morfología resulta inevitable en capas epitaxiales que contengan dislocaciones de desacople.

Por último, hay que señalar que, gracias a los estudios *in situ* de evolución de la morfología y los procesos de relajación, hemos desarrollado un proceso de crecimiento que nos ha permitido obtener capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  con una superficie muy plana,  $\delta = 0,9$  nm, y un alto grado de relajación,  $R_{(\%) } = 70$  %, lo que representa una mejora considerable si se las compara con capas similares fabricadas por MBE mediante un proceso convencional ( $\delta = 4,7$  nm,  $R_{(\%) } = 73$  %).

## **Bibliografía**

- <sup>[1]</sup> J. Tersoff y F. K. LeGoues, *Competing relaxation mechanisms in strained layers*, Phys. Rev. Lett. **72**, 3570 (1994).
- <sup>[2]</sup> D. J. Dunstan, *Review: Stress and strain relaxation in semiconductors*, J. Mater. Sci.: Mater. Electron. **8**, 337 (1997).

- [3] A. G. Cullis, D. J. Robbins, A. J. Pidduck y P. W. Smith, *The characteristics of strain-modulated surface undulations formed upon epitaxial  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  alloy layers on Si*, J. Cryst. Growth **123**, 333 (1992).
- [4] J. A. Floro, E. Chason, R. D. Twisten, R. Q. Hwang y L. B. Freund, *SiGe coherent islanding and stress relaxation in the high mobility regime*, Phys. Rev. Lett. **79**, 3946 (1997).
- [5] A. Trampert, E. Tournié y K. H. Ploog, *Novel plastic strain-relaxation mode in highly mismatched III-V layers induced by two-dimensional epitaxial growth*, Appl. Phys. Lett. **66**, 2265 (1995).
- [6] F. C. Frank y J. H. van der Merwe, *One dimensional dislocations. II. Misfit monolayers and oriented overgrowth*, Proc. R. Soc. London A **198**, 216 (1949).
- [7] J. W. Matthews y A. E. Blakeslee, *Defects in epitaxial multilayers. I. Misfit dislocations*, J. Cryst. Growth **27**, 118 (1974).
- [8] E. P. O'Reilly y A. R. Adams, *Band-structure engineering in strained semiconductor lasers*, IEEE J. Quantum Electron. **30**, 366 (1994).
- [9] H. Q. Zheng, S. F. Yoon, B. P. Gay, K. W. Mah, K. Radhakrishnan y G. I. Ng, *Optimization of  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{P}/\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}/\text{GaAs}$  high electron mobility transistor structures grown by solid source molecular beam epitaxy*, Mat. Sci. Eng. B **75**, 110 (2000).
- [10] E.A. Fitzgerald, Y.-H. Xie, D. Monroe, P.J. Silverman, J.M. Kuo, A.R. Kortan, F.A. Thiel y B.E. Weir, *Relaxed  $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$  structures for III-V integration with Si and high mobility two-dimensional electron gases in Si*, J. Vac. Sci. Technol. B **10**, 1807 (1992).
- [11] R. Beanland, M. Aindow, T.B. Joyce, P. Kidd, M. Lourenço y P. Goodhew, *A study of surface cross-hatch and misfit dislocations structure in  $\text{In}_{0.15}\text{Ga}_{0.85}\text{As}/\text{GaAs}$  grown by chemical beam epitaxy*, J. Cryst. Growth **149**, 1 (1995).
- [12] M. Albrecht, S. Christiansen, J. Michler, W. Dorsch, H. P. Strunk, P. O. Hansson y E. Bauser, *Surface ripples, crosshatch pattern, and dislocation formation: Cooperating mechanisms in lattice mismatch relaxation*, Appl. Phys. Lett. **67**, 1232 (1995).
- [13] T. Pinnington, C. Lavoie, T. Tiedje, B. Haveman y E. Nodwell, *Surface morphology dynamics in strained epitaxial InGaAs*, Phys. Rev. Lett. **79**, 1698 (1997).
- [14] M. U. González, Y. González, L. González, M. Calleja y J. A. Sánchez-Gil, *In situ laser light scattering studies on the influence of kinetics on surface morphology during growth of  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}/\text{GaAs}$* , J. Appl. Phys. **89**, 2665 (2001).
- [15] I. J. Fritz, B. E. Hammons, A. J. Howard, T. M. Brennan y J. A. Olsen, *Fabry-Perot reflectance modulator for 1.3  $\mu$  from (InAlGa)As materials grown at low temperature*, Appl. Phys. Lett. **62**, 919 (1993).
- [16] N. Rorsman, C. Karlsson, S. M. Wang, H. Zirath y T. G. Andersson, *DC and RF performance of 0.15  $\mu\text{m}$  gate length  $\text{In}_{0.70}\text{Al}_{0.30}\text{As}/\text{In}_{0.20}\text{Ga}_{0.80}\text{As}$  HFETs on GaAs substrate*, Electron. Lett. **31**, 1292 (1995).
- [17] E. A. Fitzgerald, *Dislocations in strained-layer epitaxy: theory, experiment, and applications*, Mater. Sci. Reports **7**, 87 (1991).
- [18] R. Hull y E. A. Stach, *Strain accommodation and relief in GeSi/Si heteroepitaxy*, en *Thin films: heteroepitaxial systems*, (W. K. Liu y M. B. Santos, eds., Series on Directions in Condensed Matter Physics **15**, p. 299, World Scientific Publishing, Singapur, 1999).

- [19] J. W. Matthews, *Accommodation of misfit across the interface between single-crystal films of various face-centred cubic metals*, *Phil. Mag.* **13**, 1207 (1966).
- [20] S. J. Barnett, A. M. Keir, A. G. Cullis, A. D. Johnson, J. Jefferson, G. W. Smith, T. Martin, C. R. Whitehouse, G. Lacey, G. F. Clark, B. K. Tanner, W. Spirkl, B. Lunn, J. C. H. Hogg, P. Ashu, W. E. Hagston y C. M. Castelli, *In situ x-ray topography studies during the molecular beam epitaxy growth of InGaAs on (001) GaAs: effects of substrate dislocation distribution on strain relaxation*, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **28**, A17 (1995).
- [21] C. R. Whitehouse, A. G. Cullis, S. J. Barnett, B. F. Usher, G. F. Clark, A. M. Keir, B. K. Tanner, B. Lunn, J. C. H. Hogg, A. D. Johnson, G. Lacey, W. Spirkl, W. E. Hagston, J. H. Jefferson, P. Ashu, G. W. Smith y T. Martin, *In-situ X-ray imaging of III-V strained-layer relaxation processes*, *J. Cryst. Growth* **150**, 85 (1995).
- [22] R. Beanland, *Multiplication of misfit dislocations in epitaxial layers*, *J. Appl. Phys.* **72**, 4031 (1992).
- [23] P. M. J. Marée, J. C. Barbour, J. F. van der Veen, K. L. Kavanagh, C. W. T. Bulle-Lieuwma y M. P. A. Vieggers, *Generation of misfit dislocations in semiconductors*, *J. Appl. Phys.* **62**, 4413 (1987).
- [24] E. A. Fitzgerald, G. P. Watson, R. E. Proano, D. G. Ast, P. D. Kirchner, G. D. Pettit y J. M. Woodall, *Nucleation mechanisms and the elimination of misfit dislocations at mismatched interfaces by reduction in growth area*, *J. Appl. Phys.* **65**, 2220 (1989).
- [25] J. Zou y D. J. H. Cockayne, *Nucleation of semicircular misfit dislocation loops from the epitaxial surface of strained-layer heterostructures*, *J. Appl. Phys.* **79**, 7632 (1996).
- [26] R. Beanland, *Dislocations mechanisms in low-misfit strained epitaxial layers*, *J. Appl. Phys.* **77**, 6217 (1995).
- [27] C. Fontaine, J. P. Gailliard, S. Magli, A. Million y J. Piagnet, *Relaxation of stresses in CdTe layers grown by molecular beam epitaxy*, *Appl. Phys. Lett.* **50**, 903 (1987).
- [28] V. Drigo, A. Aydinli, A. Carnera, F. Genova, C. Rigo, C. Ferrari, P. Franzosi y G. Salviati, *On the mechanism of strain release in molecular-beam-epitaxy-grown  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  single heterostructures*, *J. Appl. Phys.* **66**, 1975 (1989).
- [29] D. J. Dunstan, S. Young y R. H. Dixon, *Geometrical theory of critical thickness and relaxation in strained-layer growth*, *J. Appl. Phys.* **70**, 3038 (1991).
- [30] B. W. Dodson y J. Y. Tsao, *Relaxation of strained-layer semiconductor structures via plastic flow*, *Appl. Phys. Lett.* **51**, 1325 (1987).
- [31] B. W. Dodson, *Work hardening and strain relaxation in strained-layer buffers*, *Appl. Phys. Lett.* **53**, 37 (1988).
- [32] L. B. Freund, *A criterion for arrest of a threading dislocation in a strained epitaxial layer due to an interface misfit dislocation in its path*, *J. Appl. Phys.* **68**, 2073 (1990).
- [33] V. T. Gillard, W. D. Nix y L. B. Freund, *Role of dislocation blocking in limiting strain relaxation in heteroepitaxial films*, *J. Appl. Phys.* **76**, 7280 (1994).
- [34] D. González, D. Araújo, G. Aragón y R. García, *Work-hardening effects in the lattice relaxation of single layer heterostructures*, *Appl. Phys. Lett.* **71**, 2475 (1997).
- [35] D. González, D. Araújo, G. Aragón y R. García, *Critical thickness for the saturation state of strain relaxation in the InGaAs/GaAs systems*, *Appl. Phys. Lett.* **72**, 1875 (1998).

- [36] J. A. Floro, E. Chason, S. R. Lee, R. D. Twisten, R. Q. Hwang y L. B. Freund, *Real-time stress evolution during  $Si_{1-x}Ge_x$  heteroepitaxy: dislocations, islanding, and segregation*, J. Electron. Mater. **26**, 969 (1997).
- [37] E. A. Stach, R. Hull, R. M. Tromp, M. C. Reuter, M. Copel, F. K. LeGoues y J. C. Bean, *Effect of the surface upon misfit dislocation velocities during the growth and annealing of SiGe/Si (001) heterostructures*, J. Appl. Phys. **83**, 1931 (1998).
- [38] R. Beresford, K. Tetz, J. Yin, E. Chason y M. U. González, *Metastability of InGaAs/GaAs probed by in situ optical stress sensor*, J. Vac. Sci. Technol. B **19**, 1572 (2001).
- [39] M. U. González, Y. González y L. González, *Study of the relaxation process during InGaAs/GaAs (001) growth from in situ real-time stress measurements*, aceptado para su publicación en Appl. Phys. Lett.
- [40] M. U. González, Y. González y L. González, *In situ detection of an initial elastic relaxation stage during growth of  $In_{0.2}Ga_{0.8}As$  on GaAs(001)*, Appl. Surf. Sci. **188**, 128 (2002).
- [41] P. Kidd, P. F. Fewster, N. L. Andrew y D. J. Dunstan, *Critical thickness phenomena: the distinction between the existence of interfacial dislocations and significant lattice relaxation*, Inst. Phys. Conf. Ser. **134**, 585 (1993).
- [42] A. J. Pidduck, D. J. Robbins, A. G. Cullis, W. Y. Leong y A. M. Pitt, *Evolution of surface morphology and strain during SiGe epitaxy*, Thin Solid Films **222**, 78 (1992).
- [43] F. Peiró, A. Cornet, M. Beck y M. A. Py, *Stress relaxation by surface rippling and dislocation generation in mismatched channels of InGaAs/InAlAs/InP high-electron-mobility transistors*, Appl. Phys. Lett. **74**, 3818 (1999).
- [44] C. Lavoie, T. Pinnington, E. Nodwell, T. Tiedje, R. S. Goldman, K. L. Kavanagh y J. L. Hutter, *Relationship between surface morphology and strain relaxation during growth of InGaAs strained layers*, Appl. Phys. Lett. **67**, 3744 (1995).
- [45] A. G. Cullis, A. J. Pidduck, M. T. Emeny, *Growth morphology evolution and dislocations introduction in the InGaAs/GaAs heteroepitaxial system*, J. Cryst. Growth **158**, 15 (1996).
- [46] K. Shiraiishi, *Ga atoms diffusion on an As-stabilized GaAs(001) surface via missing As dimer rows: First-principles calculation*, Appl. Phys. Lett. **60**, 1363 (1992).
- [47] A. Kley, P. Ruggerone y M. Scheffler, *Novel diffusion mechanism on the GaAs(001) surface: the role of adatom-dimer interaction*, Phys. Rev. Lett. **79**, 5278 (1997).
- [48] M. A. Salmi, M. Alatalo, T. Ala-Nissila y R. M. Nieminen, *Energetics and diffusion paths of gallium and arsenic adatoms on flat and stepped GaAs(001) surfaces*, Surf. Sci. **425**, 31 (1999).
- [49] D. J. Srolovitz, *On the stability of surfaces of stressed solids*, Acta Metall. **37**, 621 (1989).
- [50] S. Christiansen, M. Albrecht, J. Michler y H. P. Strunk, *Elastic and plastic relaxation in slightly undulated misfitting epitaxial layers. A quantitative approach by three-dimensional finite element calculations*, Phys. Stat. Sol. **156**, 129 (1996).
- [51] F. Léonard y R. Desai, *Spontaneous decomposition and ordering during epitaxial growth*, Thin Solid Films **357**, 46 (1999).
- [52] B. J. Spencer, P. W. Voorhees y J. Tersoff, *Stabilization of strained alloy film growth by a difference in atomic mobilities*, Appl. Phys. Lett. **76**, 3022 (2000).

- [53] B. J. Spencer, P. W. Voorhees y S. H. Davis, *Morphological instability in epitaxially strained dislocation-free solid films: linear stability theory*, J. Appl. Phys. **73**, 4955 (1993).
- [54] J. E. Guyer y P. W. Voorhees, *Morphological instability of alloy thin films*, Phys. Rev. B **54**, 11710 (1996).
- [55] B. J. Spencer, P. W. Voorhees y J. Tersoff, *Enhanced instability of strained alloy films due to compositional stresses*, Phys. Rev. Lett. **84**, 2449 (2000).
- [56] A. G. Cullis, D. J. Robbins, S. J. Barnett y A. J. Pidduck, *Growth ripples upon strained SiGe epitaxial layers on Si and misfit dislocation interactions*, J. Vac. Sci. Technol. A **12**, 1924 (1994).
- [57] D. E. Jesson, K. M. Chen, S. J. Pennycook, T. Thundat y R. J. Warmack, *Crack-like sources of dislocation nucleation and multiplication in thin films*, Science **268**, 1161 (1995).
- [58] Y. Androussi, A. Lefebvre, C. Delamarre, L. P. Wang, A. Dubon, B. Courboulès, C. Deparis y J. Massies, *Plastic stress relaxation in highly strained  $\text{In}_{0,30}\text{Ga}_{0,60}\text{As}/\text{GaAs}$  structures*, Appl. Phys. Lett. **66**, 3450 (1995).
- [59] A. G. Cullis, A. J. Pidduck y M. T. Emeny, *Misfit dislocation sources at surface ripple troughs in continuous heteroepitaxial layers*, Phys. Rev. Lett. **75**, 2368 (1995).
- [60] D. J. Dunstan, P. Kidd, L. K. Howard y R. H. Dixon, *Plastic relaxation of InGaAs grown on GaAs*, Appl. Phys. Lett. **59**, 3390 (1991).
- [61] D. J. Dunstan, P. Kidd, R. Beanland, A. Sacedón, E. Calleja, L. González, Y. González y F. J. Pacheco, *Predictability of plastic relaxation in metamorphic epitaxy*, Mater. Sci. Technol. **12**, 181 (1996).
- [62] L. González, Y. González, G. Aragón, M. J. Castro, M. L. Dotor y D. J. Dunstan, *Relaxation behavior of undoped  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{P}$   $0.5 < x < 0.7$  grown on GaAs by atomic layer molecular-beam epitaxy*, J. Appl. Phys. **80**, 3327 (1996).
- [63] Tong-Yi Zhang, J. E. Hack y L. J. Guido, *An array of dislocations in a strained epitaxial layer. I. Elastic energy*, J. Appl. Phys. **75**, 2358 (1994).
- [64] Tong-Yi Zhang, J. E. Hack y L. J. Guido, *An array of dislocations in a strained epitaxial layer. II. Work hardening*, J. Appl. Phys. **75**, 2363 (1994).
- [65] S. B. Samavedam y E. A. Fitzgerald, *Novel dislocation structures and surface morphology effects in relaxed Ge/Si-Ge(graded)/Si structures*, J. Appl. Phys. **81**, 3108 (1997).
- [66] J. F. Valtueña, A. Sacedón, A. L. Álvarez, I. Izpura, F. Calle, E. Calleja, G. MacPherson, P. J. Goodhew, F. J. Pacheco, R. García y S. I. Molina, *Influence of the surface morphology on the relaxation of low-strained  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  linear buffer structures*, J. Cryst. Growth **182**, 281 (1997).
- [67] S. Yu. Shiryayev, F. Jensen y J. W. Petersen, *On the nature of cross-hatch patterns on compositionally graded  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  alloy layers*, Appl. Phys. Lett. **64**, 3305 (1994).
- [68] M. A. Lutz, R. M. Feenstra, F. K. LeGoues, P. M. Mooney y J. O. Chu, *Influence of misfit dislocations on the surface morphology of  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  films*, Appl. Phys. Lett. **66**, 724 (1995).
- [69] F. Jonsdottir, *Computation of equilibrium surface fluctuations in strained epitaxial films due to interface misfit dislocations*, Modelling Simul. Mater. Sci. Eng. **3**, 503 (1995).
- [70] T. Pinnington, C. Lavoie y T. Tiedje, *Effects of growth conditions on surface roughening of relaxed*

- InGaAs on GaAs*, J. Vac. Sci. Technol. B **15**, 1265 (1997).
- [71] A. L. Álvarez, F. Calle, J. F. Valtueña, J. Faura, M. A. Sánchez, E. Calleja, E. Muñoz, J. R. Morante, D. González, D. Araujo y R. García Roja, *Influence of interface dislocations on surface kinetics during epitaxial growth of InGaAs*, Appl. Surf. Sci. **123-124**, 303 (1998).
- [72] K. Samonji, H. Yonezu, Y. Takagi y N. Ohshima, *Evolution process of cross-hatch patterns and reduction of surface roughness in  $(\text{InAs})_m(\text{GaAs})_n$  strained short-period superlattices and InGaAs alloy layers grown on GaAs*, J. Appl. Phys. **86**, 1331 (1999).
- [73] G. Springholz, *Observation of large-scale surface undulations due to inhomogeneous dislocation strain fields in lattice-mismatched epitaxial layers*, Appl. Phys. Lett. **75**, 3099 (1999).
- [74] A. M. Andrews, A. E. Romanov, J. S. Speck, M. Bobeth y W. Pompe, *Development of cross-hatch morphology during growth of lattice mismatched layers*, Appl. Phys. Lett. **77**, 3740 (2000).
- [75] M. T. Currie, S. B. Samavedam, T. A. Langdo, C. W. Leitz y E. A. Fitzgerald, *Controlling threading dislocation densities in Ge on Si using graded SiGe layers and chemical-mechanical polishing*, Appl. Phys. Lett. **72**, 1718 (1998).
- [76] J. M. Hartmann, B. Gallas, J. Zhang, J. J. Harris y B. A. Joyce, *Strain-balanced Si/SiGe short period superlattices: disruption of the surface crosshatch*, J. Appl. Phys. **86**, 845 (1999).
- [77] F. Romanato, E. Napolitani, A. Carnera, A. V. Drigo, L. Lazzarini, G. Salviati, C. Ferrari, A. Bosacchi y S. Franchi, *Strain relaxation in graded composition  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$  buffer layers*, J. Appl. Phys. **86**, 4748 (1999).
- [78] R. Beanland, D. J. Dunstan y P. J. Goodhew, *Plastic relaxation and relaxed buffer layers for semiconductor epitaxy*, Advances in Physics **45**, 87 (1996).
- [79] J. H. Li, C. S. Peng, Y. Wu, D. Y. Dai, J. M. Zhou y Z. H. Mai, *Relaxed SiGe layers grown on low-temperature Si buffers with low threading dislocation density*, Appl. Phys. Lett. **71**, 3132 (1997).
- [80] C. S. Peng, H. Chen, Z. Y. Zhao, J. H. Li, D. Y. Dai, Q. Huang, J. M. Zhou, Y. H. Zhang, C. H. Tung, T. T. Sheng y J. Wang, *Strain relaxation of GeSi alloy with low dislocation density grown on low-temperature Si buffers*, J. Cryst. Growth **201-202**, 530 (1999).
- [81] M. U. González, Y. González, L. González, M. Calleja, J. P. Silveira, J. M. García y F. Briones, *A growth method to obtain flat and relaxed  $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$  on GaAs (001) developed through in situ monitoring of surface topography and stress evolution*, J. Cryst. Growth **227-228**, 36 (2001).
- [82] I. Yonenaga, *Mechanical properties and dislocation dynamics in III-V compounds*, J. Phys. III France **7**, 1435 (1997).
- [83] G. R. Bell, J. G. Belk, C. F. McConville y T. S. Jones, *Species intermixing and phase transitions on the reconstructed (001) surfaces of GaAs and InAs*, Phys. Rev. B **59**, 2947 (1999).

## Capítulo IV. Sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red grande: InAs/InP (001)

IV.1. Introducción .....	148
IV.2. Formación de hilos cuánticos de InAs/InP (001) .....	151
IV.2.1. Proceso de fabricación de los hilos cuánticos de InAs/InP (001) .....	152
IV.2.2. Medidas <i>in situ</i> de la evolución de la tensión acumulada durante el crecimiento de hilos cuánticos de InAs/InP (001).....	154
IV.3. Procesos de intercambio entre arsénico y fósforo durante el crecimiento de InAs/InP (001) .....	160
IV.4. Conclusiones .....	168
<i>Bibliografía</i> .....	169

---

En este capítulo se estudia, a través de medidas *in situ* de evolución de la tensión, la formación de hilos cuánticos durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares del sistema heteroepitaxial InAs/InP (001). Las medidas muestran la existencia de una clara anisotropía en la tensión a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , que es la responsable de que en este sistema se formen hilos en lugar de puntos cuánticos. Esta anisotropía proviene de la asimetría en la configuración de la intercara y la superficie que tiene lugar en los sistemas heteroepitaxiales de semiconductores de tipo III-V cuyos constituyentes tienen el elemento del grupo V diferente, siempre y cuando la superficie esté estabilizada en el elemento del grupo V con una reconstrucción superficial de tipo  $(2 \times 4)$ . Por lo tanto, la formación de hilos cuánticos se puede extender a todos los sistemas que cumplan estos requisitos. Por otro lado, durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de los sistemas heteroepitaxiales con distinto elemento del grupo V es inevitable que se produzca un intercambio no intencionado de átomos de estos elementos al permutar los flujos correspondientes, y este intercambio determina la cantidad total de material que forma las nanoestructuras y por lo tanto sus propiedades. Utilizando las medidas *in situ* de evolución de la tensión en conjunto con medidas *in situ* de reflectancia diferencial, hemos analizado los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo en el sistema InAs/InP (001) durante el crecimiento de los hilos cuánticos.

---

## IV.1. Introducción

En los sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red grande ( $\epsilon_0 \geq |2| \%$ ), la relajación comienza de manera elástica mediante la formación de núcleos o islas tridimensionales,<sup>[1]</sup> como ya se ha mencionado en la introducción de esta memoria y en el capítulo anterior. Al igual que en los sistemas con diferencia de parámetro de red pequeña, en estos sistemas la capa epitaxial crece, inicialmente, de forma bidimensional o “capa a capa” (2D) en el régimen pseudomórfico, pero tras la deposición de unas pocas monocapas\* la energía elástica acumulada es suficiente para que se formen núcleos tridimensionales (3D) en los que la tensión biaxial acumulada en la capa se relaja elásticamente (ver figura III.5) rebajando así la energía total acumulada por el sistema.<sup>[2,3]</sup> En la literatura, este comportamiento se conoce como modo de crecimiento de tipo Stranski-Krastanow. El espesor mínimo en el que se produce la transición entre el crecimiento “capa a capa” y la nucleación tridimensional, que representa un nuevo espesor crítico en los sistemas heteroepitaxiales que podemos denominar como espesor crítico para la transición 2D/3D, o  $h_{3D}$ , viene dado por el balance energético entre la energía elástica acumulada en la capa, la disminución en la energía que producen los núcleos tridimensionales y el aumento que se genera en la energía superficial debido a que la formación de los núcleos tridimensionales también lleva asociado un incremento de superficie. Sin embargo, el espesor crítico  $h_{3D}$  real depende en cierta medida de las condiciones de crecimiento, pues la cinética también influye en el ritmo de formación de los núcleos tridimensionales.

En los sistemas con diferencia de parámetro de red grande, el espesor  $h_{3D}$  es menor que el espesor crítico para la formación de dislocaciones de desacople,  $h_{MB}$ ,<sup>[1]</sup> y de ahí que la relajación elástica a través de las islas tridimensionales sea el primer mecanismo de relajación activo en estos sistemas y que, además, estos núcleos tridimensionales sean inicialmente coherentes, es decir, que no contengan dislocaciones. Una vez superada la transición 2D/3D, si continúa la deposición de material aumentan tanto la densidad de los núcleos tridimensionales como su tamaño, y en los bordes de las islas más grandes se genera un incremento local en la energía elástica que favorece la formación de dislocaciones. De esta manera, las islas dejan de ser coherentes y comienzan a relajarse de manera plástica. Por lo tanto, con el desarrollo de los núcleos tridimensionales se facilita la nucleación de dislocaciones,<sup>[1,4]</sup> y cuando las islas coalescen entre sí existe ya una gran densidad de dislocaciones en la epicapa, muy desordenadas y con una alta proporción de segmentos trepadores, lo que finalmente provoca la obtención de una capa de baja calidad.<sup>[5]</sup>

Ahora bien, los núcleos tridimensionales coherentes que se forman al producirse la transición 2D/3D presentan propiedades muy interesantes, tanto desde el punto de vista fundamental como para su aplicación en dispositivos electrónicos y

---

\*Por ejemplo, el espesor crítico para la transición 2D/3D,  $h_{3D}$ , en el sistema heteroepitaxial InAs/GaAs (001), donde  $\epsilon_0 = -7,2 \%$ , es  $h_{3D} = 1,5-1,75$  monocapas.

optoelectrónicos. Estos núcleos poseen dimensiones nanométricas y, por lo tanto, en ellos aparecen fenómenos de confinamiento cuántico, bien unidimensional si se trata de hilos, que llamaremos hilos cuánticos, o bien de dimensión cero si se trata de puntos (puntos cuánticos), de manera que podríamos considerarlos como “pequeños laboratorios” en los que estudiar los efectos del confinamiento. Por otro lado, se espera que la incorporación en los dispositivos de hilos y puntos cuánticos, que podemos englobar bajo el nombre de nanoestructuras, permita no sólo la obtención de dispositivos similares a los existentes pero con mejores propiedades sino también nuevos diseños basados en los fenómenos cuánticos, tales como sistemas de computación cuántica realizados a partir de puntos cuánticos.<sup>[6]</sup> Respecto a las ventajas en los dispositivos factibles con la tecnología actual, la introducción de las nanoestructuras en la zona activa de un láser permite conseguir la reducción en la corriente umbral, un aumento en la ganancia y una mayor estabilidad térmica,<sup>[7]</sup> y con la utilización de nanoestructuras en fotodetectores basados en transiciones intrabanda disminuye el umbral de detección, y es posible aumentar su temperatura de funcionamiento y utilizarlos en incidencia normal.<sup>[8]</sup> Todas estas aplicaciones precisan del control del tamaño, la distribución y la densidad de las nanoestructuras, por lo que el estudio de los procesos de obtención de dichas nanoestructuras representa un campo de gran actividad. Las nanoestructuras podrían fabricarse de manera artificial mediante técnicas de litografía, que generarían estructuras muy uniformes y con la ordenación deseada, pero la resolución espacial de este tipo de técnicas no es todavía suficiente para producir estructuras de las dimensiones apropiadas para conseguir el confinamiento de los electrones y, además, generan numerosos defectos en los materiales que limitan todavía más su uso. Así pues, el procedimiento más adecuado hoy por hoy para la fabricación de las nanoestructuras consiste precisamente en su obtención a partir del crecimiento de sistemas heteroepitaxiales con diferencia de parámetro de red grande, lo que se conoce como crecimiento autoorganizado de las nanoestructuras ya que es el propio material el que se reorganiza para relajar parte de la tensión acumulada.

El sistema heteroepitaxial más estudiado hasta la fecha para la obtención de nanoestructuras autoorganizadas ha sido, sin duda, el sistema InAs/GaAs, y con él se han conseguido puntos cuánticos muy regulares y con una distribución de tamaños muy estrecha,<sup>[9]</sup> que emiten luz en el intervalo comprendido entre 0,8 y 1,25  $\mu\text{m}$ .<sup>[10]</sup> No obstante, el sistema InAs/InP, con  $\varepsilon_0 = -3,2\%$ , ha comenzado a despertar un gran interés en los últimos años ya que permite acceder a la longitud de onda  $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$ , en la que están basadas hoy en día las comunicaciones ópticas. En estos años se ha realizado un gran esfuerzo para obtener puntos cuánticos en este sistema,<sup>[11-16]</sup> y la posibilidad de obtener emisión de luz en  $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$  a partir de nanoestructuras de InAs/InP ya ha sido demostrada.<sup>[17,18]</sup>

Sin embargo, el sistema InAs/InP (001) presenta una característica especial, que no se ha encontrado en el sistema InAs/GaAs: durante el crecimiento de este sistema mediante epitaxia por haces moleculares, y también mediante epitaxia por haces químicos, se obtienen, de manera reproducible, no puntos sino hilos cuánticos, paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$ , muy uniformes y regulares.<sup>[19-26]</sup> Los hilos relajan tensión únicamente en la dirección perpendicular a su longitud, es decir, dan lugar a

una relajación anisótropa, mientras que los puntos cuánticos permiten la relajación en todas las direcciones, y por lo tanto rebajan la energía total del sistema de manera más eficiente.<sup>[3]</sup> Por lo tanto, resulta sorprendente que en el sistema InAs/InP se favorezca la formación de hilos cuánticos en lugar de puntos, y tratar de comprender las causas de este comportamiento es fundamental no sólo para gobernar la forma de las nanoestructuras en este sistema sino también para alcanzar un mayor control en la obtención de las nanoestructuras autoorganizadas en general.

Se ha insinuado que la formación de los hilos pudiera deberse, en parte, a que en el sistema InAs/InP el desajuste de parámetro de red entre la capa y el sustrato ( $\epsilon_0 = -3,2\%$ ) es mucho menor que en el caso de InAs/GaAs, donde  $\epsilon_0 = -7,2\%$ .<sup>[26]</sup> Sin embargo, en el sistema  $\text{In}_{0,45}\text{Ga}_{0,55}\text{As}/\text{GaAs}$  el desajuste de parámetro de red es también  $\epsilon_0 = -3,2\%$ , y es bien sabido que con la deposición de dicho sistema se producen puntos cuánticos y no hilos, tal y como se ha comprobado en el Instituto de Microelectrónica de Madrid. El origen de los hilos también se ha atribuido a la anisotropía en la difusión superficial que exhiben estos materiales en las condiciones habituales de crecimiento, bajo las cuales la superficie presenta la reconstrucción  $(2 \times 4)$ .<sup>[21-24]</sup> Como ya se ha mencionado en otras ocasiones a lo largo de esta memoria, la longitud de difusión de los adátomos en una superficie reconstruida en la  $(2 \times 4)$  es mayor en la dirección  $[1\bar{1}0]$  de la superficie que en la  $[110]$ ,<sup>[27,28]</sup> y al mismo tiempo los escalones de la superficie paralelos a la dirección  $[110]$  son más reactivos que los perpendiculares,<sup>[29]</sup> de manera que se favorece el desarrollo de morfologías a lo largo de esa dirección. Aunque bien es cierto que esta anisotropía puede ayudar a la formación de los hilos cuánticos, pues facilita el movimiento de material necesario, no representa la causa principal para su formación ya que esta misma anisotropía en la difusión superficial está presente durante el crecimiento del sistema (Ga)InAs/GaAs (001), y sin embargo en este caso la relajación elástica se produce mediante el desarrollo de puntos cuánticos. Por último, se ha tratado de relacionar la aparición de hilos cuánticos con la naturaleza química de la capa tampón sobre la que se deposita el arseniuro de indio, pero se ha demostrado que es posible obtener este tipo de nanoestructuras tanto sobre InP (001) como sobre las capas tampón  $\text{In}_{0,47}\text{Ga}_{0,53}\text{As}$  e  $\text{In}_{0,48}\text{Al}_{0,52}\text{As}$ , cuyo parámetro de red coincide con el del fosforo de indio.<sup>[20,26]</sup>

Así pues, el origen de la formación de hilos cuánticos en el sistema InAs/InP (001) no resulta evidente. Puesto que el mecanismo por el cual se generan las nanoestructuras es, en última instancia, la relajación elástica de la tensión biaxial a que está sometida la capa, las medidas *in situ* de evolución de la tensión durante el crecimiento de este sistema pueden proporcionar la información necesaria para comprender el proceso. Las medidas *in situ* de evolución de la tensión se han utilizado para estudiar la formación de puntos cuánticos en diversos sistemas, tales como SiGe/Si,<sup>[30]</sup> InAs/GaAs<sup>[31]</sup> y GaSb/GaAs,<sup>[32]</sup> y gracias a los resultados obtenidos se han podido esclarecer aspectos de su formación tales como la transición de forma en el caso de los puntos de SiGe/Si o el papel que juegan la segregación de indio en los de InAs/GaAs. En este capítulo se explican, en el apartado IV.2, los estudios *in situ* de evolución de la tensión que hemos realizado durante la fabricación de hilos cuánticos de InAs/InP (001), y que nos han permitido establecer las causas que llevan a la

formación de este tipo de nanoestructuras, y al mismo tiempo predecir en qué sistemas y con qué condiciones de crecimiento se obtienen hilos en lugar de puntos cuánticos.<sup>[33]</sup>

Por otro lado, durante el crecimiento de un sistema heteroepitaxial del tipo InAs/InP, cuyos constituyentes contienen elementos distintos del grupo V, es inevitable que, a las temperaturas de crecimiento, se produzcan el intercambio entre los átomos de fósforo y de arsénico al alternar los flujos de dichos elementos.<sup>[34-41]</sup> Como ya se expuso en el apartado II.4.1, el crecimiento de los semiconductores III-V mediante epitaxia por haces moleculares se realiza a temperaturas en las que el elemento del grupo V se evapora de la superficie, de manera que es necesario mantener un flujo de dicho elemento sobre la superficie del cristal para que ésta no se descomponga. Puesto que para depositar una capa de InAs sobre InP es necesario interrumpir el flujo de fósforo y establecer un flujo de arsénico, los átomos de arsénico que llegan a la superficie pueden desplazar a los de fósforo, de forma que se produce el intercambio de dichos átomos. De manera equivalente, si sobre la capa de InAs se deposita un recubrimiento de InP también tendrá lugar un nuevo proceso de intercambio en el sentido inverso, es decir, será el fósforo el que desbancará al arsénico en este caso. Los procesos de intercambio son muy importantes durante la fabricación de las nanoestructuras, puesto que generan en la intercara una capa involuntaria bien de InAs o bien de  $\text{InAs}_x\text{P}_{1-x}$ , y por lo tanto determinan la cantidad total de material que se incorpora en las nanoestructuras, es decir, su tamaño,<sup>[42]</sup> su composición exacta<sup>[38]</sup> y por consiguiente la longitud de onda de emisión correspondiente.<sup>[13,35]</sup> De hecho, incluso es posible la obtención de puntos<sup>[43]</sup> e hilos cuánticos<sup>[25]</sup> a partir de los procesos de intercambio exclusivamente, sin que sea necesaria la deposición de InAs. Así pues, dada la relevancia de este proceso en la obtención de los hilos cuánticos y en sus características finales, también hemos analizado, a través de medidas *in situ* de evolución de la tensión en conjunto con medidas *in situ* de reflectancia diferencial, el intercambio entre arsénico y fósforo a las temperaturas utilizadas para el crecimiento del sistema heteroepitaxial InAs/InP por MBE,<sup>[44]</sup> y los resultados extraídos se detallan en el apartado IV.3 de este capítulo.

## IV.2. Formación de hilos cuánticos de InAs/InP (001)

Como se ha dicho en la introducción, la deposición de unas pocas monocapas de InAs sobre InP (001) mediante epitaxia por haces moleculares permite la obtención de hilos cuánticos muy uniformes y ordenados. La formación de estos hilos se debe, como ya se ha comentado, a la reorganización del material para crear estructuras tridimensionales que permiten la relajación elástica de la tensión biaxial acumulada en la capa. Así, para favorecer el movimiento de los átomos superficiales necesario para que se produzca la redistribución del material, es decir, para potenciar la difusión superficial, hay que mantener la capa de InAs a temperatura elevada,  $T_s \geq 480$  °C. Ahora bien, la deposición de la capa de InAs se puede realizar a esa misma temperatura o a temperaturas inferiores, de forma que es necesario calentar el sustrato a continuación (“recocer la capa de InAs”) para permitir la formación de los hilos cuánticos. Antes de

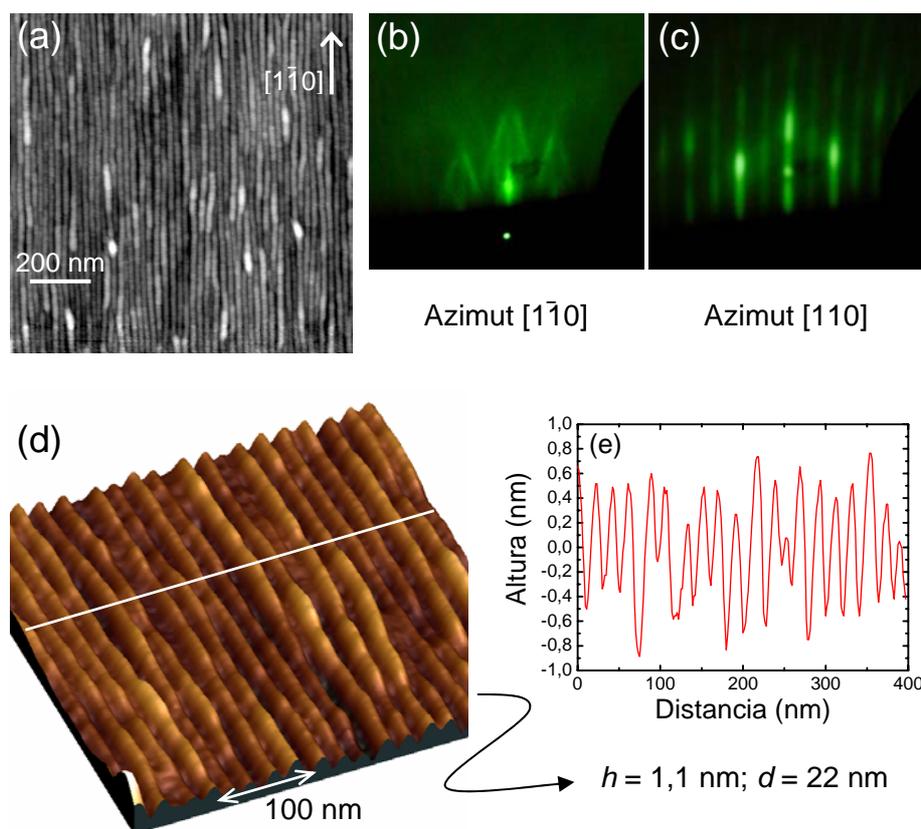
presentar las medidas *in situ* de evolución de la tensión, he introducido un pequeño apartado en el que se describen la secuencia y las condiciones de crecimiento con las que se consiguen los hilos, y cómo puede identificarse su aparición a partir del patrón de difracción de electrones. Seguidamente, se exponen los estudios *in situ* de tensión durante la formación de las citadas nanoestructuras.

#### IV.2.1. Proceso de fabricación de los hilos cuánticos de InAs/InP (001)

El óxido del sustrato de InP (001) se elimina mediante desorción térmica, calentando el sustrato por encima de los 500 °C durante 3 minutos bajo flujo de fósforo. El fósforo, al igual que el resto de los elementos, proviene de una célula de efusión de fuente sólida, y la presión equivalente del haz que utilizamos, o presión BEP (del inglés “*Beam-Equivalent Pressure*”), es  $BEP(P_2) = 6,7 \times 10^{-6}$  mbar. A continuación, se baja la temperatura hasta 460 °C y se depositan 200 nm de InP por MBE.

El crecimiento de la capa de InAs se ha realizado a dos temperaturas distintas,  $T_s = 400$  °C y  $T_s = 480$  °C. En general, el flujo de fósforo se interrumpe inmediatamente antes de depositar el InAs, para minimizar el intercambio entre arsénico y fósforo, pero durante los experimentos de medidas *in situ* de la tensión acumulada hemos establecido una secuencia más lenta para distinguir con claridad la cantidad de InAs procedente de la deposición voluntaria y el procedente del intercambio: el flujo de fósforo se interrumpe dos segundos antes de abrir el de arsénico, y la superficie permanece tres segundos estabilizada bajo el flujo de arsénico antes de proceder al crecimiento de InAs. La presión BEP de arsénico de trabajo es  $BEP(As_4) = 3,3 \times 10^{-6}$  mbar. La cantidad de InAs depositado necesaria para que se produzca la transición 2D/3D está en torno a 2-2,5 monocapas (MC), dependiendo de la temperatura de crecimiento y del flujo de arsénico, que controlan la cantidad de InAs que se produce mediante los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo. Durante la deposición del InAs, en el diagrama de difracción de electrones, o diagrama RHEED, se mantienen las barras características del crecimiento bidimensional. Si las capas depositadas a  $T_s = 400$  °C se mantienen a dicha temperatura, dicho patrón no evoluciona, y es necesario calentar el sustrato por encima de  $T_s = 480$  °C para que en el diagrama RHEED aparezca la transición 2D/3D, que se produce lentamente. En el caso de las capas crecidas a alta temperatura, la transición comienza al alcanzar el espesor crítico  $h_{3D}$ , pero se hace mucho más evidente una vez finalizada la deposición. El recocido de las capas de InAs ha de realizarse con la superficie bajo flujo de arsénico, ya que si se realiza bajo flujo de fósforo los procesos de intercambio inversos entre fósforo y arsénico provocan la disminución de la cantidad de InAs en la capa, y por tanto su espesor decrece por debajo de  $h_{3D}$ . Una vez que en el diagrama RHEED se ha visto claramente la transición 2D/3D (ver figuras IV.1-(b) y (c)), se enfría rápidamente el sustrato y a  $T_s = 300$  °C se interrumpe definitivamente el flujo de arsénico. Durante todo el proceso de fabricación de los hilos cuánticos —crecimiento de la capa tampón de InP, deposición de las 2,5 MC de InAs y recocido de dicha capa— la superficie presenta la reconstrucción (2×4).

La figura IV.1-(a) muestra la imagen, obtenida mediante microscopía de fuerzas, de la superficie de una muestra de 2,5 MC de InAs depositadas sobre InP que contiene hilos cuánticos. En este caso, la deposición se realizó a  $T_s = 400^\circ\text{C}$ , y los hilos se desarrollaron durante el correspondiente recocido de la capa bidimensional de InAs. Como se observa en la imagen, los hilos son muy uniformes y muy largos, puesto que la mayoría de ellos atraviesan toda la imagen ( $1\ \mu\text{m}$ ). En la figura IV.1-(d) aparece la representación tridimensional de una imagen AFM de esta superficie, y en ella se aprecia con mayor detalle la regularidad de los hilos cuánticos. La figura IV.1-(e) corresponde a un perfil trazado a lo largo de la dirección  $[110]$  sobre dicha imagen (línea blanca), y de este perfil se puede extraer la periodicidad de los hilos,  $d = 22\ \text{nm}$ , que corresponde a una densidad de 45 hilos por micra, y su amplitud,  $h = 1,1\ \text{nm}$ . Aunque la caracterización óptica de los hilos no forma parte de este trabajo de tesis



**Figura IV.1:** (a) Imagen ( $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ ) obtenida con el microscopio de fuerzas de la superficie de una capa de 2,5 monocapas de InAs depositada sobre InP (001) en la que se han formado hilos cuánticos. (b) Estructura que presenta el diagrama de difracción RHEED en el azimut  $[1\bar{1}0]$  cuando se forman los hilos cuánticos. (c) Ídem en el azimut  $[110]$ . (d) Representación tridimensional de la imagen obtenida con el microscopio de fuerzas de la superficie que aparece en (a). En este caso, las dimensiones de la imagen son  $400\ \text{nm} \times 400\ \text{nm}$ . (e) Perfil de la superficie a lo largo de la dirección  $[110]$ , trazado sobre la línea que aparece en la figura (d). A partir de este perfil se obtiene la periodicidad de los hilos,  $d = 22\ \text{nm}$ , y su amplitud,  $h = 1,1\ \text{nm}$ .

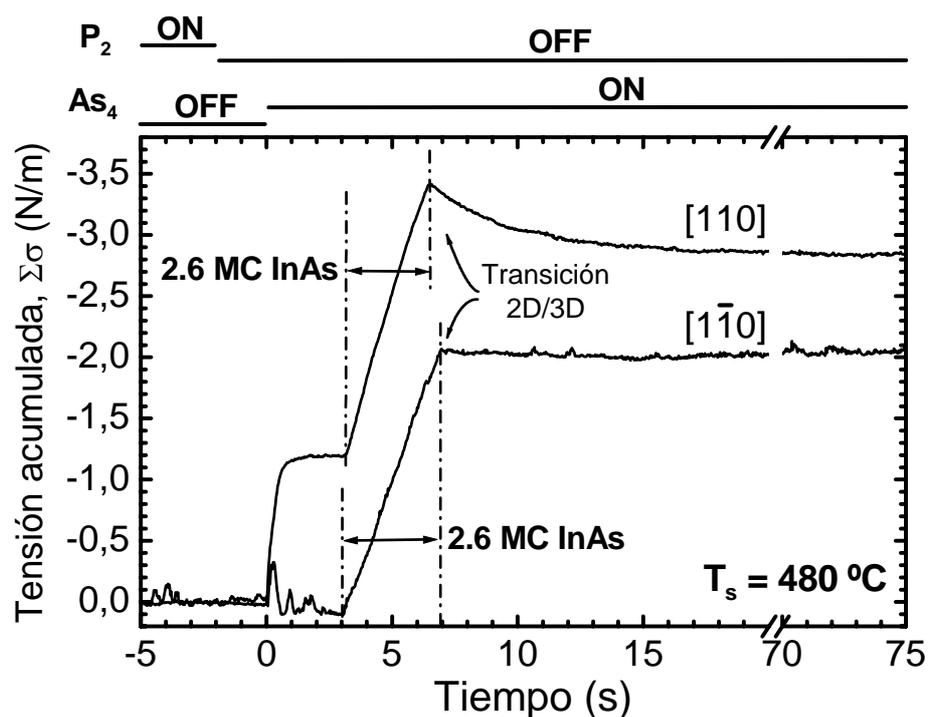
doctoral, sí que me gustaría señalar que su espectro de fotoluminiscencia presenta, a temperatura ambiente, una fuerte emisión centrada en  $1,55 \mu\text{m}$ .<sup>[22]</sup>

Las figuras IV.1-(b) y IV.1-(c) muestran el patrón de difracción que presenta el diagrama RHEED en las direcciones  $[1\bar{1}0]$  y  $[110]$ , respectivamente, cuando se produce la formación de los hilos, y que permite identificar *in situ* su aparición. En el patrón a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  se observa que las barras de difracción se inclinan, formando unas estructuras que hemos denominado tipis (por su parecido a las tiendas en que vivían los indios de América del Norte) y que en inglés se conocen como “*chevrons*”, galones. El ángulo de inclinación de estos tipis se relaciona con la formación de facetas en los hilos.<sup>[24]</sup> Por el contrario, en el otro azimut la transición 2D/3D no es tan evidente, y en el diagrama de difracción sólo aparece un cierto engrosamiento de las barras en ciertos puntos, que indica el desarrollo de núcleos tridimensionales.

#### IV.2.2. Medidas *in situ* de la evolución de la tensión acumulada durante el crecimiento de hilos cuánticos de InAs/InP (001)

La figura IV.2 muestra la evolución de la tensión acumulada, medida *in situ* a partir de las variaciones en la curvatura del sustrato, durante la deposición de 2,6 monocapas de InAs sobre InP (001) y la consiguiente formación de hilos cuánticos a  $T_s = 480 \text{ }^\circ\text{C}$ . Las medidas han sido realizadas a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , de manera que todos los experimentos se han llevado a cabo por duplicado utilizando dos sustratos cortados en forma de viga, de los cuales cada uno de ellos tenía el eje largo paralelo a una de estas dos direcciones. Además, los sustratos empleados han sido adelgazados mediante el pulido mecánico de su parte trasera hasta espesores de unas  $100 \mu\text{m}$  aproximadamente, para así aumentar la sensibilidad de las medidas de tensión (recordemos que las variaciones que la tensión acumulada induce en la curvatura del sustrato son inversamente proporcionales al cuadrado de su espesor (ecuación II.31)). De esta manera, la técnica es capaz de resolver la tensión acumulada por fracciones de monocapa depositada, así como las contribuciones correspondientes a la tensión superficial.

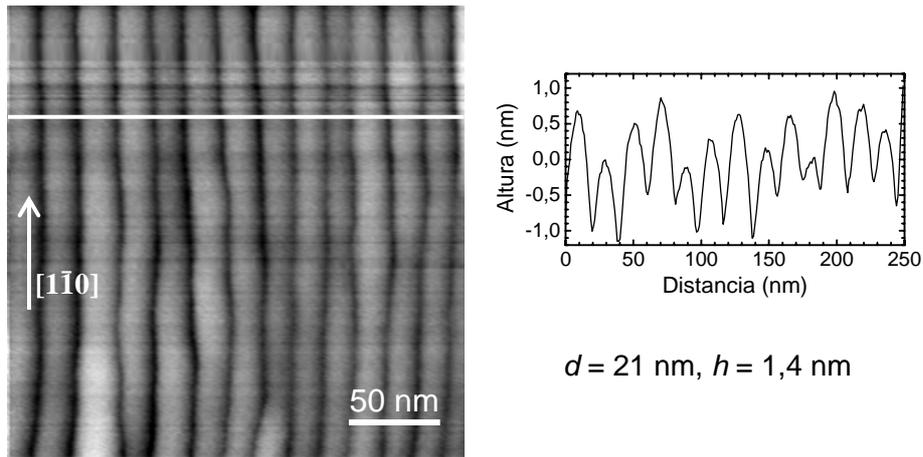
Con objeto de diferenciar claramente los efectos de intercambio entre arsénico y fósforo de la deposición voluntaria de InAs durante las medidas de evolución de la tensión, se estableció la siguiente secuencia de flujos, que aparece indicada de manera esquemática sobre la gráfica de la figura IV.2. Cuando el sustrato de InP se encuentra a la temperatura de crecimiento de los hilos,  $T_s = 480 \text{ }^\circ\text{C}$  en este caso, se cierra el flujo de fósforo y, dos segundos después, se abre el de arsénico. Dejamos la superficie de InP durante tres segundos bajo flujo de arsénico, y a continuación se depositan las 2,6 MC de InAs. Una vez terminado el crecimiento, mantenemos el flujo de arsénico sobre la superficie de la capa de InAs. Durante la deposición de las 2,6 MC de InAs, el diagrama de difracción de electrones muestra las barras características del crecimiento bidimensional, pero en cuanto cesa la deposición se observa claramente en el diagrama



**Figura IV.2:** Evolución de la tensión acumulada en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  durante la deposición de 2,6 monocapas (MC) de InAs sobre InP (001) a  $T_s = 480\text{ °C}$  y la formación de los hilos cuánticos. En el diagrama RHEED comienza a observarse la transición 2D/3D al finalizar la deposición de InAs. Sobre la gráfica aparece la secuencia de flujos de arsénico y fósforo.

RHEED la transición 2D/3D, con la aparición del patrón correspondiente a los hilos cuánticos. La figura IV.3 muestra la imagen obtenida con el microscopio de fuerzas de los hilos formados durante la realización de las medidas de evolución de la tensión correspondientes a la dirección  $[110]$ . A partir del perfil de la superficie obtenido a lo largo de la línea blanca trazada sobre la imagen, se obtiene que la periodicidad de los hilos es  $d = 21\text{ nm}$  y su altura es  $h = 1,4\text{ nm}$ .

Volvamos de nuevo a la figura IV.2 para analizar el comportamiento de la tensión acumulada durante el crecimiento de los hilos. En primer lugar, se observa un aumento en  $\Sigma\sigma$  a lo largo de la dirección  $[110]$  durante la exposición inicial de la superficie de InP (001) al flujo de arsénico, que corresponde a la incorporación de arsénico en la superficie de InP, y por lo tanto a la formación de InAs, debida a procesos de intercambio entre arsénico y fósforo. El estudio detallado de estos procesos de intercambio y de la cantidad de InAs que se incorpora de manera no voluntaria en la capa debido a dichos procesos se expone en el apartado IV.3, así que por ahora no me detendré más en ello. Durante la deposición de las 2,6 MC de InAs, la tensión acumulada aumenta de manera lineal con el tiempo (es decir, con el espesor, puesto que la velocidad de crecimiento es constante) en las dos direcciones  $[110]$  y  $[1\bar{1}0]$ . Esta evolución corresponde al régimen pseudomórfico de crecimiento, en el que la



**Figura IV.3:** Imagen ( $250 \text{ nm} \times 250 \text{ nm}$ ) obtenida con el microscopio de fuerzas de los hilos cuánticos formados durante la realización de las medidas *in situ* de evolución de la tensión correspondientes a la dirección  $[110]$  que aparecen en la figura IV.2. Junto a la imagen aparece el perfil de la superficie a lo largo de la línea blanca trazada sobre la imagen, a partir del cual pueden obtenerse la periodicidad de los hilos,  $d = 21 \text{ nm}$ , y su altura,  $h = 1,4 \text{ nm}$ .

capa crece bidimensional y totalmente acoplada al sustrato. Cuando termina la deposición de InAs, y simultáneamente a la transición 2D/3D en el diagrama RHEED, se observa la disminución de  $\Sigma\sigma$  en la dirección  $[110]$  hasta un 80 % aproximadamente del valor final alcanzado, mientras que la tensión acumulada a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$  permanece constante. Este comportamiento nos indica precisamente que se están formando los hilos cuánticos, que debido a su geometría relajan tensión únicamente en la dirección perpendicular a su orientación, es decir, en la  $[110]$ . De las medidas *in situ* de tensión se deduce que la relajación elástica que producen los hilos en esa dirección es  $\sim 20 \%$ .

De la pendiente de la tensión acumulada durante el régimen pseudomórfico se puede extraer el valor de la tensión biaxial correspondiente a una monocapa de InAs,  $\sigma_{\text{exp}} (1 \text{ MC}) = 0,9 \text{ Nm}^{-1}\text{MC}^{-1}$ . Este valor supera ligeramente al calculado a partir de las constantes elásticas de InAs,  $\sigma_{\text{ps}} = 0,78 \text{ Nm}^{-1}\text{MC}^{-1}$ , pero hay que tener en cuenta que las constantes elásticas de una o dos monocapas de material son probablemente diferentes a las del material masivo. (De nuestros datos experimentales se obtendría que el módulo biaxial de una monocapa de InAs es un 15 % superior al del InAs masivo.)

Por otro lado, si se analiza con mayor detalle la evolución de  $\Sigma\sigma$  durante la deposición de InAs se obtiene que, a lo largo de la dirección  $[110]$ , la tensión acumulada aumenta linealmente con el espesor hasta alcanzar las dos monocapas, donde se produce un pequeño cambio de pendiente que señala el inicio de los procesos de relajación elástica a lo largo de esa dirección, es decir, la formación de los hilos cuánticos. En la dirección  $[1\bar{1}0]$ , por el contrario, la tensión acumulada aumenta linealmente con el espesor en todo este intervalo, puesto que en esta dirección no

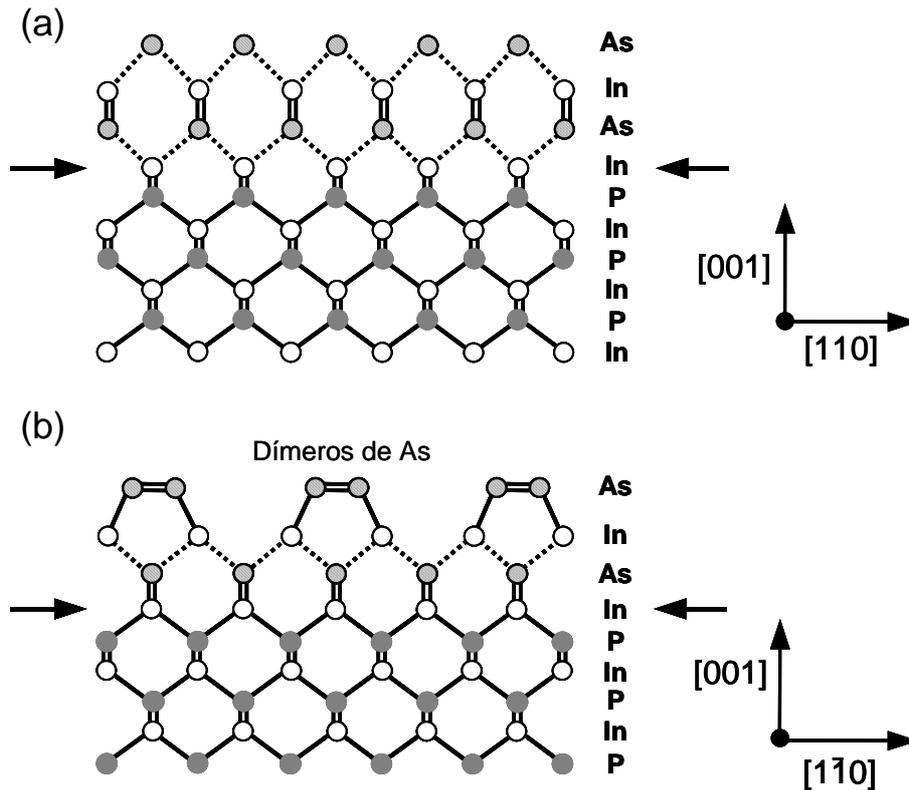
actúan los mecanismos de relajación elástica asociados a los hilos. Así, a pesar de que en el diagrama RHEED no se observa claramente la transición 2D/3D hasta que finaliza la deposición de InAs, parece que el espesor crítico  $h_{3D}$  a  $T_s = 480$  °C está en torno a 2 MC de InAs depositado, aunque no debemos olvidar que éste no es el espesor real de la capa de InAs, pues a la cantidad depositada hay que añadir la incorporada a través de los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo. En este caso, la transición 2D/3D tiene lugar al alcanzar el espesor crítico  $h_{3D}$  porque el crecimiento tiene lugar a alta temperatura, y la difusión superficial es suficiente para que se reorganice el material y se formen los núcleos tridimensionales. Cuando la deposición de InAs se efectúa a menor temperatura, la capa permanece pseudomórfica al sustrato aunque su espesor supere  $h_{3D}$ , y los hilos no aparecen hasta que no se calienta dicha capa por encima de  $T_s = 480$  °C, como ya hemos explicado anteriormente.

Por último, las medidas *in situ* de evolución de la tensión durante la fabricación de los hilos cuánticos (figura IV.2) muestran la existencia de una notable anisotropía a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ : la cantidad de tensión acumulada es mucho mayor en la dirección  $[110]$  que en la  $[1\bar{1}0]$ . Esta anisotropía, que se debe a la asimetría en la configuración de la intercara y la superficie, como se verá a continuación, constituye la causa de la formación de hilos en lugar de puntos cuánticos en el sistema heteroepitaxial InAs/InP (001). Como se ha explicado en la introducción, la formación de las estructuras tridimensionales se produce cuando en la capa se alcanza cierto valor umbral de energía elástica acumulada, o de tensión acumulada (ver ecuaciones III.5 y III.11). Puesto que en este caso la tensión acumulada es mayor en la dirección  $[110]$ , dicho valor umbral es superado en primer lugar en esa dirección, de manera que en cuanto esto ocurre el sistema genera estructuras capaces de relajar ese exceso de tensión y aparecen los hilos orientados a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ . Además, dado que ésta es la dirección preferente de difusión de la superficie, se favorece la organización y la uniformidad de estos hilos cuánticos.

La figura IV.4 muestra, de manera esquemática, la estructura de la intercara en un sistema heteroepitaxial que consta de dos monocapas de InAs sobre InP (001) y cuya superficie se encuentra reconstruida en la configuración  $(2 \times 4)$ . Los dibujos representan las secciones transversales de dicha intercara a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ : (a)  $[110]$  y (b)  $[1\bar{1}0]$ . En los sistemas cuya superficie presenta la reconstrucción  $(2 \times 4)$ , como ocurre durante todo el proceso de fabricación de los hilos, la capa atómica más superficial está formada por átomos del elemento del grupo V (por eso se dice de estas superficies que están estabilizadas en el elemento del grupo V). Además, los átomos superficiales disponen de enlaces libres y, para minimizar su energía, forman dímeros con los átomos adyacentes, que en el caso de los átomos del elemento del grupo V de la reconstrucción  $(2 \times 4)$  son paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$ .\* Así, en los esquemas de la figura IV.4 la última capa atómica es una capa de arsénico, y en el dibujo (b) se

---

\*En el apéndice A se incluyen los diagramas de las distintas reconstrucciones superficiales que aparecen de manera habitual durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de semiconductores III-V.



**Figura IV.4:** Dibujo esquemático de la intercara InAs/InP (001) a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ : (a)  $[110]$  y (b)  $[1\bar{1}0]$ . En línea discontinua aparecen los enlaces que generan tensión en cada dirección.

observan los dímeros correspondientes. Por otro lado, tal y como puede verse en la figura, los enlaces entre los átomos pertenecientes a los elementos de los grupos III y V, que son de tipo covalente y altamente direccionales, están orientados a lo largo de las direcciones  $\langle 111 \rangle$ , según toca en una red cristalina de tipo esfalerita. Estos enlaces se van alternando a lo largo de la dirección  $[001]$ , de manera que en una capa los enlaces se dirigen en las direcciones  $[111]$  y  $[\bar{1}\bar{1}1]$ , y por lo tanto su proyección en el plano de la intercara recae en la dirección  $[110]$ , y en la capa siguiente los enlaces corresponden a las direcciones  $[\bar{1}11]$  y  $[1\bar{1}1]$  y proyectan sobre la  $[1\bar{1}0]$ .

La fuerte direccionalidad de los enlaces en esta estructura cristalina implica que las medidas de tensión acumulada en cada una de las direcciones  $\langle 110 \rangle$  nos den información de los enlaces distorsionados cuya proyección recae en esa dirección, sin que apenas exista contribución proveniente de los otros enlaces. En el caso del sistema heteroepitaxial InAs/InP las medidas de tensión acumulada detectan los enlaces In-As, deformados en compresión al crecer estas capas acopladas a la red de InP ( $a_{\text{InP}} = 0,58688 \text{ nm}$ ,  $a_{\text{InAs}} = 0,60585 \text{ nm}$ ). En la figura IV.4, aparecen señalados con línea discontinua en cada sección transversal los enlaces In-As con proyección en la

dirección  $\langle 110 \rangle$  correspondiente. Así, en la figura IV.4-(a) se observan dos capas de enlaces que contribuyen a la tensión acumulada en la dirección  $[110]$ , mientras que a la tensión acumulada en la dirección perpendicular (figura IV.4-(b)) sólo le afecta una capa de enlaces, de manera la tensión acumulada será mayor en la dirección  $[110]$ , en perfecto acuerdo con los resultados experimentales mostrados en la figura IV.2.

Esta asimetría en el número de capas de enlaces que contribuye a la tensión acumulada en cada dirección se debe a dos razones fundamentalmente. En primer lugar, en el sistema heteroepitaxial InAs/InP los compuestos constituyentes poseen distinto elemento del grupo V, y en consecuencia son las capas de átomos del elemento V diferente, arsénico en este caso, con las capas de enlaces asociadas, las que generan tensión. En segundo lugar, la superficie de este sistema está estabilizada en el elemento del grupo V, como ocurre habitualmente durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares, y por lo tanto la capa más superficial de átomos de arsénico sólo posee una capa de enlaces asociada, y no dos como sucede con el resto de capas interiores. Así pues, la existencia de anisotropía en la tensión acumulada, causa de la formación de los hilos, no es exclusiva del sistema InAs/InP, sino que se puede generalizar a todos los sistemas heteroepitaxiales que involucren compuestos con el elemento del grupo V diferente, siempre que el crecimiento se realice en condiciones en las que la superficie esté estabilizada en elemento del grupo V, y de hecho ya se ha comprobado que en el sistema GaAs/GaP (001) también se obtienen hilos cuánticos.<sup>[45]</sup>

Por el contrario, en sistemas heteroepitaxiales cuyos constituyentes contienen elementos del grupo III diferentes, por ejemplo InAs/GaAs, no se produce esta asimetría en el número de capas de enlaces deformados en cada dirección. En este caso, y siempre considerando que la superficie está estabilizada en el elemento del grupo V, todas las capas de In son interiores y llevan asociadas dos capas de enlaces deformados, cada una de ellas con proyección en una de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ . Por lo tanto, la tensión acumulada es la misma en las dos direcciones, el valor umbral se alcanza a la vez y una vez superado el sistema genera puntos cuánticos, que rebajan la energía elástica en todas las direcciones.

Volviendo al caso de sistemas del tipo InAs/InP, podemos considerar la circunstancia poco frecuente pero posible de crecimiento en condiciones en las que la superficie esté estabilizada en el elemento del grupo III. En esta situación todas las capas de arsénico serán internas y podríamos obtener puntos cuánticos y, en efecto, se ha conseguido este tipo de nanoestructuras en InAs/InP cuando la superficie presentaba la reconstrucción superficial  $(4 \times 2)$ ,<sup>[25]</sup> que corresponde a la estabilización de la superficie en el elemento del grupo III.\*

*En resumen, la existencia de una asimetría en la configuración de los enlaces entre la intercara y la superficie, característica de todos los sistemas heteroepitaxiales*

---

\*En el apéndice A aparece un diagrama con la estructura de la reconstrucción  $(4 \times 2)$ .

*constituidos por compuestos con diferente elemento del grupo V y cuya superficie está estabilizada en el elemento del grupo V, provoca una fuerte anisotropía en la tensión acumulada a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  que es la responsable de la formación de los hilos cuánticos en este tipo de sistemas.*

### **IV.3. Procesos de intercambio entre arsénico y fósforo durante el crecimiento de InAs/InP (001)**

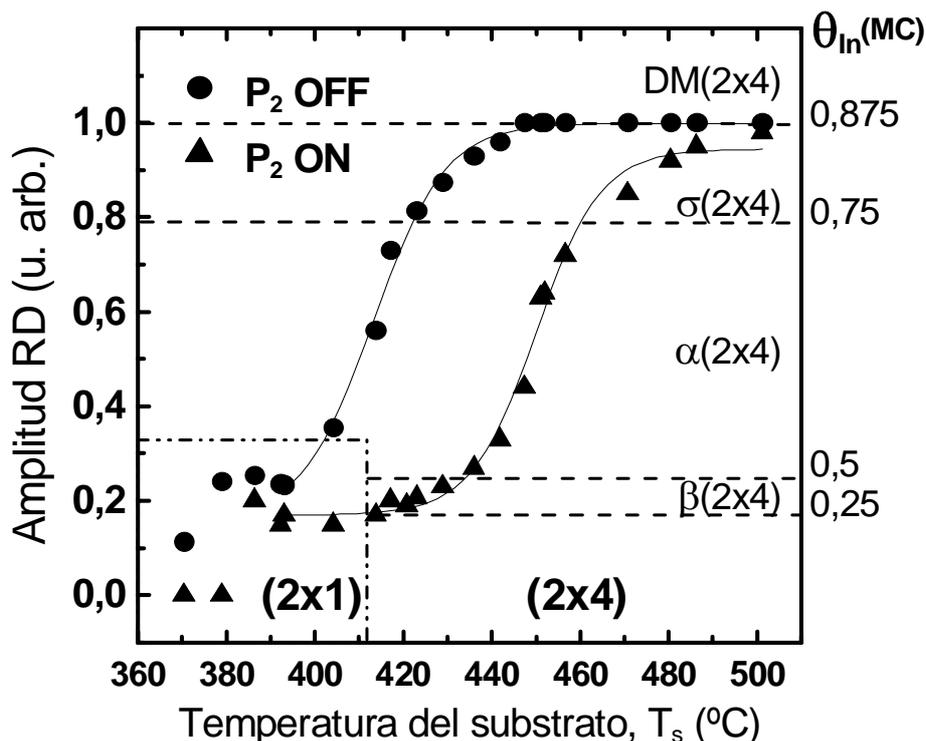
Como ya se ha comentado en la introducción, los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo, y entre elementos del grupo V en general, son intrínsecos al crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de sistemas heteroepitaxiales cuyos componentes contienen elementos diferentes de dicho grupo. De hecho, durante la fabricación de los hilos cuánticos, y en el momento en que se interrumpe el flujo de fósforo y se establece el de arsénico sobre la superficie de InP, se incorpora cierta cantidad de arsénico en la red debido a estos procesos de intercambio, como se ha visto en la figura IV.2. Así pues, el espesor total de la capa de InAs, y en consecuencia la cantidad total de material involucrado en las nanoestructuras, vienen determinados por estos procesos. A continuación se exponen los estudios *in situ* que hemos llevado a cabo, utilizando la técnica de monitorización de la tensión en tiempo real junto con medidas de reflectancia diferencial, acerca de los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo. Los procesos de intercambio dependen de la temperatura del sustrato, del tiempo de exposición de la superficie al flujo correspondiente, de la cantidad de flujo y de la reconstrucción superficial.<sup>[34-40]</sup> Ahora bien, puesto que nuestro interés fundamental se ha centrado en los procesos de intercambio asociados a la fabricación de los hilos cuánticos de InAs/InP, para así obtener un mayor control de dichas nanoestructuras, hemos limitado nuestro estudio a los tiempos de exposición, flujos y temperaturas del sustrato relevantes para el crecimiento de dicho sistema heteroepitaxial mediante epitaxia por haces moleculares.

Así, los experimentos de intercambio se han llevado a cabo mediante la exposición de una superficie de InP (001) a un flujo de arsénico en el intervalo de temperaturas comprendido entre  $T_s = 370$  °C y  $T_s = 500$  °C, según la siguiente secuencia: una vez que la temperatura del sustrato se ha estabilizado en el valor deseado, se mantiene la superficie de InP bajo flujo de fósforo durante unos minutos; a continuación se interrumpe dicho flujo, y ocho segundos después se expone la superficie al flujo de arsénico por cinco segundos; finalmente, se corta el flujo de arsénico y se establece de nuevo el de fósforo para analizar el proceso de intercambio inverso. En estos experimentos se han empleado los mismos flujos de fósforo y de arsénico que durante la fabricación de los hilos cuánticos:  $\text{BEP}(\text{P}_2) = 6,7 \times 10^{-6}$  mbar y  $\text{BEP}(\text{As}_4) = 3,3 \times 10^{-6}$  mbar. La reconstrucción de la superficie fue seguida a través del diagrama RHEED durante todo el proceso. Bajo flujo de fósforo, la superficie presentaba la reconstrucción  $(2 \times 1)$  entre  $T_s = 370$  °C y  $T_s = 410$  °C y la  $(2 \times 4)$  a temperaturas superiores, mientras que bajo flujo de arsénico se vio la reconstrucción  $(2 \times 4)$  en todo el intervalo de temperaturas analizado.

Todos estos experimentos se han llevado a cabo por duplicado sobre dos substratos de InP (001) cortados en forma de viga, cada uno de ellos con el eje largo paralelo a una de las direcciones  $\langle 110 \rangle$ , para así determinar la evolución de la tensión acumulada en estas dos direcciones. Antes de realizar los experimentos de intercambio, se depositó sobre el sustrato una capa tampón de InP de 200 nm de espesor. Al igual que en el seguimiento de la formación de los hilos cuánticos, hemos utilizado substratos de InP (001) adelgazados para aumentar la sensibilidad de las medidas de tensión. En estas condiciones, la técnica es sensible tanto a la tensión que introduce la incorporación de pequeñas cantidades de material con diferente parámetro de red como a las variaciones en tensión superficial asociadas a los cambios de reconstrucción.<sup>[46]</sup> Además, me gustaría recordar que la técnica empleada nos permite medir variaciones en la tensión, pero no la tensión absoluta de nuestro sistema, por lo que el cero en nuestras medidas se ha establecido de manera arbitraria. Bien es cierto que, en el caso de medidas de evolución de la tensión acumulada durante la deposición de un material tensado, es natural elegir el cero en el nivel de señal detectado antes de que comience la deposición de dicho material. Sin embargo, cuando las variaciones en la tensión superficial contribuyen en gran medida a la señal total, como veremos que ocurre en los experimentos de intercambio, el cero es simplemente un nivel de referencia a partir del cual se observan aumentos o disminuciones en la tensión acumulada.

Por otro lado, la estequiometría inicial de la superficie de InP puede influir en los procesos de intercambio, de manera que en primer lugar hemos analizado la superficie con medidas *in situ* de reflectancia diferencial (RD). Las medidas de reflectancia diferencial realizadas, para las que se ha utilizado un láser de He-Ne, proporcionan información acerca de la población de dímeros de elemento del grupo III presentes en la superficie, como se expuso en el apartado II.4.2. La figura IV.5 muestra la señal RD en el intervalo de temperaturas comprendido entre  $T_s = 370$  °C y 500 °C, normalizada a la variación total de señal obtenida. Los triángulos corresponden a la señal cuando la superficie está estabilizada bajo flujo de fósforo, y los círculos representan la señal RD tras ocho segundos sin dicho flujo. En la figura también se recoge la reconstrucción que mostraba la superficie en cada caso. Excepto para las temperaturas más bajas, donde aparecía la reconstrucción (2×1), en el resto de condiciones la superficie se encontraba reconstruida en la configuración (2×4), que en la superficie de InP presenta, según estudios recientes, diferentes fases que abarcan desde una superficie con mayor proporción de átomos del elemento del grupo V que del elemento del grupo III hasta una superficie con la estequiometría opuesta.<sup>[47-49]</sup> En el apéndice A se incluye una descripción más detallada de la estructura de cada una de estas fases.

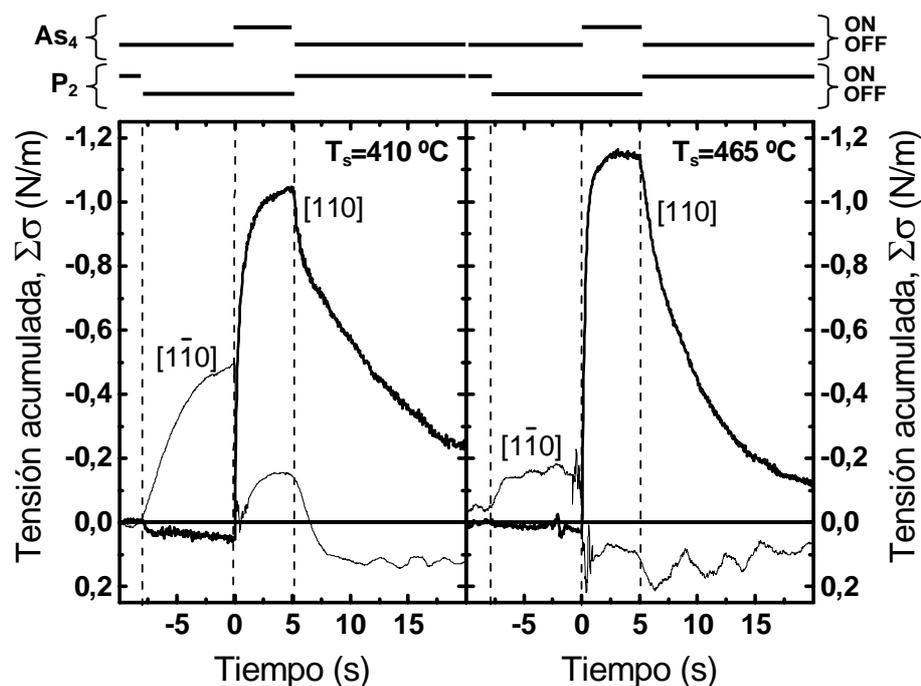
Debido precisamente a la existencia de diferentes fases en la reconstrucción (2×4) de la superficie de fósforo, la señal RD no es directamente proporcional a la cantidad de dímeros de indio presentes en la superficie sino que la relación entre ellas es más complicada, puesto que la señal RD depende de la estructura de la superficie en cada caso. Sin embargo, basándonos en los espectros de reflectancia diferencial que Esser y sus colaboradores han calculado para las distintas fases de esta reconstrucción en InP (001),<sup>[47]</sup> hemos estimado los niveles de señal RD correspondientes a cada fase, y en la figura IV.5, en el eje derecho de la gráfica, aparecen marcados los valores de



**Figura IV.5:** Señal de reflectancia diferencial, o amplitud RD, de la superficie de InP (001) bajo flujo de fósforo (triángulos) y sin flujo de fósforo (círculos) en función de la temperatura del sustrato ( $T_s$ ). La amplitud RD correspondiente a las diferentes fases que presenta la reconstrucción ( $2 \times 4$ ) de la superficie de InP (001), así como el recubrimiento de In asociado a cada fase, se muestran en la parte derecha de la gráfica.

señal RD que delimitan cada fase, así como el recubrimiento de indio asociado,  $\theta_{In}$ , en monocapas. Por otro lado, los espectros de reflectancia diferencial pertenecientes a superficies de InP que aparecen en la literatura<sup>[50]</sup> muestran que el nivel de señal RD de la superficie de InP (001) con reconstrucción ( $2 \times 1$ ) en la longitud de onda correspondiente a la del láser de He-Ne coincide con el nivel de la fase de la reconstrucción ( $2 \times 4$ ) con mayor contenido en fósforo,  $\beta(2 \times 4)$ , y por eso en la figura IV.5 la amplitud RD es la misma en ambos casos a pesar de que el recubrimiento de indio asociado es diferente ( $\theta_{In}(2 \times 1) = 0$ , la superficie de InP (001) con reconstrucción ( $2 \times 1$ ) está totalmente cubierta por dímeros de fósforo, como puede verse en el apéndice A).

Los resultados mostrados en la figura IV.5 nos indican cómo cambia la estequiometría de la superficie de InP (001) con y sin flujo de fósforo en función de la temperatura. Así, se ve que, en el intervalo de temperaturas estudiado, gran cantidad de fósforo se desorbe de la superficie al cesar el flujo de dicho elemento. Además, cuanto mayor es  $T_s$  menor es la cantidad de fósforo presente en dicha superficie, de manera que a  $T_s = 480$  °C, por ejemplo, apenas tenemos 0,175 monocapas de fósforo en la superficie incluso en presencia del flujo de fósforo utilizado en los experimentos.

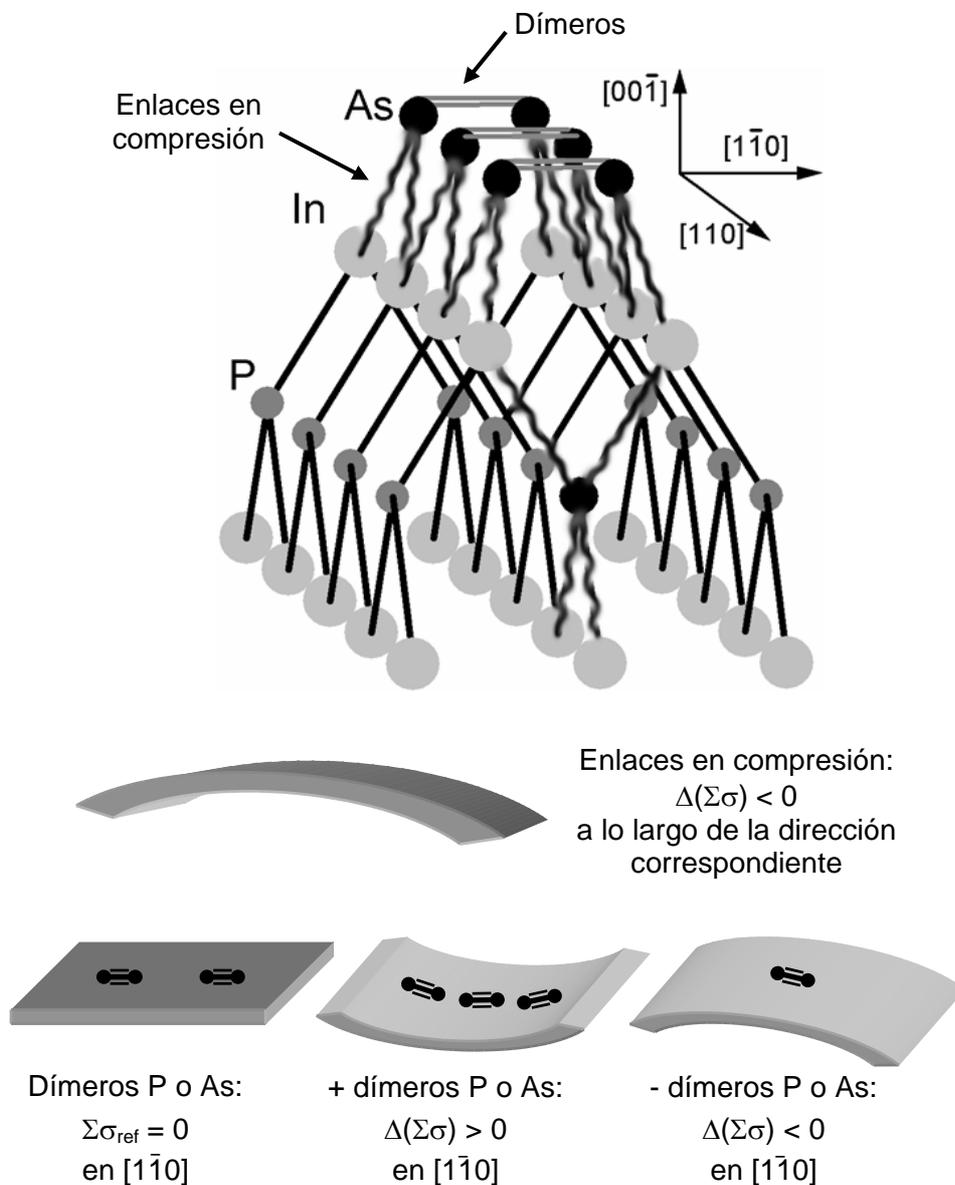


**Figura IV.6:** Evolución de la tensión acumulada a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  durante los experimentos de intercambio entre arsénico y fósforo en la superficie de InP (001) a dos temperaturas del sustrato diferentes,  $T_s = 410 \text{ °C}$  (izquierda) y  $T_s = 465 \text{ °C}$  (derecha). La secuencia de flujos está indicada encima de la gráfica.

La figura IV.6 muestra la evolución de la tensión acumulada en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  durante experimentos de intercambio a dos temperaturas diferentes,  $T_s = 410 \text{ °C}$  y  $T_s = 465 \text{ °C}$ . La secuencia de flujos, tal y como ha sido descrita anteriormente, aparece en la parte superior de las gráficas. Como se ve en la figura, el comportamiento de la tensión acumulada es diferente en cada una de las dos direcciones, debido a la asimetría de los enlaces en la capa atómica más superficial. Antes de analizar los resultados expuestos en la figura IV.6, explicaré las contribuciones a la tensión acumulada en cada dirección, expuestas de manera esquemática en la figura IV.7.

Cuando en la superficie de una red de InP se incorporan átomos de arsénico, los enlaces que generan con los átomos de indio, orientados en direcciones con proyección sobre la  $[110]$ , están en compresión (ver figura IV.7). Así, esta incorporación provoca la acumulación de tensión en compresión,  $\Delta(\Sigma\sigma) < 0$ , sólo en la dirección  $[110]$ . Por el contrario, la incorporación de átomos de arsénico en posiciones internas de la red de InP sí genera enlaces en compresión con proyección en las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ , de manera que en este caso la contribución a la tensión acumulada, de signo negativo, se produce en las dos direcciones. Por otro lado, los átomos más superficiales, que poseen enlaces libres, forman dímeros con los átomos vecinos para minimizar su energía, y es la formación de estos dímeros la que provoca los cambios de tensión superficial

asociados con las reconstrucciones superficiales.<sup>[46]</sup> En concreto, los dímeros de átomos del elemento del grupo V en las reconstrucciones (2×4) y (2×1), tanto arsénico como fósforo en nuestro caso, están orientados a lo largo de la dirección  $[1\bar{1}0]$ , de manera que los cambios en la población de dichos átomos provocan variaciones en la



**Figura IV.7:** Diagrama esquemático de las direcciones de los enlaces en una red de InP a la que se ha incorporado una capa de arsénico en la superficie y un átomo de arsénico en una capa más profunda. Los enlaces As-In, que están en compresión, aparecen deformados. Debajo de este esquema aparecen ilustradas las contribuciones a los cambios de curvatura correspondientes tanto a los enlaces en compresión como al cambio en la población de dímeros de la superficie.

tensión acumulada en esta dirección. Así, un aumento en la cantidad de dímeros presente en la superficie produce una contribución de signo positivo a la tensión acumulada en la dirección  $[1\bar{1}0]$ , mientras que un descenso en dicha población contribuye con signo negativo (ver figura IV.7).

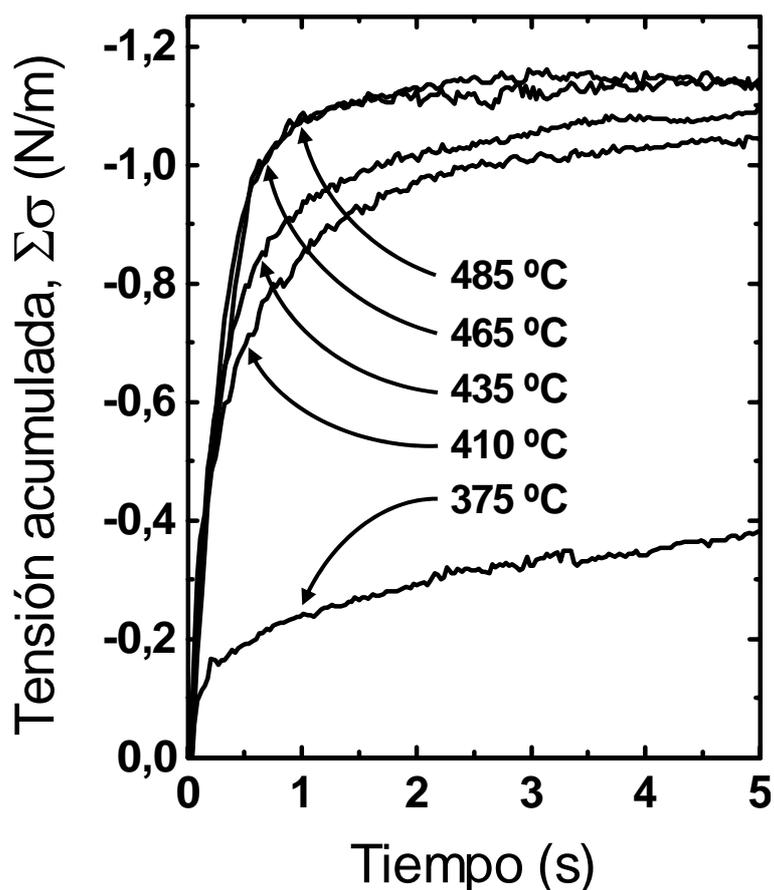
Analicemos ahora la evolución de la tensión acumulada durante los experimentos de intercambio mostrados en la figura IV.6. Como puede verse en la figura, el comportamiento para las dos temperaturas es similar. Puesto que el cero es arbitrario, el criterio seguido para establecerlo ha sido el siguiente en todos los casos: hemos tomado como cero de la tensión acumulada el nivel de tensión que presentaba la superficie de InP bajo flujo de fósforo a la temperatura a la que se ha realizado cada experimento de intercambio. Si comenzamos con la señal correspondiente a la dirección  $[1\bar{1}0]$ , al interrumpir el flujo de fósforo se observa un cambio, de signo negativo, en  $\Sigma\sigma$ , que nos indica que la población de dímeros de fósforo de la superficie disminuye, en total acuerdo con los resultados obtenidos de las medidas RD (figura IV.5). Además, según las medidas RD la reducción en la cantidad de dímeros de fósforo presentes en la superficie al cesar el flujo de fósforo es mayor a  $T_s = 410$  °C que a  $T_s = 465$  °C y, de hecho, las variaciones en la tensión acumulada asociadas con la desorción de los dímeros son mayores a  $T_s = 410$  °C. Por otro lado, las medidas RD indican que, tras ocho segundos sin flujo de fósforo, el recubrimiento de indio de la superficie es superior al 60 % a las dos temperaturas analizadas (figura IV.5 de nuevo), de manera que, al abrir el flujo de arsénico, los átomos de arsénico se incorporan rápidamente en esta superficie rica en indio y altamente reactiva, donde por supuesto forman dímeros. En consecuencia, la tensión acumulada en la dirección  $[1\bar{1}0]$ , en respuesta a este aumento en la población de dímeros sobre la superficie, experimenta un cambio de signo positivo. Según prosigue la exposición de la superficie al flujo de arsénico, dos contribuciones de signo contrario afectan a la tensión acumulada en esta dirección. Por un lado, si sigue aumentando la población de dímeros en la superficie,  $\Delta(\Sigma\sigma) > 0$ , pero por otro lado, si comienzan a incorporarse átomos de arsénico en capas interiores de la red de InP,  $\Delta(\Sigma\sigma) < 0$ . Así, la interpretación de la evolución de la tensión acumulada con la superficie bajo flujo de arsénico no es evidente en esta dirección, y resulta más conveniente analizar esta parte del proceso a partir de las medidas en la dirección  $[110]$ .

La tensión acumulada en la dirección  $[110]$  no es sensible a las variaciones en la población de dímeros de elemento del grupo V, aunque sí lo sería a los dímeros de elemento del grupo III, que son paralelos a esta dirección. Sin embargo, tal y como se ve en la figura IV.6, parece que los dímeros de indio tienen una contribución mucho menor que los de arsénico y fósforo a la tensión superficial, lo que podría deberse a que la longitud de enlace de los dímeros de indio ( $\sim 0,29$  nm) es mayor que la de los dímeros de fósforo ( $\sim 0,22$  nm) o arsénico ( $\sim 0,24$  nm).<sup>[51]</sup> Lo que sí se observa en la dirección  $[110]$  es un rápido aumento en la tensión acumulada de compresión (signo negativo) cuando la superficie de InP se expone al flujo de arsénico, que corresponde al enlace de los átomos de arsénico con los átomos de indio del cristal presentes en la superficie a causa de la desorción de fósforo. La superficie de InP contiene, en

ausencia de flujo de fósforo, un mayor recubrimiento de átomos de indio a  $T_s = 465\text{ °C}$  que a  $T_s = 410\text{ °C}$ , según se deduce de las medidas RD (figura IV.5), y por lo tanto se incorpora mayor cantidad de arsénico (mayor variación en  $\Sigma\sigma$ ) a la temperatura más alta. Por otro lado, tampoco podemos descartar que, en este proceso, algo de arsénico se haya incorporado en la primera capa interior de la red de InP, o que se hayan formado islas de InAs, de altura monoatómica, sobre la superficie, como consecuencia de la reacción del arsénico con átomos de indio que hayan quedado libres al desorberse el fósforo. Finalmente, al cortar el flujo de arsénico y restablecer el de fósforo, la figura IV.6 muestra cómo los átomos de arsénico van abandonando la red de InP y la superficie recupera su estado inicial. Aunque en la figura no se ha incluido el proceso de intercambio inverso completo, la superficie recupera totalmente el nivel de tensión inicial, lo que indica que el intercambio entre átomos de arsénico y fósforo es completamente reversible.<sup>[37,39]</sup> La cinética del proceso de sustitución de los átomos de arsénico por los de fósforo depende de la temperatura del sustrato, y es más rápida cuanto mayor es  $T_s$ , como puede verse en la figura IV.6.

La figura IV.8 muestra, con mayor detalle, la evolución de la tensión acumulada en la dirección [110] durante la exposición de la superficie de InP (001) a un flujo de arsénico por cinco segundos a diferentes temperaturas. En la figura se observa cómo, a mayor temperatura, más cantidad de arsénico se incorpora. Por encima de  $465\text{ °C}$ , tanto el nivel de tensión como su ritmo de evolución saturan. Esta saturación tiene lugar a las temperaturas en las que la superficie presenta un recubrimiento máximo de indio en ausencia de flujo de fósforo (ver figura IV.5). La superficie a esta temperatura es altamente reactiva, debido a la gran cantidad de átomos de indio presentes, y el arsénico se incorpora muy rápidamente. A menores valores de  $T_s$ , el recubrimiento de indio en la superficie es menor, y por tanto se incorporan menos átomos de arsénico. Además, a estas temperaturas más bajas,  $T_s < 450\text{ °C}$ , podríamos distinguir dos etapas, con dos velocidades distintas, en la incorporación del arsénico. Por un lado, se observa un proceso muy rápido, como el que ocurre a temperaturas altas, que asociamos a la reacción de los átomos de arsénico con los átomos de indio presentes en la superficie, y cuya amplitud depende pues del recubrimiento inicial de indio de la superficie. Por otro lado, aparece un proceso mucho más lento, que podría explicarse porque los átomos de arsénico que llegan a la superficie desplazan poco a poco a los de fósforo que están allí todavía y ocupan su lugar, o también por la incorporación del arsénico en capas interiores de la red de InP, proceso que sin duda necesita más tiempo que la incorporación del arsénico en la superficie ya que los átomos han de atravesar una capa anterior. No obstante, los resultados mostrados en la figura IV.8 prueban que la mayor parte del arsénico se incorpora en la etapa rápida, que es entonces el proceso relevante en el intercambio entre arsénico y fósforo que tiene lugar a estas temperaturas y en estas escalas de tiempo.

Los valores de tensión acumulada obtenidos tras cinco segundos de exposición de la superficie de InP a un flujo de arsénico están entre 0,3 y 1,4 N/m. De las medidas de evolución de la tensión acumulada durante la deposición de InAs en la fabricación de los hilos cuánticos extraímos la tensión que incorpora una monocapa de InAs:  $\sigma_{\text{exp}}(1\text{ MC}) = 0,9\text{ Nm}^{-1}\text{MC}^{-1}$ . Utilizando este valor podemos estimar, a partir de los



**Figura IV.8:** Evolución, a diferentes temperaturas, de la tensión acumulada a lo largo de la dirección [110] durante la exposición de una superficie de InP (001) a un flujo de arsénico.

datos de tensión acumulada en la dirección [110] obtenidos durante los experimentos de intercambio, la cantidad de InAs incorporado en la red debido a estos procesos para cada temperatura. La tabla IV.1 muestra los resultados de este cálculo. El valor de 1,5 MC, obtenido para  $T_s = 500$  °C, corresponde a condiciones en las que la superficie mostraba, bajo flujo de arsénico, la reconstrucción (4×2). El cálculo empleado para determinar la cantidad de arsénico incorporado en la red a partir de los valores de tensión acumulada es una aproximación simple en la que no se han tenido en cuenta las posibles contribuciones a la tensión acumulada debidas a variaciones en la tensión superficial provocadas por el cambio de sistema material, InAs/InP. Sin embargo, según nuestros resultados estas contribuciones son muy pequeñas en la dirección [110] comparadas con los valores de tensión acumulada asociados a la existencia de enlaces en compresión, por lo que podemos despreciarlas para nuestra estimación.

Si ahora volvemos a la fabricación de los hilos cuánticos, y consideramos de nuevo los resultados mostrados en la figura IV.2, podemos calcular la cantidad de InAs incorporado debido a los procesos de intercambio, 1,3 monocapas en este caso. Por

$T_s$ (°C)	375	400	410	435	465	485	500
As incorporado (MC)	0,4	0,9	1,1	1,2	1,3	1,3	1,5

**Tabla IV.1:** Monocapas (MC) de arsénico, o de InAs, incorporado en una superficie de InP (001) tras su exposición a un flujo de arsénico durante cinco segundos a diferentes temperaturas.

supuesto, este valor está en total acuerdo con el obtenido con los experimentos de intercambio para  $T_s = 480$  °C. Así pues, las nanoestructuras obtenidas no constan de 2,6 MC de InAs, que era la cantidad depositada voluntariamente, sino que contiene 3,9 monocapas. Por otro lado, de las medidas en la dirección [110] dedujimos que el espesor crítico  $h_{3D}$  estaba en 2 MC de InAs depositado, y si a este añadimos la cantidad de InAs incorporada por los procesos de intercambio, obtenemos que el espesor real de la capa de InAs cuando se produce la transición 2D/3D es  $h_{3D} = 3,3$  MC.

*En resumen, de los resultados expuestos en este apartado se puede concluir que, en el intervalo de temperaturas y tiempos de exposición relevantes para el crecimiento del sistema heteroepitaxial InAs/InP (001) por MBE, los átomos de arsénico no desplazan activamente a los de fósforo de la superficie de InP sino que, al exponer esta superficie a un flujo de arsénico, los átomos de arsénico se enlazan con los átomos de indio que han quedado en la superficie debido a la desorción de fósforo. Así, puesto que la cantidad de fósforo desorbido al interrumpir su flujo depende de la temperatura del sustrato, la cantidad de arsénico incorporado viene determinada por  $T_s$ . Además, si se quiere evitar la incorporación no intencionada de arsénico al permutar los flujos durante la fabricación de este sistema heteroepitaxial, es necesario mantener la temperatura del sustrato por debajo de las temperaturas a las que el fósforo se desorbe de la superficie ( $T_s < 370$  °C).*

#### IV.4. Conclusiones

Las medidas *in situ* de evolución de la tensión durante la fabricación de los hilos cuánticos de InAs/InP (001) mediante epitaxia por haces moleculares muestran la existencia de una notoria anisotropía en la tensión a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ : la tensión es mayor en la dirección [110] que en la  $[1\bar{1}0]$ . Esta anisotropía es intrínseca al sistema dada la asimetría de la configuración de enlaces entre la intercara y la superficie, y es la responsable de que en este sistema se formen, en lugar de puntos, hilos cuánticos que, dada su geometría, relajan de manera elástica la tensión en la dirección [110]. Este resultado se puede extender a la fabricación de nanoestructuras en cualquier sistema heteroepitaxial de semiconductores de tipo III-V cuyos constituyentes tengan el elemento del grupo V diferente, siempre que el crecimiento se realice en condiciones en las que la superficie esté estabilizada en el elemento del grupo V con una reconstrucción superficial de tipo  $(2 \times 4)$ , pues en este caso siempre

aparecerá la misma asimetría de los enlaces entre la intercara y la superficie.

Por otro lado, también hemos estudiado, mediante medidas *in situ* de evolución de la tensión en conjunto con medidas RD de la estequiometría superficial, los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo que tienen lugar en la fabricación de los hilos cuánticos al permutar los flujos de dichos elementos. Nuestros resultados muestran que, en el intervalo de temperaturas y tiempos de exposición relevantes para el crecimiento del sistema heteroepitaxial InAs/InP (001) por MBE, gran parte del fósforo se desorbe de la superficie al cesar el flujo de este elemento, de manera que, cuando la superficie se expone al flujo de arsénico, los átomos de arsénico que llegan a la superficie enlazan fácilmente con los átomos de indio allí presentes. La cantidad de fósforo desorbido depende de la temperatura del sustrato, por lo que la cantidad de arsénico incorporado viene determinada por esta  $T_s$ . A partir de los valores de tensión acumulada en la dirección [110] hemos extraído la cantidad de arsénico incorporado en una superficie de InP (001) tras su exposición a un flujo de arsénico en función de la temperatura.

### Bibliografía

- [1] J. Tersoff y F. K. LeGoues, *Competing relaxation mechanisms in strained layers*, Phys. Rev. Lett. **72**, 3570 (1994).
- [2] W. Seifert, N. Carlsson, M. Miller, M.-E. Pistol, L. Samuelson y L. R. Wallenberg, *In-situ growth of quantum dot structures by the Stranski-Krastanow growth mode*, Prog. Cryst. Growth Charact. **33**, 423 (1996).
- [3] K. Brunner, *Si/Ge nanostructures*, Rep. Prog. Phys. **65**, 27 (2002).
- [4] A. Trampert, E. Tournié y K. H. Ploog, *Novel plastic strain-relaxation mode in highly mismatched III-V layers induced by two-dimensional epitaxial growth*, Appl. Phys. Lett. **66**, 2265 (1995).
- [5] R. Beanland, D. J. Dunstan y P. J. Goodhew, *Plastic relaxation and relaxed buffer layers for semiconductor epitaxy*, Advances in Physics **45**, 87 (1996).
- [6] G. Chen, N. H. Bonadeo, D. G. Steel, D. Gammon, D. S. Katzer, D. Park y L. J. Sham, *Optically induced entanglement of excitons in a single quantum dot*, Science **289**, 1906 (2000).
- [7] M. Asada, M. Miyamoto y Y. Suematsu, *Gain and the threshold of three-dimensional quantum box lasers*, IEEE J. Quantum Electron. **QE-22**, 1915 (1986).
- [8] A. Weber, O. Gauthier-Lafaye, F. H. Julien, J. Brault, M. Gendry, Y. Désières y T. Benyattou, *Strong normal incidence infrared absorption in self-organized InAs/InAlAs quantum dots grown on InP(001)*, Appl. Phys. Lett. **74**, 413 (1999).
- [9] J. M. Moison, F. Houzay, F. Barthe, L. Leprince, E. André y O. Vatel, *Self-organized growth of regular nanometer-scale InAs dots on GaAs*, Appl. Phys. Lett. **64**, 196 (1994).
- [10] J. M. García, T. Mankad, P. O. Holtz, P. J. Wellman y P. M. Petroff, *Electronic states tuning of InAs self-assembled quantum dots*, Appl. Phys. Lett. **72**, 3172 (1998).

- [11] A. Ponchet, A. Le Corre, H. L'Haridon, B. Lambert y S. Salaün, *Relationship between self-organization and size of InAs islands on InP(001) grown by gas-source molecular beam epitaxy*, Appl. Phys. Lett. **67**, 1850 (1995).
- [12] N. Lebouché-Girard, A. Rudra, E. Kapon, *Growth and transformation of ultra-thin InAs/InP layers obtained by chemical beam epitaxy*, J. Cryst. Growth **175-176**, 1210 (1997).
- [13] N. Carlsson, T. Junno, L. Montelius, M.-E. Pistol L. Samuelson y W. Seifert, *Growth of self-assembled InAs and InAs<sub>x</sub>P<sub>1-x</sub> dots on InP by metalorganic vapour phase epitaxy*, J. Cryst. Growth **191**, 347 (1998).
- [14] J. Brault, M. Gendry, G. Grenet, A. Solère, M. Phaner-Goutorbe, Y. Robach, L. Porte y G. Hollinger, *Strained InAs nanostructures self-organized on high-index InP(113) B*, Appl. Surf. Sci. **166**, 326 (2000).
- [15] Q. D. Zhuang, S. F. Yoon, H. Q. Zheng, K. H. Yuan, *Growth of self-organized InAs quantum dots on InP by solid-source molecular beam epitaxy*, J. Cryst. Growth **216**, 57 (2000).
- [16] C. Paranthoen, N. Bertru, O. Dehaese, A. Le Corre, S. Loualiche, B. Lambert y G. Patriarche, *Height dispersion control of InAs/InP quantum dots emitting at 1.55 μm*, Appl. Phys. Lett. **78**, 1751 (2001).
- [17] S. Fafard, Z. Wasilewski, J. McCaffrey, S. Raymond y S. Charbonneau, *InAs self-assembled quantum dots on InP by molecular beam epitaxy*, Appl. Phys. Lett. **68**, 991 (1996).
- [18] H. Marchand, P. Desjardins, S. Guillon, F.-E. Paultre, Z. Bougrioua, R. Y.-F. Yip y R. A. Masut, *Metalorganic vapor phase epitaxy of coherent self-assembled InAs nanometer-sized islands in InP(001)*, Appl. Phys. Lett. **71**, 527 (1997).
- [19] Y. Robach, M. Phaner, A. Solère, M. Gendry y L. Porte, *Strain induced formation of self-assembled nanostructures in the epitaxial growth of InAs and GaAs on InP(001)*, Appl. Phys. A **66**, S1031 (1998).
- [20] J. Brault, M. Gendry, G. Grenet, G. Hollinger, Y. Desières y T. Benyattou, *Role of buffer surface morphology and alloying effects on the properties of InAs nanostructures grown on InP(001)*, Appl. Phys. Lett. **73**, 2932 (1998).
- [21] H. Li, J. Wu, Z. Wang y T. Daniels-Race, *High density InAs nanowires realized in situ on InP*, Appl. Phys. Lett. **75**, 1173 (1999).
- [22] L. González, J. M. García, R. García, F. Briones, J. Martínez-Pastor y C. Ballesteros, *Influence of buffer-layer surface morphology on the self-organized growth of InAs on InP (001) nanostructures*, Appl. Phys. Lett. **76**, 1104 (2000).
- [23] Y. F. Li, F. Lin, B. Xu, F. Q. Liu, X. L. Ye, D. Ding y Z. G. Wang, *Influence of growth conditions on self-assembled InAs nanostructures grown on (001)InP substrate by molecular beam epitaxy*, J. Cryst. Growth **223**, 518 (2001).
- [24] H. R. Gutiérrez, M. A. Cotta y M. M. G. De Carvalho, *Faceting evolution during self-assembling of InAs/InP quantum wires*, Appl. Phys. Lett. **79**, 3854 (2001).
- [25] H. Yang, P. Ballet y G. J. Salamo, *Formation of quantum wires and dots on InP(001) by As/P exchange*, J. Appl. Phys. **89**, 7871 (2001).
- [26] C. Walther, W. Hoerstel, H. Niehus, F. Erxmeyer y W. T. Masselink, *Growth, structural and electrical investigation of self-assembled InAs quantum wires on (001)InP*, J. Cryst. Growth **209**, 572 (2000).

- [27] K. Shiraiishi, *Ga atoms diffusion on an As-stabilized GaAs(001) surface via missing As dimer rows: First-principles calculation*, Appl. Phys. Lett. **60**, 1363 (1992).
- [28] M. A. Salmi, M. Alatalo, T. Ala-Nissila y R. M. Nieminen, *Energetics and diffusion paths of gallium and arsenic adatoms on flat and stepped GaAs(001) surfaces*, Surf. Sci. **425**, 31 (1999).
- [29] Y. Horikoshi, H. Yamaguchi, F. Briones y M. Kawashima, *Growth process of III-V compound semiconductors by migration-enhanced epitaxy*, J. Cryst. Growth **105**, 326 (1990).
- [30] J. A. Floro, G. A. Lucadamo, E. Chason, L. B. Freund, M. Sinclair, R. D. Twisten y R. Q. Hwang, *SiGe island shape transitions induced by elastic repulsion*, Phys. Rev. Lett. **80**, 4717 (1998).
- [31] J. M. García, J. P. Silveira y F. Briones, *Strain relaxation and segregation effects during self-assembled InAs quantum dots formation on GaAs (001)*, Appl. Phys. Lett. **77**, 409 (2000).
- [32] J. P. Silveira, J. M. García y F. Briones, *Surface stress effects during MBE growth of III-V semiconductor nanostructures*, J. Cryst. Growth **227-228**, 995 (2001).
- [33] J. M. García, L. González, M. U. González, J. P. Silveira, Y. González y F. Briones, *InAs/InP (001) quantum wire formation due to anisotropic stress relaxation: in situ stress measurements*, J. Cryst. Growth **227-228**, 975 (2001).
- [34] G. Hollinger, D. Ballet, M. Gendry, C. Santinelli y P. Viktorovitch, *Structural and chemical properties of InAs lasers grown on InP(100) surfaces by arsenic stabilization*, J. Vac. Sci. Technol. B **8**, 832 (1990).
- [35] A. Tabata, T. Benyattou, G. Guillot, M. Gendry, G. Hollinger y P. Viktorovitch, *Optical properties of InAs/InP surface layers formed during the arsenic stabilization process*, J. Vac. Sci. Technol. B **12**, 2299 (1994).
- [36] W. Seifert, D. Hessman, X. Liu y L. Samuelson, *Formation on interface layers in Ga<sub>x</sub>In<sub>1-x</sub>As/InP heterostructures: A re-evaluation using ultrathin quantum wells as a probe*, J. Appl. Phys. **75**, 1501 (1994).
- [37] D. E. Aspnes, M. C. Tamargo, M. J. S. P. Brasil, R. E. Nahory y S. A. Schwarz, *As capture and the growth of ultrathin InAs layers on InP*, Appl. Phys. Lett. **64**, 3279 (1994).
- [38] B. X. Yang, L. He y H. Hasegawa, *Properties of InAs<sub>x</sub>P<sub>1-x</sub> layer formed by P-As exchange reaction on (001)InP surface exposed to As<sub>4</sub> beam*, J. Electron. Mater. **25**, 379 (1996).
- [39] Z. Sobiesierski, D. I. Westwood, P. J. Parbrook, K. B. Ozanyan, M. Hopkinson y C. R. Whitehouse, *As/P exchange on InP(001) studied by reflectance anisotropy spectroscopy*, Appl. Phys. Lett. **70**, 1423 (1997).
- [40] L. G. Quagliano, B. Jusserand, F. Mollot y D. Orani, *Arsenic incorporation in InP epitaxial layers: a Raman scattering study*, Physica E **2**, 824 (1998).
- [41] K. Y. Suh, H. H. Lee y E. Yoon, *Two-step kinetics on As/P exchange reaction*, J. Appl. Phys. **85**, 233 (1999).
- [42] J. Brault, M. Gendry, G. Grenet, G. Hollinger, Y. Desières y T. Benyattou, *Alloying effects in self-assembled InAs/InP dots*, J. Cryst. Growth **201-202**, 1176 (1999).
- [43] B. Wang, F. Zhao, Y. Peng, Z. Jin, Y. Li y S. Liu, *Self-organized InAs quantum dots formation by As/P exchange reaction on (001) In P substrate*, Appl. Phys. Lett. **75**, 2433 (1998).

- [44] M. U. González, J. M. García, L. González, J. P. Silveira, Y. González, J. D. Gómez y F. Briones, *In situ measurements of As/P exchange during InAs/InP (001) quantum wires growth*, Appl. Surf. Sci. **188**, 188 (2002).
- [45] B. J. Ohlsson y M. S. Miller, *Growth of strained GaAs islands on (001) GaP: a RHEED study of quantum wire formation*, J. Cryst. Growth **188**, 387 (1998).
- [46] J. P. Silveira y F. Briones, *In situ observation of reconstruction related surface stress during molecular beam epitaxy (MBE) growth of III-V compounds*, J. Cryst. Growth **201-202**, 113 (1999).
- [47] N. Esser, W. G. Schmidt, J. Bernholc, A. M. Frisch, P. Vogt, M. Zorn, M. Pristovsek, W. Richter, F. Bechstedt, Th. Hannappel y S. Visbeck, *GaP(001) and InP(001): Reflectance anisotropy and surface geometry*, J. Vac. Sci. Technol. B **17**, 1691 (1999).
- [48] L. Li, Q. Fu, C. H. Li, B.-K. Han y R. F. Hicks, *Determination of InP(001) surface reconstructions by STM and infrared spectroscopy of adsorbed hydrogen*, Phys. Rev. B **61**, 10223 (2000).
- [49] K. B. Ozanyan, P. J. Parbrook, M. Hopkinson y C. R. Whitehouse, *Static and growing InP and InAs surfaces: reflection-anisotropy spectroscopy under the conditions of solid-source MBE*, Thin Solid Films **364**, 6 (2000).
- [50] P. J. Parbrook, K. B. Ozanyan, M. Hopkinson, C. R. Whitehouse, Z. Sobiesierski y D. I. Westwood, *Surface structures of InP(001) under dynamic and static conditions of molecular beam epitaxy*, Appl. Surf. Sci. **123-124**, 313 (1998).
- [51] P. A. Postigo, T. Utzmeier, G. Armelles y F. Briones, *A new in situ III-V surface characterization technique: chemical modulation spectroscopy*, J. Cryst. Growth **175-176**, 298 (1997).

## Capítulo V. Conclusiones

A lo largo de esta memoria he ido exponiendo las conclusiones extraídas de cada parte del trabajo. En este último capítulo me gustaría recoger de nuevo aquellas más importantes, a las que se podría añadir, como conclusión global del trabajo, la necesidad de utilizar técnicas de caracterización *in situ* y en tiempo real para comprender en su profundidad los diversos aspectos involucrados en el crecimiento epitaxial.

↪ La dispersión de luz es una técnica útil y válida para caracterizar la rugosidad superficial en heteroestructuras de semiconductores III-V crecidas mediante epitaxia por haces moleculares, y la realización de medidas con resolución angular, junto con la aplicación de la teoría de perturbaciones, nos permiten obtener información cuantitativa acerca de la morfología de dichas superficies.

↪ Las medidas *in situ* de tensión acumulada, basadas en la monitorización óptica de los cambios en la curvatura del sustrato, ofrecen información cuantitativa acerca de diversos procesos que tienen lugar durante el crecimiento de sistemas heteroepitaxiales, tales como la relajación de las capas, la formación de nanoestructuras autoorganizadas o la cantidad de arsénico incorporado en una superficie de InP (001) debido a los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo durante el crecimiento de sistemas del tipo InAs/InP.

↪ El proceso de relajación del sistema heteroepitaxial  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) en las condiciones habituales para su crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares consta de tres etapas, según hemos obtenido a partir de las medidas *in situ* de evolución de la tensión. En la primera etapa, de naturaleza elástica y que depende de la velocidad de crecimiento, la tensión se relaja mediante la formación de rugosidad superficial. A esta etapa le suceden otras dos en las que la capa se relaja plásticamente y que ya no dependen de la velocidad de crecimiento.

↪ Los mecanismos involucrados en las dos etapas plásticas de relajación son la formación de nuevas dislocaciones de desacople en la intercara (en ambas) y la interacción entre ellas (sólo en la segunda). La evolución de la deformación de la capa en función de su espesor una vez iniciados dichos procesos, aspecto fundamental si se quieren utilizar estos sistemas para fabricar capas adaptadoras del parámetro de red, se puede describir mediante un sencillo modelo elaborado a partir de dichos mecanismos.

↪ Los procesos plásticos de relajación están completamente inhibidos a  $T_s = 200\text{ °C}$  en el sistema heteroepitaxial  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$ , y la aplicación de tratamientos térmicos a las capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositadas a esa temperatura provoca una relajación asimétrica y parcial de las mismas. Por otro lado, la deposición sobre las capas depositadas a  $200\text{ °C}$  y sometidas a tratamientos térmicos de nuevas capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  a alta temperatura ( $T_s = 400\text{ °C}$  ó  $T_s = 500\text{ °C}$ ) aumenta su grado de relajación y elimina las asimetrías.

↪ En las capas heteroepitaxiales de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) depositadas mediante epitaxia por haces moleculares, el ritmo de desarrollo de las morfologías de surcos entrecruzados depende en gran medida de la cinética del crecimiento, tal y como hemos establecido a partir de las medidas *in situ* de dispersión de luz. Así, cuanto menor es la velocidad de crecimiento más evoluciona esta morfología, mientras que el crecimiento a temperaturas más bajas inhibe su desarrollo.

↪ La morfología de surcos entrecruzados comienza a desarrollarse a partir de la formación de las primeras dislocaciones de desacople en la intercara, cuyos campos de tensiones sí son capaces de modificar localmente el ritmo de crecimiento de la capa.

↪ Las morfologías de surcos entrecruzados también aparecen, aunque muy tenuemente, al provocar la relajación de capas tensadas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) (crecidas a  $T_s = 200\text{ °C}$ ) mediante la aplicación de tratamientos térmicos una vez finalizado el crecimiento. Esto demuestra que la presencia de esta morfología resulta inevitable en capas epitaxiales que contengan dislocaciones de desacople.

↪ A partir de los resultados extraídos de los estudios *in situ* acerca de la evolución de la morfología y los procesos de relajación, hemos desarrollado un proceso de crecimiento que nos ha permitido obtener capas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  altamente relajadas ( $R_{(\%)} = 70\%$ ) y con una morfología muy plana,  $\delta = 0,9\text{ nm}$ . Esto representa una mejora considerable si se las compara con capas similares fabricadas mediante epitaxia por haces moleculares utilizando un proceso convencional ( $\delta = 4,7\text{ nm}$ ,  $R_{(\%)} = 73\%$ ).

↪ Durante el crecimiento de  $\text{InAs}/\text{InP}$  (001) mediante epitaxia por haces moleculares hemos medido *in situ* la existencia de una anisotropía notable en la tensión a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$ . Esta anisotropía es la responsable de que en este sistema se formen hilos cuánticos en lugar de puntos, aun cuando este último tipo de estructuras relaja la tensión de manera más eficaz.

↪ La anisotropía en la tensión a lo largo de las dos direcciones  $\langle 110 \rangle$  es debida a la asimetría entre la estructura de la superficie y la de la intercara en sistemas heteroepitaxiales de semiconductores de tipo III-V cuyos constituyentes tengan el elemento del grupo V diferente y cuya superficie esté estabilizada en elemento del grupo V (bajo una reconstrucción superficial que contenga sólo una capa de dicho elemento). Por lo tanto, la formación de hilos cuánticos se puede generalizar a todos los sistemas heteroepitaxiales en los que se verifiquen estos requisitos durante el crecimiento.

↪ Durante los procesos de intercambio entre arsénico y fósforo que tienen lugar durante el crecimiento del sistema InAs/InP (001) mediante epitaxia por haces moleculares, los átomos de arsénico no desplazan activamente a los de fósforo sino que, al exponer la superficie de InP a un flujo de arsénico, los átomos de arsénico se enlazan con los átomos de indio que han quedado en la superficie debido a la desorción de fósforo. La cantidad de fósforo desorbido depende de la temperatura del sustrato, por lo que la cantidad de arsénico incorporado viene determinada por esta  $T_s$ .

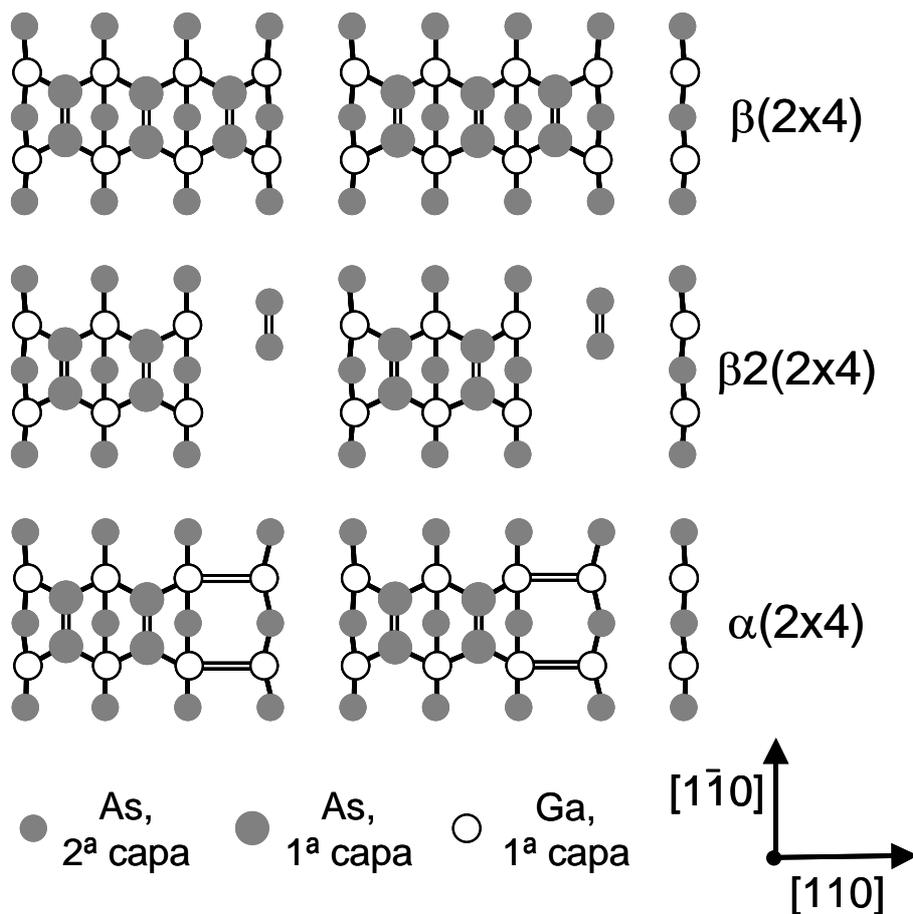
## Apéndice A

### Reconstrucciones superficiales en semiconductores III-V

Este apéndice no pretende ser un tratado de reconstrucciones superficiales en semiconductores III-V, tema extremadamente complejo y profuso, sino únicamente una breve descripción de las reconstrucciones más frecuentes durante el crecimiento de estos materiales mediante epitaxia por haces moleculares, y que han aparecido en algún momento a lo largo de esta memoria de tesis doctoral.

La superficie mejor caracterizada y más conocida de entre las de semiconductores de tipo III-V es, sin duda, la superficie (001) del arseniuro de galio,<sup>[1,2]</sup> debido en parte a que la técnica MBE comenzó con el crecimiento de dicho material. Como se comentó en el apartado II.4.1, las condiciones más adecuadas para el crecimiento de este material, y también para el de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  y el de  $\text{InAs}$ , se dan cuando la superficie presenta la reconstrucción  $(2\times 4)$ . Esta reconstrucción se caracteriza porque la superficie está estabilizada en el elemento del grupo V, es decir, la última capa atómica está formada por átomos de dicho elemento. Para minimizar su energía y reducir el número de enlaces libres, los átomos superficiales de los semiconductores III-V forman dímeros con los átomos adyacentes, y estos dímeros son los responsables de las periodicidades de tipo  $2\times$  ó  $\times 2$  que presentan estas superficies. En el caso de la reconstrucción  $(2\times 4)$ , los dímeros formados por los átomos de arsénico son paralelos a la dirección  $[1\bar{1}0]$ . Por otro lado, y debido a ciertas restricciones impuestas por la estabilidad electrónica de la superficie, la última capa de átomos de arsénico no puede ser una capa completa, sino que como máximo puede haber un 75 % de átomos formando una celda unidad, de modo que ésta contiene tres dímeros de arsénico y falta el cuarto dímero (recubrimiento de arsénico,  $\theta_{\text{As}} = 0,75 \text{ MC}$ ). La figura A.1 muestra dos posibles configuraciones para una reconstrucción de este tipo, la llamada  $\beta(2\times 4)$ , que fue la que primero se propuso, y la  $\beta 2(2\times 4)$ , que hoy en día se considera la más estable. Además, en la figura se presenta otra posible configuración de la reconstrucción  $(2\times 4)$ , ésta con un 50 % de recubrimiento de arsénico en la superficie,  $\theta_{\text{As}} = 0,5 \text{ MC}$ , y denominada  $\alpha(2\times 4)$ . En esta última configuración los átomos de galio que quedan al descubierto en la superficie por la falta de átomos de arsénico también forman dímeros, orientados en este caso a lo largo de la dirección  $[110]$ .

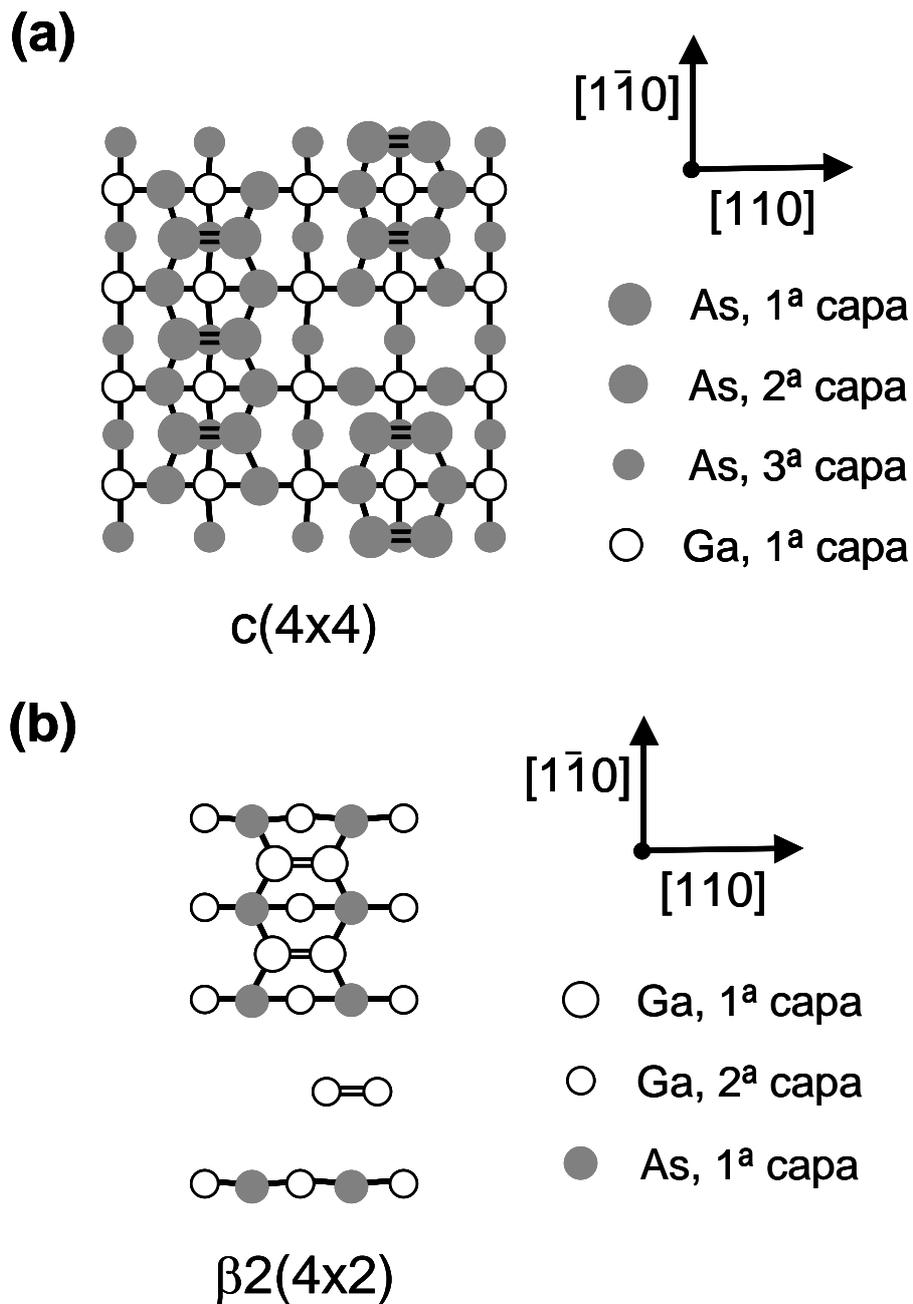
En condiciones de muy baja temperatura del sustrato y bajo flujo de arsénico, tanto en  $\text{GaAs}$  como en  $\text{InAs}$  (y de ahí que también en  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$ ) la superficie presenta una reconstrucción denominada  $c(4\times 4)$  y que se caracteriza por la existencia de una doble capa de arsénico, donde los átomos de la capa superior forman dímeros a lo largo de la dirección  $[110]$ . La figura A.2-(a) muestra la estructura de una posible configuración de la reconstrucción  $c(4\times 4)$ , que contiene un recubrimiento de arsénico de 1,75 monocapas. Por otro lado, en las condiciones opuestas, es decir, a alta



**Figura A.1:** Estructura de las fases  $\beta$ ,  $\beta_2$  y  $\alpha$  de la reconstrucción  $(2 \times 4)$  de la superficie  $(001)$  del arseniuro de galio.

temperatura y con poco flujo de arsénico, o nada, el arsénico se desorbe de la superficie, de manera que en este caso la última capa atómica está formada por átomos de galio (o indio, en InAs) y la superficie reconstruye con una estructura similar a la  $(2 \times 4)$  pero girada  $90^\circ$ , la reconstrucción  $(4 \times 2)$ . En la figura A.2-(b) se muestra la estructura de una superficie de GaAs con la reconstrucción  $\beta_2(4 \times 2)$ , para la cual el recubrimiento de galio de la superficie es  $\theta_{\text{Ga}} = 0,75$  MC (el de arsénico es entonces 0,25 monocapas).

Por otro lado, los estudios sobre la superficie de InP  $(001)$  son mucho más recientes, y en los últimos años han aparecido una serie de trabajos en los que se establece la estructura de las distintas reconstrucciones que presenta esta superficie.<sup>[3-8]</sup> La superficie de InP  $(001)$  posee dos diferencias notables con las de GaAs  $(001)$  e InAs  $(001)$ . En primer lugar, no presenta reconstrucción de tipo  $(4 \times 2)$  en condiciones de alta temperatura y poco flujo de fósforo, sino una configuración especial, rica en indio, de la reconstrucción  $(2 \times 4)$ . Esta configuración especial se caracteriza porque contiene un dímero mixto, formado por un átomo de indio y otro de fósforo, y por lo



**Figura A.2:** (a) Estructura de la reconstrucción  $c(4 \times 4)$  en GaAs (001), con  $\theta_{As} = 1,75$  MC. (b) Estructura de la reconstrucción  $\beta 2(4 \times 2)$  en GaAs (001).

tanto se denomina  $DM(2 \times 4)$ .<sup>[3-6]</sup> El recubrimiento de fósforo asociado a esta reconstrucción  $DM(2 \times 4)$  es  $\theta_P = 0,125$  MC. La figura A.3 muestra la estructura de esta fase de la reconstrucción  $(2 \times 4)$  de la superficie de InP (001), junto con otras fases tres

posibles,  $\beta 2(2 \times 4)$ ,  $\alpha(2 \times 4)$  y  $\sigma(2 \times 4)$ , que contienen tres, dos y un dímeros de fósforo en la superficie, respectivamente, y para las que el recubrimiento de fósforo asociado es, entonces,  $\theta_P = 0,75$  MC,  $\theta_P = 0,5$  MC y  $\theta_P = 0,25$  MC. El recubrimiento de indio correspondiente a cada fase de esta reconstrucción, tal y como aparece en la figura IV.5, se calcula a partir de  $\theta_{In} = 1 - \theta_P$ .

La segunda característica especial de la superficie de InP (001) respecto a las superficies de los arseniuros es la existencia de una reconstrucción de tipo  $(2 \times 1)$ , similar a la que presenta la superficie de Si (001), a temperaturas bajas pero no

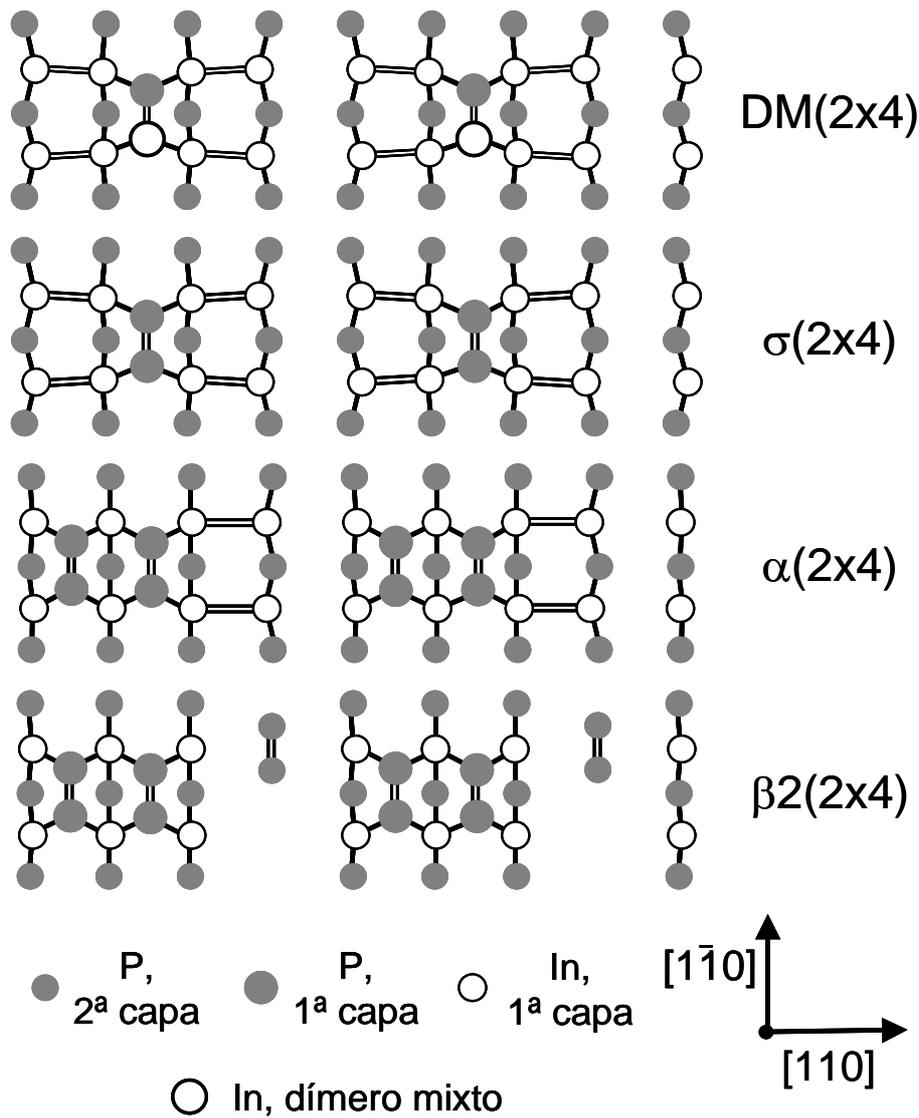
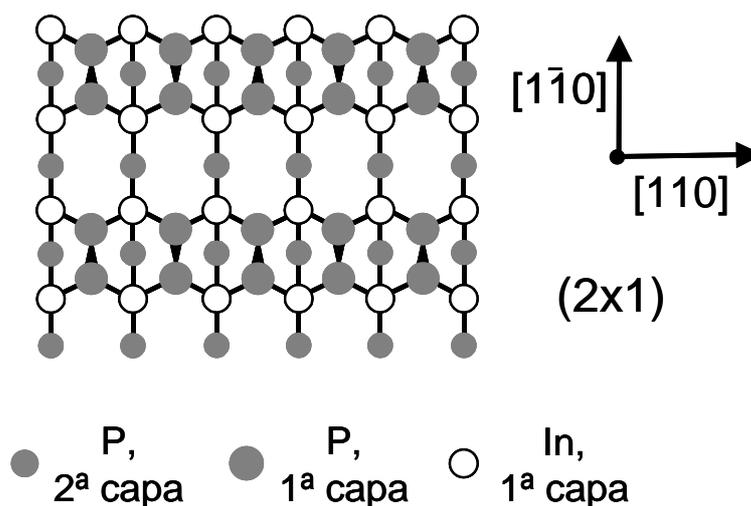


Figura A.3: Distintas fases de la reconstrucción  $(2 \times 4)$  en la superficie de InP (001).



**Figura A.4:** Estructura de la reconstrucción (2×1) en la superficie de InP (001).

demasiado y bajo flujo de fósforo.<sup>[7,8]</sup> La estructura de esta reconstrucción, cuyo recubrimiento es  $\theta_p = 1$  MC, es decir, la superficie está completamente recubierta por átomos de fósforo, aparece en la figura A.4.

### Bibliografía

- [1] R. F. C. Farrow, ed., *Molecular Beam Epitaxy: Applications to Key Materials* (Noyes Publications, New Jersey, EE.UU., 1995).
- [2] Q.-K. Xue, T. Hashizume y T. Sakurai, *Scanning tunneling microscopy of III-V compound semiconductor (001) surfaces*, Prog. Surf. Sci. **56**, 1 (1997).
- [3] L. Li, Q. Fu, C. H. Li, B.-K. Han y R. F. Hicks, *Determination of InP(001) surface reconstructions by STM and infrared spectroscopy of adsorbed hydrogen*, Phys. Rev. B **61**, 10223 (2000).
- [4] N. Esser, W. G. Schmidt, J. Bernholc, A. M. Frisch, P. Vogt, M. Zorn, M. Pristovsek, W. Richter, F. Bechstedt, Th. Hannappel y S. Visbeck, *GaP(001) and InP(001): Reflectance anisotropy and surface geometry*, J. Vac. Sci. Technol. B **17**, 1691 (1999).
- [5] S. Mirbt, N. Moll, K. Cho y J. D. Joannopoulos, *Cation-rich (100) surface reconstructions of InP and GaP*, Phys. Rev. B **60**, 13283 (1999).
- [6] W. G. Schmidt, F. Bechstedt, N. Esser, M. Pristovsek, Ch. Schultz y W. Richter, *Atomic structure of InP(001)-(2×4): A dimer reconstruction*, Phys. Rev. B **57**, 14596 (1998).
- [7] P. Vogt, A. M. Frisch, Th. Hannappel, S. Visbeck, F. Willig, Ch. Jung, R. Follath, W. Braun, W. Richter y N. Esser, *Atomic structure and composition of the P-rich InP(001) surfaces*, Appl. Surf. Sci. **166**, 190 (2000).
- [8] L. Li, B.-K. Han, D. Law, C. H. Li, Q. Fu y R. F. Hicks, *A phosphorous-rich structures of InP (001) produced by metalorganic vapor-phase epitaxy*, Appl. Phys. Lett. **75**, 683 (1999).

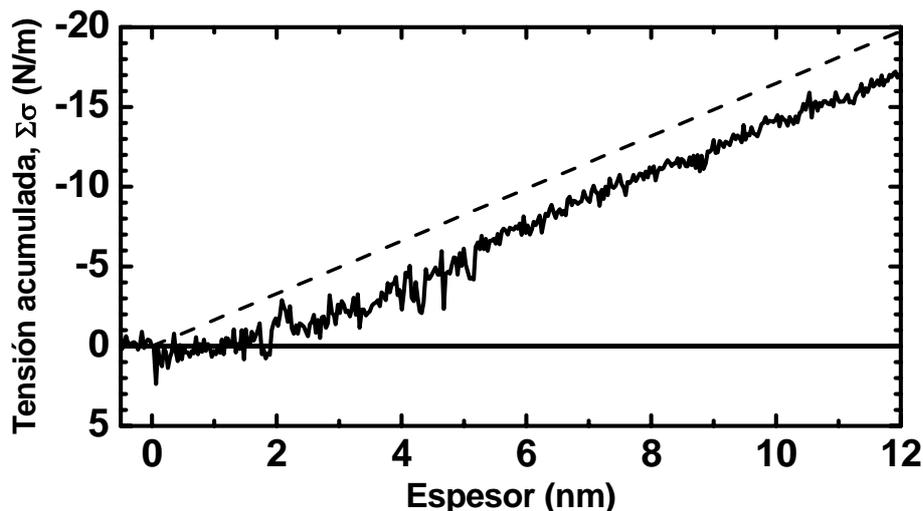
## Apéndice B

### Procesos de segregación de indio durante el crecimiento de aleaciones de InGaAs

La segregación de los átomos de In (Ge) durante la fabricación de estructuras de InGaAs/GaAs (SiGe/Ge) a las temperaturas habituales de crecimiento es un problema conocido desde hace tiempo, y que dificulta la obtención de intercaras abruptas entre los dos materiales.<sup>[1-5]</sup> Se han llevado a cabo numerosos estudios, utilizando tanto técnicas *in situ* como *ex situ*, para determinar los perfiles de composición de las intercaras o la longitud de su ensanchamiento, y gracias a la aplicación de modelos sencillos de segregación a los resultados obtenidos hoy se tiene una idea clara de cómo ocurre este proceso.<sup>[1,5]</sup> Con el inicio de la deposición de la capa de InGaAs sobre GaAs, y debido a la tensión que se genera, no todo el indio que llega a la superficie se incorpora en la capa que está creciendo sino que parte queda fisisorbido o flotante. De esta manera, se forma una película de indio flotante cuyo contenido en indio va aumentando gradualmente hasta alcanzar un valor estacionario que dependerá de las condiciones de crecimiento. Una vez alcanzado este valor estacionario, la composición de la capa de InGaAs será la pretendida con el flujo de átomos de indio procedente de la célula (las capas de InGaAs se crecen generalmente a temperaturas en las que no tiene lugar la desorción térmica de átomos de In de la superficie), pero durante la formación de la película de indio flotante la capa de InGaAs presenta un transitorio de composición que produce un ensanchamiento de la intercara. De la misma manera, si se recubre la capa de InGaAs con otra de GaAs, los átomos que forman parte de la película de indio flotante se van incorporando poco a poco en la capa de GaAs y esta intercara también se ensancha.

Se ha demostrado ya en la literatura que las medidas *in situ* de tensión son útiles para monitorizar la segregación de Ge en capas de SiGe<sup>[2,3]</sup> y de In en capas de InAs/GaAs,<sup>[4,5]</sup> y proporcionan medidas directas de la longitud del ensanchamiento de las intercaras y, en el caso del InAs/GaAs, también de la composición de la capa flotante. En este apéndice no se pretende hacer un análisis exhaustivo del problema de la segregación de indio en capas de In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As/GaAs, sino sólo mostrar que las medidas presentadas en esta memoria de tesis doctoral relativas a la evolución de la tensión durante el crecimiento de estas capas también indican la existencia de este proceso.

La figura B.1 muestra la evolución de la tensión acumulada durante los 12 primeros nanómetros del crecimiento por MBE de una capa de In<sub>0,2</sub>Ga<sub>0,8</sub>As depositada a 500 °C y 0,5 MC/s (primeros 12 nm de las medidas mostradas en la figura III.3). En esta gráfica se observa que la tensión acumulada presenta un comportamiento complejo durante la deposición de las primeras capas, y hasta los 4 nm aproximadamente no comienza la evolución lineal asociada con el régimen pseudomórfico del crecimiento. En la zona de comportamiento no lineal se suman dos contribuciones: por un lado,



**Figura B.1:** Evolución de la tensión acumulada durante el crecimiento mediante epitaxia por haces moleculares de los primeros 12 nm de una capa de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}/\text{GaAs}$  (001) a 500 °C. La línea discontinua representa la evolución esperada para una capa de composición uniforme igual a la composición alcanzada en la capa depositada durante el régimen pseudomórfico.

variaciones en la tensión superficial asociadas con el cambio en la estructura de la superficie debido al inicio del aporte de átomos del elemento de grupo III, y que probablemente son las responsables de los primeros instantes en la evolución de  $\Sigma\sigma$  en sentido contrario al esperado para un sistema heteroepitaxial en compresión ( $\tau_s = +0,8$  N/m), y por otro lado, el crecimiento de una capa cuya composición va evolucionando hacia el valor pretendido mientras se forma la película de indio flotante. El comportamiento lineal de la evolución de la tensión acumulada se alcanza a los 4 nm, y por lo tanto ésta es la extensión de la capa de composición gradual. Este valor, que corresponde a 14 monocapas de  $\text{In}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{As}$  depositadas, está de acuerdo con el determinado mediante otras técnicas para capas de  $\text{InGaAs}$  de composición parecida depositadas a la misma temperatura.<sup>[1]</sup> De las medidas de tensión acumulada también se puede obtener una estimación de la cantidad de indio flotante que hay en la superficie. La línea punteada de la figura B.1 representa la evolución esperada durante el régimen pseudomórfico en una capa de composición uniforme igual a la composición final alcanzada por la capa depositada. La diferencia entre el valor de tensión acumulada mostrado por esta línea a un determinado espesor superior a 4 nm y la tensión acumulada medida a ese mismo espesor corresponde a la cantidad de indio no incorporado en la capa junto con la contribución asociada a los cambios en la tensión superficial. Considerando que esta contribución es  $\tau_s = +0,8$  N/m, la diferencia asociada al indio no incorporado es 1,6 N/m, y esto equivale a casi 1 monocapa de In sin incorporar y formando parte de la película flotante, valor que de nuevo coincide con otros valores encontrados en la literatura.<sup>[1]</sup>

Este transitorio inicial en la evolución de la tensión acumulada apenas afecta al análisis de su comportamiento a espesores más grandes. Sin embargo, es importante

tenerlo en cuenta a la hora de calcular la deformación de la capa a partir de la tensión acumulada. Para hacer esto correctamente, en lugar de aplicar directamente la expresión III.12 se calcula el espesor al que el ajuste lineal de los datos experimentales de tensión acumulada durante el régimen pseudomórfico pasa por cero,  $h_0$ , (en el caso de las medidas mostradas en la figura B.1  $h_0$  es 1,4 nm) y la deformación se obtiene mediante la siguiente modificación de la expresión III.12:

$$\varepsilon = \frac{\Sigma\sigma(h)}{M(h - h_0)}. \quad (\text{Ec. B.1})$$

### **Bibliografía**

- [1] R. Kaspi y K. R. Evans, *Improved compositional abruptness at the InGaAs on GaAs interface by presaturation with In during molecular-beam epitaxy*, Appl. Phys. Lett. **67**, 819 (1995).
- [2] J. A. Floro y E. Chason, *Measuring Ge segregation by real-time stress monitoring during  $Se_{1-x}Ge_x$  molecular beam epitaxy*, Appl. Phys. Lett. **69**, 3830 (1996).
- [3] J. A. Floro, E. Chason, S. R. Lee, R. D. Twisten, R. Q. Hwang y L. B. Freund, *Real-time stress evolution during  $Si_{1-x}Ge_x$  heteroepitaxy: dislocations, islanding, and segregation*, J. Electron. Mater. **26**, 969 (1997).
- [4] J. M. García, J. P. Silveira y F. Briones, *Strain relaxation and segregation effects during self-assembled InAs quantum dots formation on GaAs (001)*, Appl. Phys. Lett. **77**, 409 (2000).
- [5] J. P. Silveira, J. M. García y F. Briones, *Limited In incorporation during pseudomorphic InAs/GaAs growth and quantum dot formation observed by in situ stress measurements*, Appl. Surf. Sci. **188**, 75 (2002).

## Publicaciones

**Artículos directamente relacionados con el trabajo recogido en esta memoria de tesis doctoral:**

- [1] *Surface characterization of III-V heteroepitaxial systems by laser light scattering*  
M. U. González, J. A. Sánchez-Gil, Y. González, L. González, R. García, A. San Paulo y J. M. García, **Journal of Crystal Growth** **201-202**, 137-140 (1999).
- [2] *Polarized laser light scattering applied to surface morphology characterization of epitaxial III-V semiconductor layers*  
M. U. González, J. A. Sánchez-Gil, Y. González, L. González y E. R. Méndez, **Journal of Vacuum Science and Technology B** **18** (4), 1980-1990 (2000).
- [3] *In situ laser light scattering studies on the influence of kinetics on surface morphology during growth of  $In_{0.2}Ga_{0.8}As/GaAs$*   
M. U. González, Y. González, L. González, M. Calleja y J. A. Sánchez-Gil, **Journal of Applied Physics** **89** (5), 2665-2670 (2001).
- [4] *A growth method to obtain flat and relaxed  $In_{0.2}Ga_{0.8}As$  on  $GaAs$  (001) developed through in situ monitoring of surface topography and stress evolution*  
M. U. González, Y. González, L. González, M. Calleja, J. P. Silveira, J. M. García y F. Briones, **Journal of Crystal Growth** **227-228**, 36-40 (2001).
- [5]  *$InAs/InP$  (001) quantum wire formation due to anisotropic stress relaxation: in situ stress measurements*  
J. M. García, L. González, M. U. González, J. P. Silveira, Y. González y F. Briones, **Journal of Crystal Growth** **227-228**, 975-979 (2001).
- [6] *In situ detection of an initial elastic relaxation stage during growth of  $In_{0.2}Ga_{0.8}As$  on  $GaAs$  (001)*  
M. U. González, Y. González y L. González, **Applied Surface Science** **188**, 128-133 (2002).
- [7] *In situ measurements of As/P exchange during  $InAs/InP$  (001) quantum wires growth*  
M. U. González, J. M. García, L. González, J. P. Silveira, Y. González, J. D. Gómez y F. Briones, **Applied Surface Science** **188**, 188-192 (2002).
- [8] *Study of the relaxation process during  $InGaAs/GaAs$  (001) growth from in situ real-time stress measurements*  
M. U. González, Y. González y L. González, aceptado para su publicación en **Applied Physics Letters**.

### Otros artículos:

- [9] *In situ measurements of stress relaxation during strained layer heteroepitaxy*  
E. Chason, J. Yin, K. Tetz, R. Beresford, L. B. Freund, M. U. González y J. A. Floro, en *Self-Organized Processes in Semiconductor Alloys*, editado por A. Mascarenhas, B. Joyce, T. Suzuki y D. Follstaedt, **MRS Symposium Proceedings Series No 583** (Materials Research Society, Warrendale, PA, 2000).
- [10] *Metastability of InGaAs/GaAs probed by in situ optical stress sensor*  
R. Beresford, K. Tetz, J. Yin, E. Chason y M. U. González, **Journal of Vacuum Science and Technology B** **19** (4), 1572-1575 (2001).
- [11] *Magneto-optical light scattering from ferromagnetic surfaces*  
M. U. González, G. Armelles, C. Martínez Boubeta y A. Cebollada, enviado a **Applied Physics Letters**.