

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE
SAN LUIS POTOSÍ

DOCTORADO INSTITUCIONAL EN INGENIERÍA Y
CIENCIA DE MATERIALES (DICIM)

**HETEROESTRUCTURAS EPITAXIALES
METAMÓRFICAS PARA EL DESARROLLO
DE EMISORES TERAHERTZ**

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
DOCTOR EN INGENIERÍA Y CIENCIA DE MATERIALES

PRESENTA:

ALFREDO BELIO MANZANO

BAJO LA DIRECCIÓN DE:
DR. VÍCTOR HUGO MÉNDEZ GARCÍA

22 DE NOVIEMBRE 2024
SAN LUIS POTOSÍ, S.L.P. MÉXICO

Heteroestructuras epitaxiales metamórficas para el desarrollo de emisores terahertz

Presenta:

M. C. Alfredo Belio Manzano

Con el fin de realizar el examen profesional para obtener el grado de **Doctor en ingeniería y ciencia de materiales** del candidato **Alfredo Belio Manzano** se reúne el comité evaluador, formado por los Doctores: **Dr. Facundo Ruiz (Tutor)**, **Dr. Irving Eduardo Cortes Mestizo (Sinodal)**, **Dr. Donato Valdez Pérez (Sinodal externo)**, **Dr. Enrique Castro Camus (Sinodal suplente)**, **Dr. Felipe Eduardo Perea Parrales (Sinodal externo)** y el director de tesis **Dr. Víctor Hugo Méndez García**.

Habiendo concluido el examen profesional, se levanta la presente acta que da fe del cumplimiento de los procedimientos establecidos en el reglamento vigente del programa

Fecha de defensa _____

Veredicto _____

**Dr. Donato Valdez
Pérez**

**Dr. Irving Eduardo
Cortes Mestizo**

Dr. Facundo Ruiz

**Dr. Enrique Castro
Camus**

**Dr. Felipe Eduardo
Perea Parrales**

**Dr. Víctor Hugo
Méndez García**

San Luis Potosí, S. L. P., a 22 de noviembre 2024

Dedicado a mi familia que, con toda su dedicación, amor
y cariño me han ayudado a cumplir todas mis metas

Heteroestructuras epitaxiales metamórficas para el desarrollo de emisores terahertz © 2024 by Alfredo Belio Manzano is licensed under [Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Resumen

La generación de dislocaciones debido al desacople de red en heteroestructuras es un problema en el desarrollo de nuevos dispositivos que requieren una calidad cristalina excepcional. La particular importancia de estos compuestos surge del creciente interés en la tecnología THz, donde se ha desarrollado una amplia variedad de dispositivos como sensores, emisores, transistores y fotomezcladores THz. Sin embargo, aún se están realizando grandes esfuerzos de investigación para alcanzar características mejoradas. Algunos investigadores han propuesto el uso de capas graduales lineales que absorben las dislocaciones hasta alcanzar un espesor z_c después del cual ya no hay dislocaciones. La ingeniería de capas graduales ha demostrado que el uso y la optimización de capas metamórficas no lineales pueden absorber y extender aún más la zona libre de defectos por encima de z_c .

En este trabajo, se estudia el crecimiento por epitaxia de haces moleculares de estructuras de composición gradual $\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{As}/\text{GaAs}$ con el fin de lograr una alta calidad cristalina y propiciar la curvatura de las bandas cerca a la superficie, lo que permite mejorar la emisión de radiación THz. Se proponen perfiles de concentración de tangente hiperbólica $\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{As}$, los cuales fueron desarrollados ajustando la temperatura de crecimiento en función del contenido de In de la aleación. Debido a la naturaleza del crecimiento, en la superficie hay segregación de indio, por lo cual se realiza un recocido a alta temperatura con el que se pretende eliminar el indio segregado.

La emisión de THz de GaAs, InAs y muestras graduales se estudió mediante la excitación por bombeo láser. Las capas de composición gradual de tangente-hiperbólica $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ provocan una dependencia en la masa efectiva y los campos eléctricos incorporados con la profundidad que en consecuencia propician un doblamiento de bandas y una mejora en la emisión de radiación THz.

Abstract

Dislocation generation due to lattice mismatch in heterostructures is an issue in the development of new devices requiring exceptional crystalline quality. The particular importance of these compounds arises from the growing interest in THz technology, where a wide variety of devices such as THz sensors, emitters, transistors, and photomixers have been developed. Major research efforts are still being made to achieve improved characteristics. Some researchers have proposed the use of linear graded layers that absorb dislocations upon reaching a thickness z_c after which there are no more dislocations. Graded layer engineering has shown that using and optimizing nonlinear metamorphic layers can absorb and further extend the defect-free zone above z_c .

In this work, the growth by molecular beam epitaxy of graded $\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{As}/\text{GaAs}$ structures to achieve high crystal quality and promote band bending near the surface, which can enhance THz radiation emission, is studied. $\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{As}$ hyperbolic tangent concentration profiles developed by adjusting the growth temperature as a function of the alloy's In content is proposed. Due to the nature of the growth, indium segregation is present at the surface. High-temperature annealing is performed to remove this segregated indium.

Laser pump excitation was used to study the THz emission of GaAs, InAs, and graded samples. The band bending in the tangent-hyperbolic $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ graded layers causes a depth dependence of the effective mass and the built-in electric fields, which consequently modify the THz emission.

Agradecimientos

Me gustaría agradecer primeramente el apoyo del Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCyT) por la beca que me ha permitido realizar la investigación compilada en esta tesis.

Agradezco a mi asesor de tesis el Dr. Víctor Hugo Méndez García por su ayuda constante, su dedicación, esfuerzo y la atención que en todo momento me ha ofrecido. Su guía, dirección y consejos han sido fundamentales para mi formación y desarrollo en cada una de las etapas de este proyecto, mismos que me ayudaron a crecer de forma personal, académica y profesional.

También quiero agradecer a mis amigos que formaron parte de este periodo de considerable satisfacción y logros: M. C. Christian Alejandro Mercado Ornelas, Dra. Leticia Ithsmel Espinosa Vega, Dr. Roberto Hernández y M. C. Citlalli Montserrat Váldez por el tiempo y soporte que me brindaron.

Al Dr. A. Yu Gorbachev, del IICO – UASLP, Dr. Salvador Gallardo Hernández – CINVESTAV, por el apoyo proporcionado en el uso de sus equipos para las caracterizaciones tanto ópticas como estructurales de las muestras realizadas en este trabajo.

Al grupo de profesores que formaron parte del consejo de sinodales: Dr. Donato Valdez Pérez, Dr. Irving E. Cortes Mestizo, Dr. Facundo Ruiz, Dr. Felipe Prera Parrales y al Dr. Enrique Castro Camus por sus valiosos comentarios y aportaciones.

Finalmente, agradezco a toda mi familia, pero muy especialmente a mis padres, Margarita, Alfredo y mis hermanos Edgar, Jessica y Xóchitl, por haberme apoyado y ayudado a conseguir este logro.

Gracias totales.

Notación

THz	Terahertz
TD	Dislocaciones roscadas (threading dislocations)
Å	Ángstrom
MBE	Epitaxia por haces moleculares (Molecular Beam Epitaxy)
UHV	Ultra alto vacío (Ultra High Vacuum)
RHEED	Reflexión de Electrones Difractados de Alta Energía
SPM	Microscopio de Barrido de Sonda (Scanning Probe Microscopy)
AFM	Microscopio de Fuerza Atómica (Atomic Force Microscopy)
XRD	Difracción de Rayos X (X-Ray Diffraction)
PL	Fotoluminiscencia (Photoluminescence)
SIMS	Espectrometría de Masas de Iones Secundarios
PR	Fotorreflectancia
TEM	Microscopía electrónica de transmisión
SEM	Microscopía electrónica de barrido
RS	Espectroscopía Raman
MO	Microscopía óptica
BL	Buffer Layer
FWHM	Ancho completo a la mitad del máximo
rms	rugosidad cuadrática media
TDS	Time Domain Spectroscopy

Contenido

1	Introducción	1
2	Objetivos e hipótesis.....	7
2.1	Objetivo general.....	7
2.2	Objetivos Particulares:	7
2.3	Justificación.....	8
2.4	Hipótesis	8
3	Metodología.....	9
3.1	Epitaxia por haces moleculares	9
3.1.1	Cámara de crecimiento.....	12
3.1.2	Crecimiento de heteroestructuras por MBE	14
3.2	Reflexión de electrones difractados de alta energía	15
3.3	Van der Paw-Hall	17
3.4	Microscopía de fuerza atómica	20
3.5	Difracción de rayos X	23
3.6	Fotoluminiscencia.....	25
3.7	Espectrometría de Masas de Iones Secundarios	27
3.8	Fotorreflectancia	30
3.9	Espectroscopía de dominio del tiempo terahertz.....	35
3.10	Microscopía electrónica de barrido	36
3.11	Espectroscopía Raman.....	38
4	Detalles experimentales	40
4.1	Reflexión de Electrones Difractados de Alta Energía	40
4.2	Efecto Hall.....	40
4.3	Microscopía de fuerza atómica	41

4.4	Difracción de rayos x.....	42
4.5	Fotoluminiscencia.....	42
4.6	Espectrometría de masas de iones secundarios.....	43
4.7	Fotorreflectancia.....	43
4.8	Terahertz.....	44
4.9	SEM.....	45
4.10	Raman.....	46
5	Resultados y discusión.....	47
5.1	Crecimiento de heteroestructuras metamórficas de InGaAs/GaAs por MBE en un sistema Riber 32.....	47
6	Conclusiones.....	78
7	Referencias.....	81
8	Productos.....	86
9	Trabajo a futuro.....	87

Índice de figuras

Figura 1. Aplicaciones de la radiación THz. a) Detección del pie diabético, b) seguridad, c) scanner 3D y d) comunicaciones.....	2
Figura 2. El desacople de red entre los materiales binarios GaAs e InAs es del 7% ya que el GaAs posee una constante de red de 5.65 Å, mientras que la del InAs es significativamente mayor (6.06 Å).	5
Figura 3. Diseño de muestras metamórficas con perfiles de tangente hiperbólica de aleaciones ternarias de InGaAs sobre sustratos de GaAs (100).	6
Figura 4. Sistema de MBE Riber 32 del laboratorio de Nanociencias de la CIACYT UASLP.	11
Figura 5. a) Elementos de una cámara de crecimiento epitaxial y b) cámara epitaxial vista interior en la que se logran apreciar los shutters y algunos crisoles.	13
Figura 6. Un haz de electrones de alta energía incide sobre una superficie a un ángulo de incidencia rasante, generando la formación de líneas de difracción sobre una pantalla de fósforo.....	16
Figura 7. Esquema del efecto Hall en una muestra semiconductor con cuatro contactos óhmicos.....	18
Figura 8. Posición de los contactos eléctricos para la correcta medición de la técnica de Van der Paw.....	19
Figura 9. Comparación de la escala de longitudes para diversos microscopios.....	22
Figura 10. Diagrama esquemático de un arreglo experimental de AFM. (1) diodo láser, (2) cantiléver, (3) espejo, (4) fotodetector, (5) electrónica, (6) escáner con muestra.	23
Figura 11. Reflexión de Bragg de una familia particular de planos, separados por una distancia d. Los rayos incidentes y reflejados se muestran para los primeros tres planos.	25
Figura 12. Representación gráfica del proceso de fotoluminiscencia.....	26
Figura 13. Arreglo experimental para la técnica de fotoluminiscencia.....	27
Figura 14. (a) espectro de masas, (b) perfil de profundidad, y (c) imágenes.....	30
Figura 15. Arreglo experimental de la técnica de PR.	31

Figura 16. Doblamiento de las bandas a) en un medio no perturbado, b) al ser excitada la muestra con la energía de un láser.....	32
Figura 17. Diagrama esquemático de la configuración experimental.....	36
Figura 18. Mecanismos de dispersión en la técnica Raman.....	39
Figura 19. Sistema para medición de efecto Hall ecopia.	41
Figura 20. Sistema de medición AFM.....	41
Figura 21. Difractómetro PANalytical.....	42
Figura 22. Equipo SIMS del CINVESTAV CDMX.....	43
Figura 23. Representación esquemática de la geometría utilizada en los experimentos.de foto-excitación ultrarrápida y recolección de THz en un ángulo de 45°.....	45
Figura 24. SEM del laboratorio CIACYT-UASLP.....	45
Figura 25. Equipo de micro-Raman Horiba Xplora plus.	46
Figura 26. Parámetros de crecimiento nominal de las películas de InGaAs para (a) $S_{In:Ga}$ y (b) $S_{Ga:In}$. En el eje de la derecha se muestran los flujos de In y Ga BEP. La fracción molar nominal In en la aleación se representa en símbolos abiertos y la línea negra representa el ajuste de tangente hiperbólica. La temperatura del sustrato también aumentó con el grosor de la capa, como se muestra en el eje horizontal superior.	48
Figura 27. Imágenes de microscopía de fuerza atómica de a) GaAs, b) S_{In} c) $S_{In:Ga}$ y d) $S_{Ga:In}$. El área de escaneo es de $5 \times 5 \mu m^2$ y la escala vertical va de 0 (color azul oscuro) a 50 nm (blanco). Los recuadros en c) y d) muestran los patrones RHEED en la dirección [011] obtenidos al final del crecimiento.....	50
Figura 28. HRXRD de planos cristalinos (004) en la estructura para ambas capas de gradiente de composición (a) $S_{In:Ga}$ y (b) $S_{Ga:In}$. El inset en (a) muestra el patrón de difracción correspondiente a S_{In} . La flecha negra marca el comienzo de la meseta. La flecha roja marca una constante de red que se examina en el análisis de PL.....	52
Figura 29. Perfiles de profundidad SIMS de In, Ga de (a) $S_{In:Ga}$ (b) $S_{Ga:In}$ de las capas de gradiente de composición gradual. La escala del eje x se ha establecido deliberadamente para que comience cerca de la región de interfaz/BL y termine en la superficie.....	58
Figura 30 . Espectros de fotoluminiscencia a 14 K de la capa metamórfica $In_xGa_{1-x}As/GaAs$ para (a) $S_{In:Ga}$ y (b) $S_{Ga:In}$. La flexión de la banda ajustada de acuerdo con los perfiles de profundidad SIMS se incluyen como inset.	60
Figura 31. Curvas de HRXRD simétricas y asimétricas de las muestras $S_{Ga:In}$ y $S_{In:Ga}$.	61
Figura 32. Micrografía SEM de $6 \times 6 \mu m^2$ de la muestra $S_{Ga:In}$.	63
Figura 33. Análisis de ajuste (línea continua) para el pico de GaAs para las muestras (a) S_{In} , (b) $S_{In:Ga}$ y (c) $S_{Ga:In}$ en símbolo abierto. El recuadro muestra la región del pico de InGaAs con alta concentración molar.....	64

Figura 34. Cifras empleadas en (a) Ref. [22] y (b) Ref. [92] donde se exhibe el FWHM reportado.	65
Figura 35. Se analizaron espectros Raman de (a) $S_{In:Ga}$ en dos lugares diferentes y (b) $S_{Ga:In}$ para cuatro lugares diferentes de la oblea original para corroborar la reproducibilidad de las mediciones.	66
Figura 36. HRXRD de los planos cristalinos (004) en la estructura antes y después del proceso de recocido para ambas capas de graduales (a) $S_{In:Ga}$ y (b) $S_{Ga:In}$. Las líneas discontinuas representan el pico de difracción correspondiente, a la izquierda InAs y derecha GaAs en bulto. El desplazamiento debido al proceso de recocido se muestra mediante un delta omega en las figuras (a) y (b).	68
Figura 37. Espectros Raman de las muestras antes y después del proceso de recocido para a) $S_{In:Ga}$ y b) $S_{Ga:In}$. Las líneas discontinuas negras verticales representan las frecuencias Raman TO y LO para el GaAs en bulto y las líneas de puntos azules denota las frecuencias TO y LO para InAs en bulto. Las imágenes AFM se insertaron como recuadros, el área escaneada es de $2 \times 2 \mu m$ y la escala vertical va de 0 (negro) a 25 nm (blanco); excepto la última imagen, que va de 0 (negro) a 100 nm (blanco).	71
Figura 38. Representaciones esquemáticas de la dependencia de la banda prohibida en función de la posición en la dirección de crecimiento de (a) GaAs, (b) InAs, (c) InGaAs con variación de indio a galio y (d) InGaAs con variación de GaAs a InAs.	72
Figura 39. Formas de onda THz TDS de las muestras $S_{Ga:In}$ T12, $S_{In:Ga}$ T97, InAs y GaAs obtenidas (a) antes y (b) después del proceso de recocido.	73
Figura 40. Potencia integrada de cada emisión (azul=sin tratamiento térmico, rojo=después del tratamiento térmico y verde = modelo) dividida por la potencia integrada emitida por la muestra de referencia de GaAs sin tratamiento térmico. .	76

Índice de tablas

Tabla 1. Combinaciones de voltaje y corriente requeridos para la medición de la resistividad	20
Tabla 2. Ventajas y desventajas de la técnica SIMS	28
Tabla 3. Pparámetros utilizados para la estimación de la emisión de todos los materiales	76

Introducción

La radiación Terahertz (THz) ha adquirido gran relevancia en los últimos años debido a las aplicaciones innovadoras que se encuentran en desarrollo, como en comunicaciones de alta velocidad, medicina y dispositivos de seguridad [1] (Figura 1). Estas aplicaciones requieren el uso de emisores THz y los más utilizados son los basados en antenas fotoconductoras, fotomezcladores y la generación de radiación THz por bombeo fotónico, que hace uso de pulsos láser ultrarrápidos para promover la emisión [2], [3]. Para avanzar en estas tecnologías, es fundamental investigar nuevos mecanismos de emisión y desarrollar materiales semiconductores innovadores que faciliten la radiación en frecuencias THz.

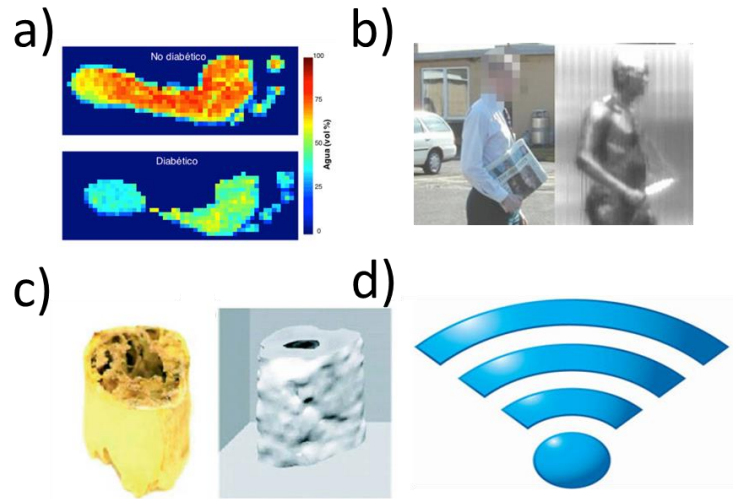


Figura 1. Aplicaciones de la radiación THz. a) Detección del pie diabético, b) seguridad, c) scanner 3D y d) comunicaciones.

La emisión de frentes de onda transitorios electromagnéticos de terahertz desde superficies semiconductoras después de una fotoexcitación ultrarrápida (del orden de femtosegundos) es un tema que ha atraído enorme atención en las últimas dos décadas [4]–[9], no sólo porque proporciona una fuente conveniente y pasiva de radiación de terahertz [10], [11] sino porque es una herramienta potencial para comprender la dinámica de los portadores del material semiconductor en la escala de tiempo de picosegundos [12].

La generación de radiación de terahertz en la superficie de un semiconductor después de la fotoexcitación se ha atribuido a dos efectos principales. En primer lugar, el transporte balístico de carga por portadores que adquieren la mayor parte de la energía cinética resultante de la diferencia entre el fotón y el bandgap [13]. En segundo lugar, la aceleración que experimentan los electrones debido al doblamiento de las bandas provocado por el campo eléctrico en las proximidades de la superficie [14], [15]. El peso relativo de estos dos efectos depende en gran medida de la longitud de onda del pulso láser, la banda prohibida del semiconductor

y la masa efectiva de los portadores en el material [13]. La modificación del campo eléctrico resultante en la dirección del crecimiento provoca una variación de la banda prohibida, que puede apuntar hacia la superficie o hacia el volumen. Esto altera la dinámica de portadores y, por tanto, la emisión de terahertz de las muestras.

La ingeniería de bandas ha optimizado estos mecanismos mediante el uso de capas graduales de materiales semiconductores. En particular, GaAs, InAs e InGaAs han sido reportados por numerosos grupos de investigación como excelentes materiales para usarse en dispositivos optoelectrónicos, destacando como los materiales más empleados para emisores de THz, siendo los dos últimos especialmente valorados por su capacidad de operar con láseres de baja energía [16].

Estos materiales han sido utilizados recientemente en la aplicación de la tecnología de THz, donde se han desarrollado una amplia variedad de dispositivos como sensores [17], [18], emisores [16], [19], transistores [20] y fotomezcladores [21]. Además de los innumerables esfuerzos de investigación que aún están en proceso para mejorar el rendimiento de estos dispositivos. Sin embargo, el crecimiento de InAs/GaAs e InGaAs/GaAs implica un gran desafío debido a que el desacople de red entre estos materiales promueve la acumulación de tensión y una vez relajada, genera epicapas superficiales rugosas con una alta densidad de dislocaciones, lo que ha llevado a proponer varias formas de solucionar estos problemas, entre las que destaca el crecimiento de capas metamórficas [22].

Las capas de perfiles graduales se han estudiado a lo largo de las últimas décadas, tratando de dar solución al desarrollo de aleaciones con un alto grado de desacople de red. Los estudios se han limitado a perfiles de concentración molar de rango bajo,

por ejemplo de 0.083 a 0.383, de 0.1 a 0.38, de 0.57 a 1, entre otros [23]–[25]. Estas estructuras consisten en numerosas capas con diferentes concentraciones de indio ubicadas entre el sustrato y la película de interés [10], el perfil de composición se puede adaptar para mejorar la morfología de la superficie y reducir la densidad de dislocaciones roscadas (threading dislocations, TD), lo que contribuye a aliviar tensiones y a limitar la propagación de dislocaciones hacia las capas superiores [26].

Se ha demostrado que las capas graduales de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ pueden deformarse elásticamente sin generar dislocaciones para un rango más amplio de concentraciones de In [27], [28]. Un tipo particular de estructura metamórfica se logra mediante la composición de capas graduales, donde la concentración de la aleación se cambia intencionalmente [29], [30], lo que provoca el doblamiento de las bandas de energía a medida que aumenta el crecimiento de las películas.

Este trabajo se ha enfocado en la investigación del crecimiento epitaxial de estructuras $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ con composición molar gradual de In, con el objetivo de obtener excelentes propiedades cristalinas en las películas ternarias, modificar el campo eléctrico y de esta forma promover el doblamiento de las bandas cerca de la superficie para estudiar los efectos en la emisión de THz.

A diferencia de los estudios anteriores que se limitaron a cambios modestos en la composición, se propone un enfoque radical al introducir un cambio abrupto en la composición molar de In, pasando del 12% al 97%. Este cambio implica desafíos considerables, como un gran desacople de red (Figura 2) que conduce a la introducción de una alta densidad de dislocaciones, segregación, y rugosidad superficial [31]. Para superar estos obstáculos, hemos ajustado simultáneamente múltiples parámetros de crecimiento, lo que representa un enfoque sin precedentes

en la literatura. Además, el espesor de las capas estudiadas es considerablemente mayor en comparación con los reportes previos sobre aleaciones graduales de InGaAs.

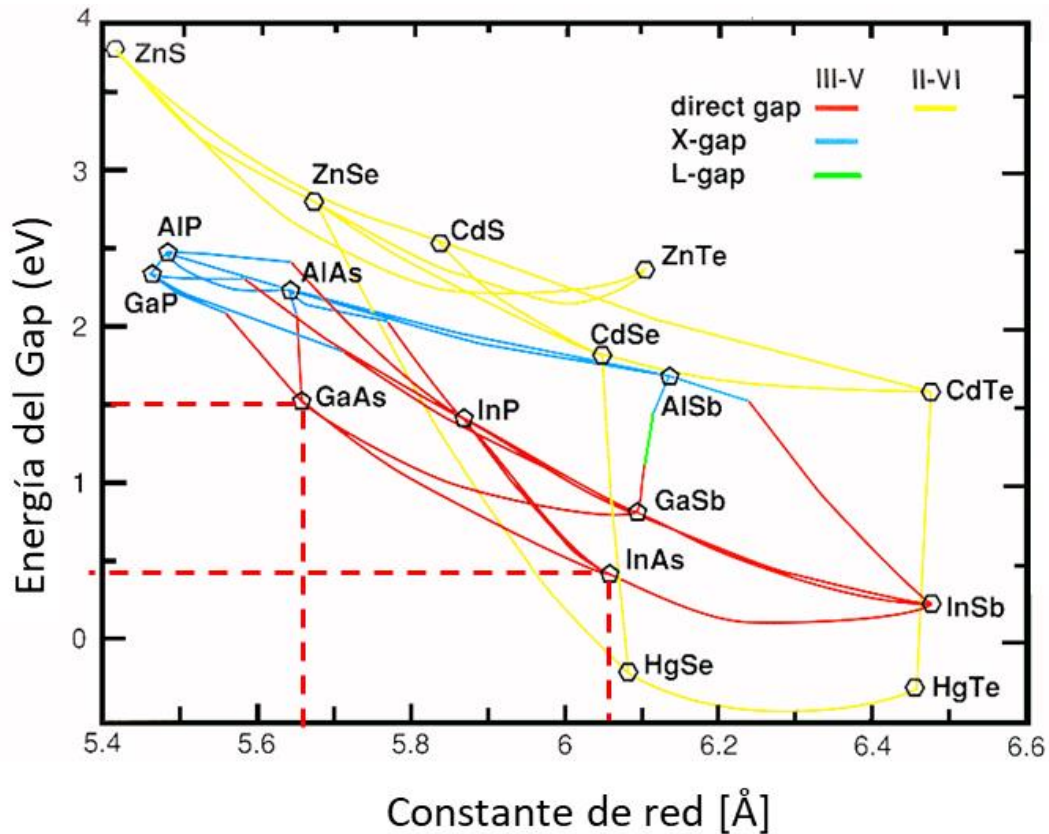


Figura 2. El desacople de red entre los materiales binarios GaAs e InAs es del 7% ya que el GaAs posee una constante de red de 5.65 Å, mientras que la del InAs es significativamente mayor (6.06 Å).

Para mitigar estos problemas, se explora el uso de gradientes de tangente hiperbólica de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ (Figura 3), ajustando los flujos de los haces moleculares de In y Ga durante el crecimiento y, dado que la temperatura óptima de crecimiento para GaAs es más alta que para InAs, la temperatura del sustrato se varió respectivamente a lo largo del crecimiento según el contenido de In en la aleación [32]. Nuestro enfoque se centra en la creación de capas graduales para controlar el

doblamiento de las bandas en $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, variando x (fracción molar de In) desde 0.12 hasta 0.97 y viceversa, con el fin de modificar el campo eléctrico cercano a la superficie y estudiar sus efectos en la emisión de THz. Dado el gran desacople de red entre GaAs e InAs (7%), la fabricación de estas estructuras de InGaAs es particularmente desafiante, ya que la calidad cristalina se ve comprometida por la generación de dislocaciones [20].

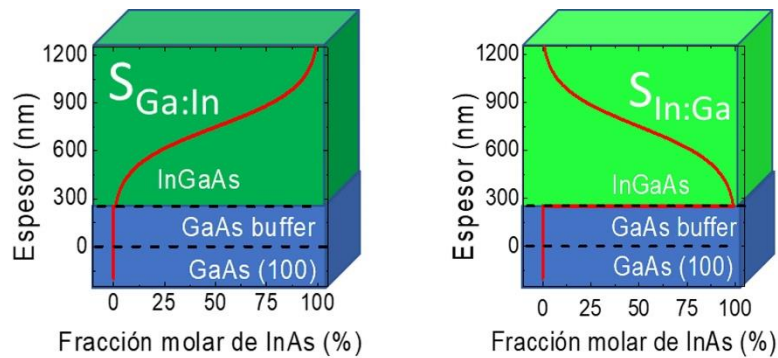


Figura 3. Diseño de muestras metamórficas con perfiles de tangente hiperbólica de aleaciones ternarias de InGaAs sobre sustratos de GaAs (100).

Se encontró que las capas de concentración gradual terminadas ricas en Ga pueden usarse para dispositivos de emisión de THz debido a la creciente deriva de los electrones durante el bombeo láser.

Objetivos e hipótesis

2.1 Objetivo general

Desarrollar heteroestructuras semiconductoras epitaxiales basadas en capas de concentración gradual que propicien el doblamiento de bandas de energía cercano a la superficie con el que se pretende mejorar la emisión de la radiación THz.

2.2 Objetivos Particulares:

- Implementar procesos de crecimiento de heteroestructuras con doblamiento de bandas.
- Fabricar y optimizar las capas metamórficas de InGaAs con fracción molar gradual de In, respectivamente, al evaluar sus propiedades cristalinas, ópticas, eléctricas y morfológicas.
- Explorar la emisión de radiación THz de las nanoestructuras excitadas por pulsos ultracortos y comparar la emisión con la de dispositivos semejantes.

2.3 Justificación

Las aplicaciones de la tecnología THz, que actualmente se encuentran en desarrollo, requieren de novedosos emisores que sean más eficientes y proporcionen una mayor amplitud de esta emisión. Para lograr un desarrollo de emisores THz en el que se mejoren las características antes mencionadas, se requiere utilizar la ingeniería de bandas, mediante técnicas epitaxiales que lleven a mejorar los mecanismos de emisión en estos dispositivos emisores, a través del estudio de capas graduales de diferentes compuestos.

2.4 Hipótesis

El crecimiento de heteroestructuras de fracción molar gradual por la técnica de epitaxia por haces moleculares (Molecular Beam Epitaxy, MBE), permitirá:

1. Propiciar uno de los mecanismos de emisión debido al campo eléctrico generado por el crecimiento gradual que contribuye al doblamiento de bandas.
2. Incrementar la energía cinética proporcionada a los portadores por medio de la excitación por bombeo fotónico.

Metodología

3.1 Epitaxia por haces moleculares

La técnica MBE encuentra sus raíces a finales de la década de 1960, cuando los investigadores John. R. Arthur y Alfred Y. Cho, en los laboratorios Bell desarrollaron una técnica alternativa a los procedimientos preexistentes de deposición de películas delgadas. Este enfoque tenía como objetivo posibilitar tanto la creación de dispositivos novedosos como la exploración de sistemas con dimensiones nanoscópicas [33], [34].

La etimología de la palabra "epitaxia" se encuentra en la combinación de los términos griegos "epi", que significa "encima" o "sobre", y "taxis", que hace referencia a "orden", este término fue utilizado por primera ocasión en el año de 1928 por el francés L. Royer en su trabajo titulado "Investigación experimental sobre epitaxia u orientación mutua de cristales de diferentes especies (Recherches expérimentales sur l'épitaxie ou orientation mutuelle de cristaux d'espèces différentes)". Este concepto alude al proceso de proporcionar las condiciones necesarias para que se lleve a cabo el crecimiento de una capa que reproduce la estructura cristalina del sustrato o una estructura de simetría similar, incluso cuando existe una variación en su constante reticular de hasta un 10% con respecto al

sustrato [35]. La epitaxia se desglosa en dos categorías fundamentales: la homoepitaxia y la heteroepitaxia. La homoepitaxia se manifiesta cuando una película de un determinado material es crecida sobre un sustrato compuesto por el mismo material, mientras que la heteroepitaxia tiene lugar cuando se crece una capa de material diferente al empleado en el sustrato. La técnica de epitaxia se emplea cuando se busca lograr el crecimiento de semiconductores con una estructura cristalina altamente ordenada, con espesores controlados y propiedades específicas. En este contexto, MBE destaca como una de las técnicas preeminentes para el crecimiento de estos materiales, otorgando un nivel de control y eficiencia notable [33].

Un esquema ilustrativo de un sistema típico de MBE se presenta en la Figura 4, el cual está compuesto por cuatro cámaras interconectadas:

1. Cámara de introducción: Esta cámara constituye el único punto de contacto con la atmósfera externa. Desde aquí, las muestras se introducen en el entorno de ultra alto vacío (UHV, Ultra High Vacuum).
2. Cámara de pre-degaseado: En esta etapa, se lleva a cabo un proceso de calentamiento que promueve la eliminación de los contaminantes que pueden ser degasados a bajas temperaturas. La temperatura debe ser incrementada poco a poco sin pasar el límite de los 350 °C ya que al sobre pasar este límite el arsénico presente en la superficie comienza a desorber, provocando una superficie rugosa [36].
3. Cámara de transferencia: En esta cámara, las muestras pre-degasadas se mantienen bajo resguardo, en una atmósfera de UHV, mientras esperan su transición al siguiente proceso dentro del reactor de epitaxia.

4. Cámara principal de crecimiento epitaxial: Una descripción detallada de esta cámara se encuentra disponible en la siguiente sección, donde se explorará con mayor profundidad su funcionamiento y características.

En cada una de estas cámaras, el nivel de vacío al que se somete el sistema experimenta un incremento secuencial conforme a la disposición delineada. Esto se realiza mediante un complejo sistema de bombeo, que puede englobar tecnologías de vacío molecular iónico, criogénico, sublimación de titanio y otras. La cámara de crecimiento, opera en un ambiente de UHV con presiones menores a 10^{-10} Torr, este entorno resulta fundamental para prevenir la incorporación de impurezas en las muestras. Adicionalmente, este proceso debe estar respaldado por la implementación de un criopanel refrigerado por medio de nitrógeno líquido, diseñado para condensar contaminantes como CO, CO₂, H₂O y compuestos de carbono [37].

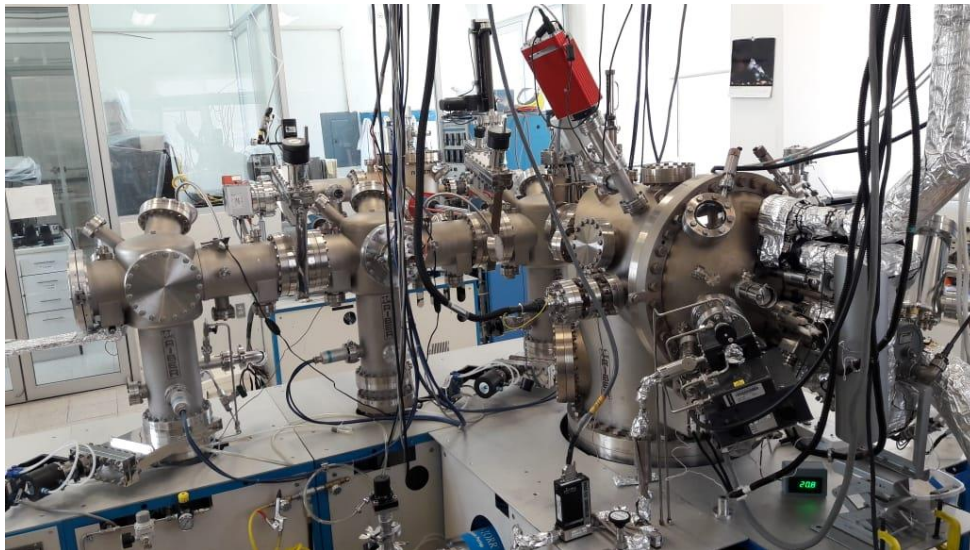


Figura 4. Sistema de MBE Riber 32 del laboratorio de Nanociencias de la CIACYT UASLP.

3.1.1 Cámara de crecimiento

El crecimiento de materiales sobre la superficie del sustrato se lleva a cabo en la cámara principal de crecimiento, cuyo esquema está representado en la Figura 5 (a), mientras que en la Figura 5 (b) se puede observar el interior de un reactor de crecimiento, en el que se aprecian en color blanco las bocas de los crisoles de borosilicato de las celdas Knudsen, donde se alojan los materiales de ultra alta pureza utilizados en esta técnica. Aunque existen diversas variantes de celdas, las Knudsen y las celdas de radiofrecuencia para gases como nitrógeno son las más prevalentes en su empleo.

El proceso de crecimiento epitaxial se inicia con la desorción de la oblea y su exposición a uno o varios haces moleculares o atómicos en la superficie de la muestra, este proceso elimina los óxidos y compuestos orgánicos para dejar al descubierto la red cristalina, que puede ser observada por diversas técnicas, siendo las más comunes las LEED y RHEED de la cual se hablará en la sección 3.2. Los haces moleculares se generan mediante evaporación térmica o sublimación de elementos de ultra alta pureza, tales como Ga, As, In, Zn, Si y Be, y las condiciones óptimas de crecimiento varían según los materiales a crecer.

Cuando los haces moleculares inciden sobre la superficie del sustrato, los átomos y moléculas experimentan diversos procesos, tales como: la absorción en la superficie, la migración superficial, la incorporación a la red cristalina del sustrato o a la capa ya depositada, y la desorción térmica de los átomos no asimilados en la red. Estos fenómenos son sensibles a las condiciones de crecimiento como temperatura, presión, tensión superficial, coeficientes de adsorción, etcétera y desempeñan un papel crucial en la determinación de la calidad cristalina del material resultante.

Para lograr la homogeneidad de las capas durante el proceso de crecimiento es necesario rotar el sustrato alrededor de su eje perpendicular. Esta rotación garantiza la uniformidad en la distribución del material, contribuyendo a la conformación de capas más consistentes y controladas.

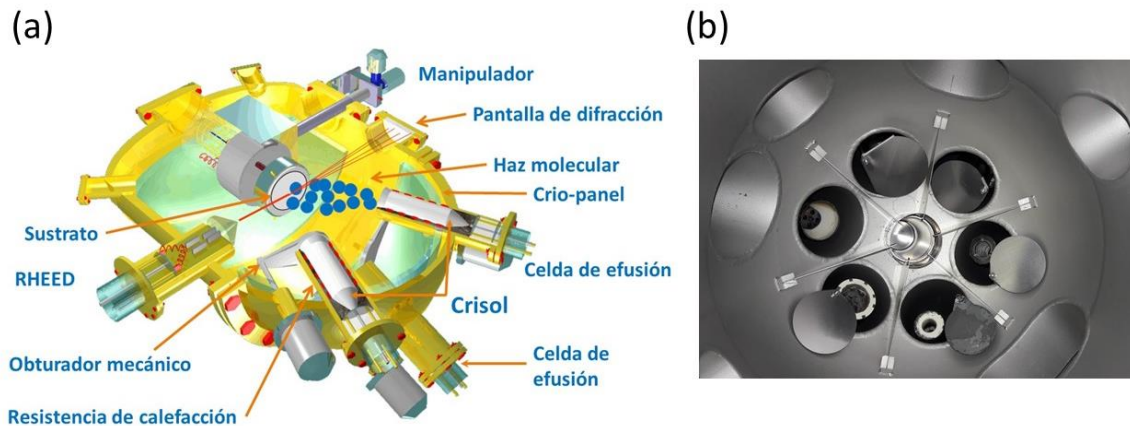


Figura 5. a) Elementos de una cámara de crecimiento epitaxial y b) cámara epitaxial vista interior en la que se logran apreciar los shutters y algunos crisoles.

El crisol de la celda Knudsen está rodeado por una resistencia, esta resistencia a su vez está envuelta en un escudo protector de tantalio que mejora la eficiencia de la celda por lo que alcanzan temperaturas del orden de 1000 °C, permitiendo obtener el haz molecular de los elementos contenidos en las celdas. El flujo atómico se manipula a través de un controlador de temperatura, el cual detecta por medio de un termopar la temperatura de la celda y envía una señal a la fuente, que a través de un controlador basado en PID manda una corriente eléctrica de manera que se puede mantener la temperatura estipulada.

El sistema de MBE, cuenta con una potente técnica de caracterización in-situ que es conocida como reflexión de electrones difractados de alta energía (RHEED, *Reflection*

High-Energy Electron Diffraction), la cual es utilizada como la principal técnica que permite seguir o monitorear el crecimiento del material en tiempo real.

El sistema MBE incorpora un cañón de electrones que opera a una energía de 12 keV, por lo que se obtiene una longitud de onda en el rango del parámetro de red de los semiconductores crecidos por MBE. La interacción de los electrones en la superficie de la muestra genera un patrón de difracción en una pantalla de fósforos situada enfrente del cañón con lo que es posible monitorear el crecimiento in situ e inferir la velocidad y calidad del crecimiento entre otros parámetros [38], [39].

3.1.2 Crecimiento de heteroestructuras por MBE

El proceso de evaporación se lleva a cabo en un ambiente de UHV de orden de 10^{-10} Torr. Este entorno permite que las moléculas evaporadas obtengan largos caminos libres medios, esto quiere decir que estas moléculas pueden viajar directamente a una oblea o superficie cristalina sin chocar con otras partículas, lo que permite el crecimiento con un alto orden cristalino. Esto ha dado lugar al desarrollo de heteroestructuras con aplicaciones en diversas áreas como la óptica o la electrónica [38].

Posteriormente, los elementos se fisisorben o quimisorben en la oblea, creando un ambiente propicio para sus interacciones mutuas. Entre los aspectos más sobresalientes de la técnica MBE destaca la tasa de crecimiento, que suele oscilar alrededor de 1 micrómetro por hora. Esta tasa de crecimiento, en conjunto con la temperatura del sustrato, los flujos y las presiones previamente mencionadas, propicia un entorno idóneo para el crecimiento epitaxial de películas con una alta calidad cristalina y control de espesor.

3.2 Reflexión de electrones difractados de alta energía

Durante el proceso de crecimiento mediante MBE es posible supervisar la superficie de la muestra mediante la aplicación de la técnica RHEED. Esta metodología brinda información valiosa sobre la estructura de la muestra, indicando si es cristalina, amorfa, policristalina o si presenta características rugosas, planas, terrazas o incluso nanoestructuras [38], [39]. Debido a su relevancia crucial en el contexto del crecimiento por MBE, la técnica RHEED posee un papel distintivo.

RHEED se vale de un haz de electrones de alta energía, generalmente alrededor de 10^3 electrón-volts (10-50 keV), que impacta sobre la superficie de manera tangencial, bajo un ángulo rasante que puede oscilar entre 0.1 y 3°. La información captada mediante esta técnica se proyecta en una pantalla de fósforos ubicada en el extremo opuesto del cañón de electrones, donde se forma un patrón de difracción derivado de la construcción de la esfera de Ewald y el espacio recíproco. Esta construcción permite visualizar gráficamente la conservación de la energía y el momento en los experimentos de difracción, así como las condiciones de difracción que cumplen con una interferencia constructiva en el caso de redes tridimensionales o bidimensionales. La ruptura de simetría en la dirección z del sustrato en conjunto con el ángulo rasante de incidencia del haz de electrones restringen la interacción de los electrones a sólo las primeras capas del sustrato o material crecido, otorgando al espacio recíproco su característica de morfología de barras infinitas y al mapeo de la difracción su distintivas líneas cuya intensidad y grosor disminuye exponencialmente en dirección interatómica y contiene información de la calidad cristalina, morfología de la superficie, orden, etc.

Mediante esta técnica, también es factible observar oscilaciones de intensidad en el punto especular durante el proceso de crecimiento, esto permite controlar de forma

precisa el crecimiento capa por capa. La Figura 6 ofrece una representación esquemática de esta técnica.

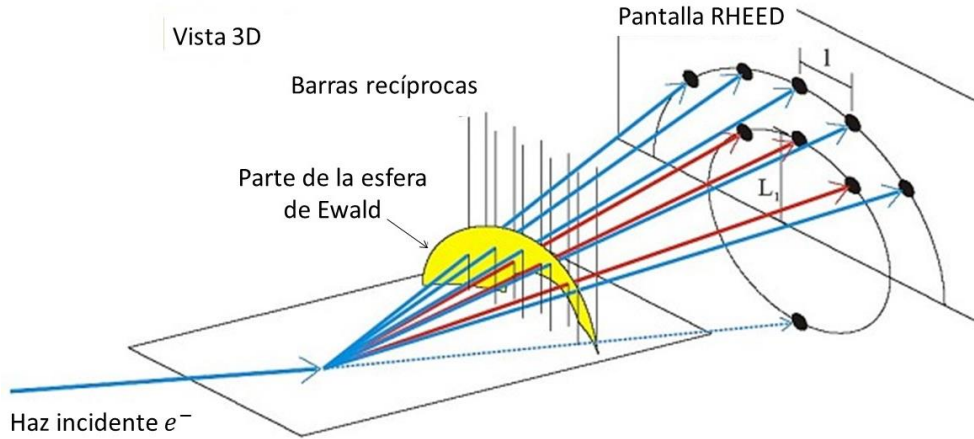


Figura 6. Un haz de electrones de alta energía incide sobre una superficie a un ángulo de incidencia rasante, generando la formación de líneas de difracción sobre una pantalla de fósforo.

Al incidir el haz sobre una superficie cristalina, las posiciones de los átomos en la superficie forman una red, la cual se obtiene de repeticiones periódicas de la celda unitaria. Si \mathbf{a}_1 y \mathbf{a}_2 son vectores unitarios de la red en la superficie de la muestra en el espacio real, podemos obtener los vectores en el espacio recíproco utilizando las siguientes fórmulas:

$$\mathbf{b}_1 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_2 \times \hat{\mathbf{n}}}{\mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \hat{\mathbf{n}})} \quad (1)$$

$$\mathbf{b}_2 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_1 \times \hat{\mathbf{n}}}{\mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \hat{\mathbf{n}})} \quad (2)$$

donde $\hat{\mathbf{n}}$ es el vector unitario normal a la superficie. El espacio recíproco de dicha superficie es un conjunto de barras paralelas, periódicamente espaciadas, de radio

finito perpendiculares a la superficie que intersectan a la esfera de Ewald en spots de ancho finito que se encuentran en círculos concéntricos, llamados círculos de Laue [40], [41].

3.3 Van der Paw-Hall

La caracterización eléctrica es indispensable en el estudio de semiconductores, por lo que se han desarrollado diferentes técnicas para conocer estas cualidades, siendo uno de los más importantes la técnica del efecto hall ya que permite conocer las propiedades eléctrica de estos materiales, tales como la resistividad Hall (ρ) y el coeficiente Hall (R_H). A partir de estos parámetros es posible conocer la movilidad de los portadores y su concentración tanto planar como en bulto de materiales semiconductores monocristalinos.

El principio básico del efecto Hall es la fuerza de Lorentz, la cual es una combinación de dos fuerzas: la fuerza eléctrica y la magnética. Cuando un electrón se encuentra en la dirección de un campo eléctrico perpendicular a un campo magnético aplicado, este experimenta una fuerza magnética $-q\mathbf{v} \times \mathbf{B}$ normal a las direcciones del campo eléctrico y magnético. Dando como resultado una fuerza de Lorentz igual a $-q(\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B})$ donde q es la carga de la partícula, \mathbf{E} el campo eléctrico, \mathbf{v} la velocidad de la partícula y \mathbf{B} el campo magnético.

El efecto Hall se puede medir a través de la técnica de Van der Paw cuyo diseño experimental se ilustra en la Figura 7 para una muestra en la que la carga es transportada por electrones. Una corriente constante I fluye en presencia de un campo magnético dirigido, tal como se muestra en la Figura 7. Dado que los

electrones viajan adentro de un campo magnético, están sujetos a una fuerza de Lorentz alejándose de la dirección de la corriente, dando como resultado una acumulación de carga negativa en un lado de la muestra y carga positiva en el otro debido a la falta de electrones. Esto conduce a una diferencia de potencial entre los dos lados de la muestra, que puede medirse como el voltaje Hall V_H y la fuerza en los huecos es hacia el mismo lado debido a su velocidad opuesta y carga positiva [42], [43].

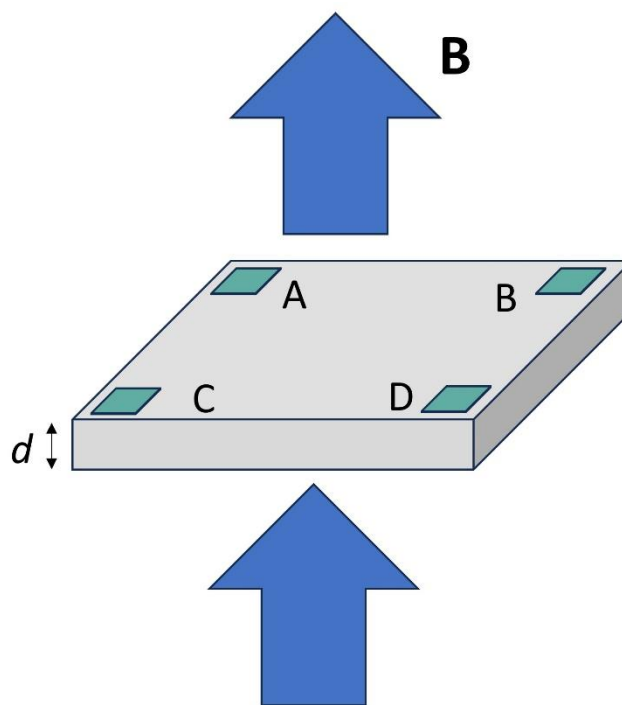


Figura 7. Esquema del efecto Hall en una muestra semiconductor con cuatro contactos óhmicos.

La técnica de Van der Paw requiere que la muestra sea homogénea en espesor, mientras que su forma puede ser arbitraria. Los contactos deben estar en la periferia de los extremos del semiconductor como se muestra en la Figura 8

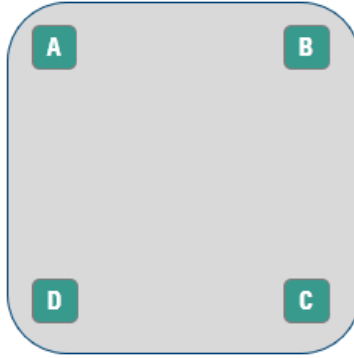


Figura 8. Posición de los contactos eléctricos para la correcta medición de la técnica de Van der Paw.

La medición de la resistividad ρ de una muestra se puede medir a través de la ecuación 3, para ello se debe fijar la corriente deseada. Donde la corriente debe ser lo más pequeña posible para la precisión requerida ρ .

$$\rho = \left(\frac{\pi}{4 \ln 2} \frac{d}{l} [(II - I) + (IV - III)] \times f \right) \quad (3)$$

Donde $\frac{\pi}{4 \ln 2}$ es una constante, d es el espesor de la muestra en centímetros, f es un factor geométrico que está en función de la razón de la resistencia y es igual a 1 cuando la razón es equivalente a 1 y cuando la razón es igual a 10, f decrece a 0.7. Los números romanos, indican donde debe realizarse la medición de voltaje de acuerdo con la dirección de la corriente, como puede verse en la siguiente tabla. La corriente (I) debe colocarse en miliamperes, mientras que los voltajes deben colocarse en milivolts, de tal manera que el resultado se obtendrá en $\Omega \cdot cm$. Es necesario realizar un promedio de las mediciones, por lo que se recomienda realizar un conjunto de mediciones de voltaje como se muestra en la Tabla 1, de tal manera que se aplique la ecuación 3 para cada uno de los grupos 1 y 2, y posteriormente se realice un promedio [44], [45].

Tabla 1. Combinaciones de voltaje y corriente requeridos para la medición de la resistividad

	Grupo 1				Grupo 2				Grupo 3			
	I	II	III	IV	I	II	III	IV	I	II	III	IV
Medición de voltaje	AB		BC		CD		AD		AC		BD	
Inyección de corriente	CD	DC	AD	DA	AB	BA	BC	CB	BD	DB	AC	CA

El cálculo del coeficiente Hall se calcula por medio del promedio de las mediciones de voltaje en las combinaciones del grupo 3 de la Tabla 1, sin embargo, estas mediciones se deben realizar aplicando un campo magnético que es representado por el subíndice $+M$ indicando un sentido positivo, es decir, de norte a sur, mientras que el sentido negativo, de sur a norte se representa a través del subíndice $-M$ en la ecuación 4,

$$R_H = 2500d \frac{[(II_{+M} - I_{-M}) - (IV_{+M} - III_{-M})]}{I|B|} \quad (4)$$

Donde 2500 es una constante, d es el espesor de la muestra en cm, el voltaje se mide en mV, la corriente en mA y se toma el valor absoluto del campo magnético en teslas, de esta forma se obtiene R_H en cm^2/C [46].

3.4 Microscopía de fuerza atómica

La creación del Microscopio de Fuerza Atómica, también conocido como Microscopio de Barrido de Sonda (SPM, Scanning Probe Microscopy), en 1986 por el equipo de Binnig y colaboradores, marcó un hito significativo al habilitar el estudio de la morfología superficial de las muestras [47].

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM, por sus siglas en inglés, Atomic Force Microscopy) puede ser comparado con otras técnicas de microscopía, como el microscopio óptico o el microscopio de barrido electrónico. En la Figura 9 se presenta una comparación entre diversas técnicas de microscopía. El AFM se destaca por su capacidad para realizar estudios morfológicos con una resolución excepcional a nivel nanométrico, permitiendo la generación de imágenes tridimensionales de la superficie de la muestra [48].

Entre las ventajas significativas del AFM se incluyen:

1. No requiere preparación especial de la muestra: A diferencia de algunas técnicas de microscopía que demandan un procesamiento previo de la muestra, puede utilizarse directamente sin necesidad de tratamientos costosos o complicados.
2. Versatilidad de entorno: es versátil en términos de entorno de operación. Puede utilizarse en aire, en vacío o en líquidos, lo que lo hace adecuado para una amplia gama de aplicaciones, incluyendo estudios en muestras biológicas.
3. Mapeo topográfico: permite generar mapas topográficos detallados de la superficie de materiales, tanto conductores como aislantes. Esto es valioso en la caracterización de una amplia variedad de muestras.

Esta técnica se ha convertido en una herramienta esencial para la investigación en nanociencia y nanotecnología debido a su capacidad para proporcionar información detallada sobre la morfología y propiedades de las muestras a una escala nanométrica [49], [50].

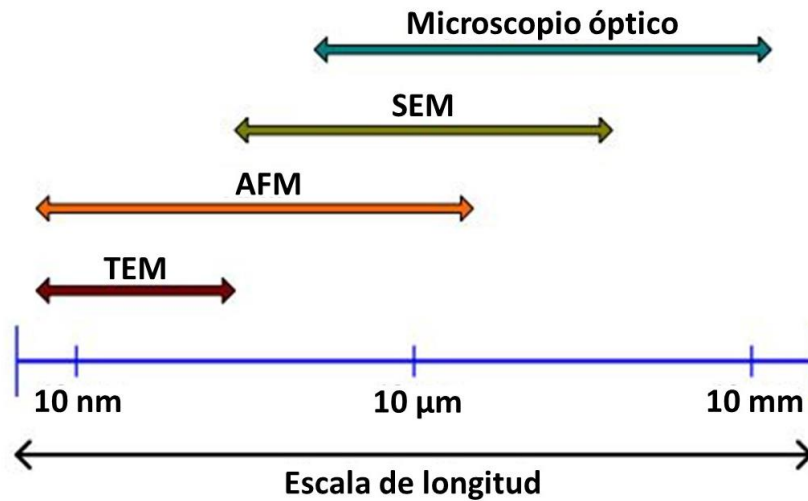


Figura 9. Comparación de la escala de longitudes para diversos microscopios.

Existen diversos tipos de puntas que se seleccionan de acuerdo con el tipo de muestra, siendo las más comunes las de silicio y nitruro de silicio. Estas puntas tienen un radio entre los 10 y los 60 nm y están localizadas en uno de los extremos del cantiléver. En el modo de contacto la punta del cantiléver se flexiona hacia arriba y hacia abajo debido a las fuerzas interatómicas (interacciones Van der Waals) de atracción y repulsión entre los átomos o moléculas de la punta y la superficie de la muestra. El valor de la fuerza de interacción varía según la distancia a la que se encuentren la punta de la superficie, simultáneamente un detector mide la deflexión provocada sobre el cantiléver a medida que la punta se desplaza sobre la superficie de la muestra, en la Figura 10 se puede apreciar el arreglo experimental simplificado utilizado en esta técnica. La señal del fotodetector es mandada a un circuito electrónico de retroalimentación en dirección z , la cual es comparada con un punto fijo de referencia generando una señal de error la cual es proporcional a la diferencia entre la señal prueba del fotodetector y el punto fijo. De esta manera se genera la imagen, dando forma a la superficie de la muestra [50], [51].

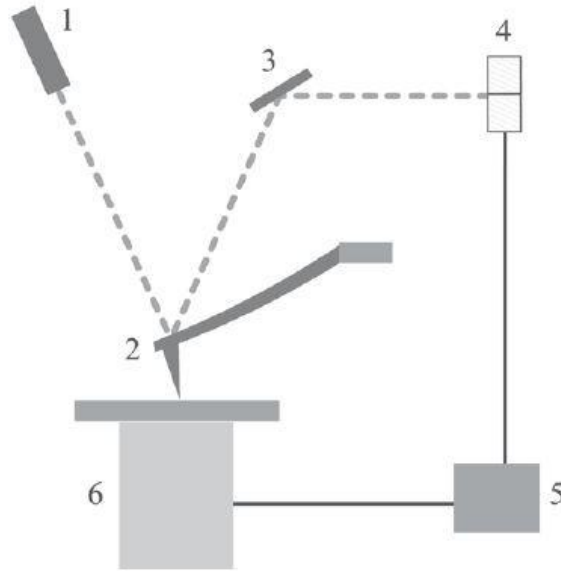


Figura 10. Diagrama esquemático de un arreglo experimental de AFM. (1) diodo láser, (2) cantiléver, (3) espejo, (4) fotodetector, (5) electrónica, (6) escáner con muestra.

3.5 Difracción de rayos X

La técnica de Difracción de Rayos X (XRD, X-Ray Diffraction) ha desempeñado un papel insustituible en el estudio de estructuras cristalinas, ya que posibilita un análisis minucioso de las propiedades estructurales de los materiales. Entre las informaciones que proporciona se incluyen el desacople de la red cristalina, la composición y la distancia interatómica [52].

El XRD permite la identificación de las direcciones de crecimiento en películas delgadas, estas pueden correlacionarse con los modos de excitación de señales difractadas, originadas en pequeños volúmenes o superficies de películas cristalinas. Dando lugar a patrones de difracción característicos de las estructuras cristalinas bajo análisis.

En esta técnica, se emplea un haz incidente de rayos X que penetra en la muestra, interactuando con los electrones de los átomos sólidos y generando una respuesta a la misma frecuencia que el haz incidente. La intensidad transmitida está condicionada por la intensidad incidente y se describe mediante la siguiente ecuación:

$$I = I_0 e^{-\omega d} \quad (5)$$

Donde: I es la intensidad transmitida, I_0 es la intensidad incidente, ω es el coeficiente de atenuación y d la longitud a lo largo del material.

Para que se produzca el efecto de difracción de rayos X, es esencial que la longitud de onda del haz incidente se encuentre dentro del rango característico de los espaciados interatómicos (típicamente del orden de Ångströms (Å)). Este fenómeno obedece una condición de difracción bien conocida, denominada ley de Bragg, como se ilustra en la Figura 11. Esta ley se describe mediante la siguiente relación:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (6)$$

En esta ecuación, λ representa la longitud de onda, n denota el orden de reflexión, d_{hkl} simboliza el espaciado entre los planos atómicos caracterizados por sus índices de Miller (hkl), y θ representa el ángulo de incidencia del haz de rayos X en relación con la superficie de la muestra. Para registrar todas las reflexiones posibles en el caso de muestras en forma de películas delgadas, se requiere variar el ángulo theta.

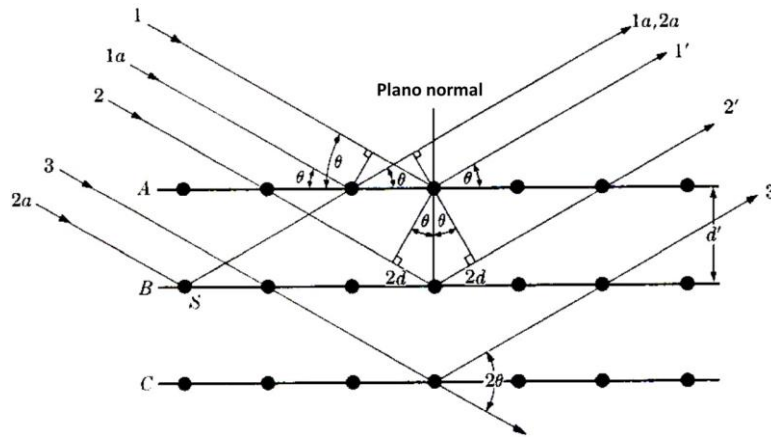


Figura 11. Reflexión de Bragg de una familia particular de planos, separados por una distancia d . Los rayos incidentes y reflejados se muestran para los primeros tres planos.

En el caso de una película con un desacople de red con el sustrato, la película experimentará efectos de estrés y tensión. Esto se traduce en una fuerza que actúa sobre los parámetros de la constante de red, forzándolos a adaptarse a los valores de la constante de red del sustrato, llegando a crear dislocaciones que ayuden a liberar las fuerzas de tensión y compresión [53], [54].

3.6 Fotoluminiscencia

El fenómeno en el que se absorbe energía y, posteriormente, se emite luz se conoce como luminiscencia. A lo largo de los años, se ha investigado ampliamente este proceso, lo que ha resultado en estudios ópticos para medir la absorción, transmisión, reflectividad y emisión de radiación. La técnica de fotoluminiscencia (PL, Photoluminescence) se basa precisamente en esta emisión de radiación y es una herramienta de caracterización no destructiva que permite el análisis de la estructura electrónica de los materiales.

En la técnica de PL, un láser incide sobre la muestra y el haz interactúa con la materia en un proceso conocido como fotoexcitación. Durante este proceso, los electrones

del material son excitados por el láser, adquiriendo energía que les permite pasar a estados de mayor energía. Cuando estos electrones regresan a su estado de equilibrio, liberan el exceso de energía en forma de radiación electromagnética, es decir, fotones. La energía de estos fotones está directamente relacionada con la diferencia de energía entre los dos estados electrónicos involucrados, como se muestra en la Figura 12 [55], [56].

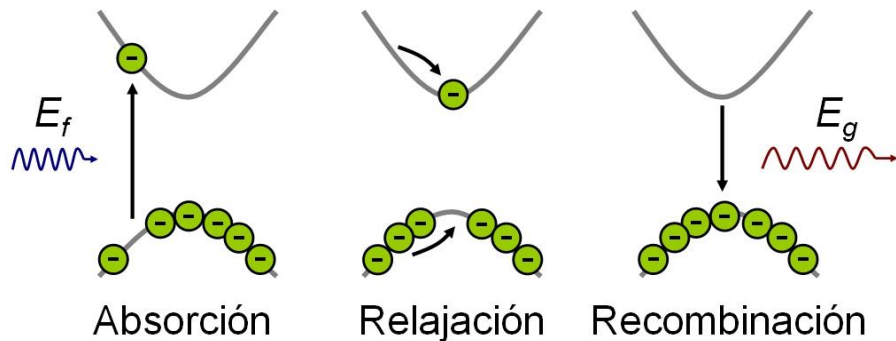


Figura 12. Representación gráfica del proceso de fotoluminiscencia.

En la Figura 13, se representa el montaje experimental para la técnica de PL. En este arreglo, la muestra se ubica en un dispositivo llamado criostato, que permite la realización de mediciones a bajas temperaturas, un láser, cuya potencia es ajustable se utiliza como fuente de excitación y está definido por la longitud de penetración y su energía, que debe ser mayor que la del ancho de banda de la muestra.

Justo frente al láser, se sitúa un conjunto de espejos para dirigir la luz hacia una lente que concentra el haz sobre la muestra. La radiación emitida por el material se focaliza mediante un sistema de lentes en la entrada de un monocromador. Este dispositivo dispersa la luz en sus diferentes longitudes de onda y selecciona una banda estrecha de longitudes de onda que se dirige al dispositivo de carga acoplada (CCD) para su registro.

Para asegurar que incida sobre la muestra un haz de luz monocromático y evitar interferencias de longitudes de onda procedentes del láser, se coloca un filtro de interferencia adecuado en la entrada del monocromador. La señal capturada, como se mencionó previamente, es adquirida por un CCD cuya salida se conecta a una computadora encargada de controlar todo el sistema.

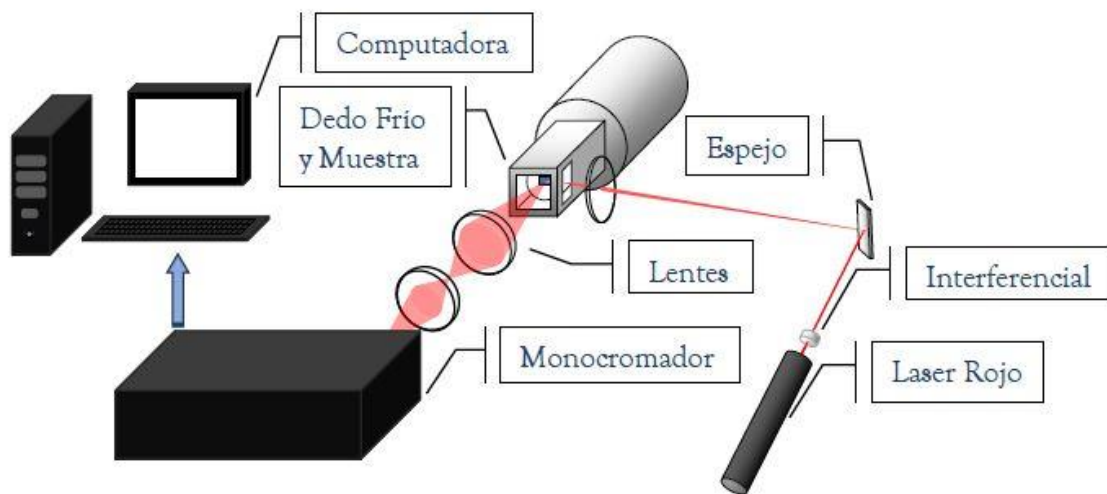


Figura 13. Arreglo experimental para la técnica de fotoluminiscencia.

3.7 Espectrometría de Masas de Iones Secundarios

La Espectrometría de Masas de Iones Secundarios (SIMS, Secondary-Ion Mass Spectrometry) es una técnica de caracterización que se desarrolló en la década de 1960. Esta metodología posibilita el análisis elemental de películas delgadas con una buena resolución de partes por millón y una capacidad de resolución lateral de hasta 50 nanómetros. La conjunción de estas capacidades y la habilidad para proporcionar análisis en función de la profundidad confirma que SIMS es una técnica de incalculable valor para una amplia gama de aplicaciones. La Tabla 2 sintetiza las ventajas y desventajas de esta [57], [58].

SIMS utiliza un haz de iones primarios (comúnmente son iones de argón (Ar⁺), galio (Ga⁺), o metales alcalinos), estos iones inciden en la superficie de la muestra desencadenando un proceso conocido como "sputtering" o erosión, donde los iones primarios transfieren su energía a las moléculas superficiales. Como resultado de este proceso, estas moléculas son liberadas como iones secundarios. Los iones secundarios pueden ser tanto positivos como negativos, dependiendo de la naturaleza de los iones primarios utilizados, una vez que estas partículas ingresan en el entorno gaseoso, un campo eléctrico las direcciona hacia el espectrómetro de masas [59].

Tabla 2. Ventajas y desventajas de la técnica SIMS

Ventajas
Todos los elementos e isótopos son detectados
Buena resolución de profundidad, típicamente de unos nm
Sensibilidad de ppm o ppb
Dinámico (perfil de profundidad)
Cuantitativo
Análisis rápido multielementos
Análisis 2D y 3D
No es necesaria la preparación de la muestra
Desventajas
Técnica destructiva
Espectros de masas complejos
Gran variación de los rendimientos de iones secundarios sobre la tabla periódica
La cuantificación requiere estándares secundarios
Cuantificación difícil para especies matriciales

El rendimiento del ion secundario varía con la matriz

Efectos de carga para análisis de aisladores

La formación de la topografía puede afectar la resolución de la profundidad

Los resultados del análisis SIMS pueden ser presentados en tres formatos distintos [25]:

(a) Espectro de Masas: Este formato exhibe la intensidad de los iones en relación con su relación masa/carga, como se representa en la Figura 14 (a).

(b) Perfil de Profundidad: En el perfil de profundidad, se muestra la intensidad de los iones en función de la profundidad de la muestra, tal como se ilustra en la Figura 14 (b).

(c) Imágenes de Iones: Las imágenes de iones proporcionan una representación visual de la distribución lateral de los iones secundarios, como se ejemplifica en la Figura 14 (c).

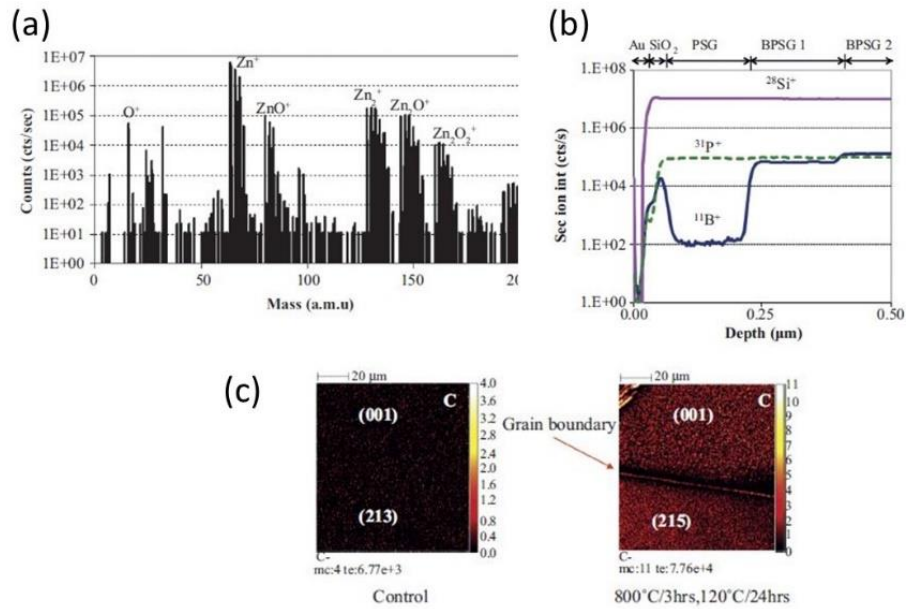


Figura 14. (a) espectro de masas, (b) perfil de profundidad, y (c) imágenes.

3.8 Fotorreflectancia

La técnica de fotorreflectancia (PR) es una técnica de no contacto que se introdujo en la década de los 60's, consiste en una modulación de los campos eléctricos y que no requiere que sus capas sean dopadas como en otras técnicas de modulación y que además, las mediciones pueden realizarse a temperatura ambiente, lo cual permite prescindir de los complejos sistemas de enfriamiento que requieren otras técnicas. Esta técnica de modulación permite obtener las características ópticas del material en estudio como lo son las energías de transición provenientes de los pozos cuánticos o super-redes y con ello es posible determinar el espesor de los pozos y la altura de las barreras de potencial. Además, esta técnica permite determinar el comportamiento del material al ser perturbado por medio de la modulación del campo eléctrico [60], [61].

El arreglo experimental de esta espectroscopía se muestra en la Figura 15, consiste en un monocromador, del cual se puede generar un barrido de longitudes de onda de acuerdo al tipo de lámpara utilizada, por lo general se utilizan lámparas de halógeno, el haz es

enfocado sobre la muestra, mientras que el haz de un láser, con una energía mayor a la del band gap del material en estudio, pasa a través de un chopper y que a su vez es dirigido al mismo punto sobre la muestra. La intensidad de este láser puede ser modificada con el uso de filtros, la luz reflejada es detectada por medio de un fotodiodo o un fotomultiplicador. La señal detectada se separa en dos señales. La primera componente, DC, es proporcional a I_0R , mientras que la componente AC, la cual es medida utilizando un amplificador lock-in, es proporcional a $I_0\Delta R$. El software se encarga de realizar la proporción de las señales dando como resultado el espectro de fotoreflectancia [62], [63],

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_{Encendido} - R_{Apagado}}{R_{Apagado}} \quad (7)$$

Donde $R_{Encendido}$ y $R_{Apagado}$ son los coeficientes de reflectividad con el láser encendido y apagado, respectivamente.

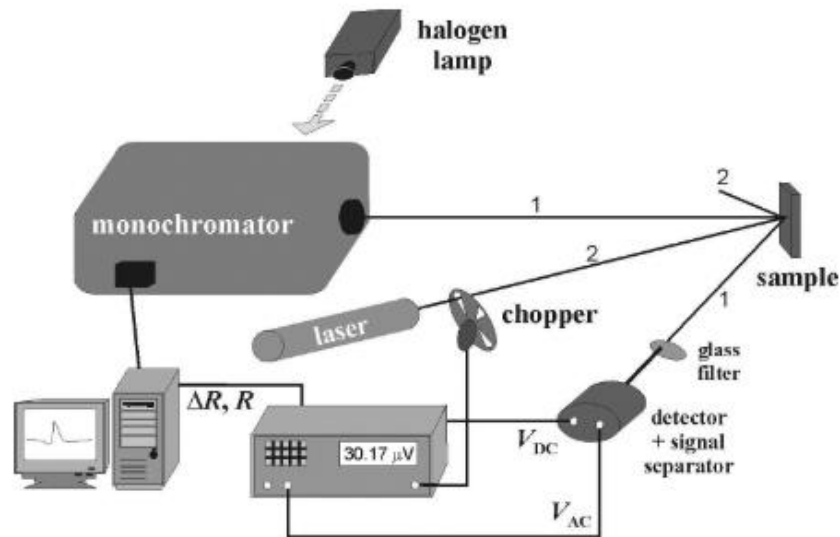


Figura 15. Arreglo experimental de la técnica de PR.

El mecanismo de funcionamiento de esta técnica, como ya se ha mencionado antes, es la modulación del campo eléctrico que puede ser explicado por medio de un material tipo-n.

Como se observa en la Figura 16 (a) en una muestra sin perturbar, los estados superficiales que están por encima del nivel de Fermi se encuentran ocupados en su mayoría por electrones, creando de esta forma un curvamiento de las bandas (F_{DC}). Cuando se perturba el medio (Figura 16 (b)) se generan pares electrón-hueco, los cuales son separados por el campo eléctrico interno del material, los huecos se desplazan a la superficie “neutralizando” a los electrones, $F_{DC} \rightarrow F_{DC} - F_{AC}$ donde F_{AC} representa el cambio en el campo eléctrico [64].

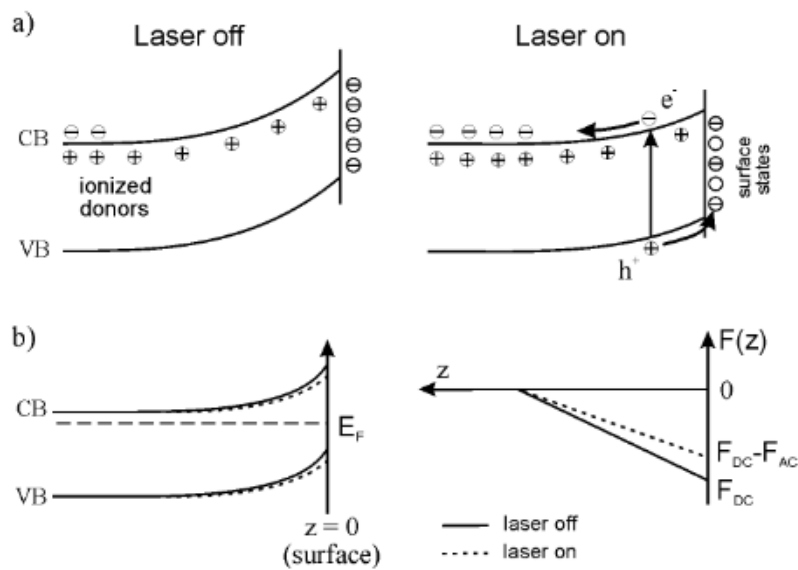


Figura 16. Doblamiento de las bandas a) en un medio no perturbado, b) al ser excitada la muestra con la energía de un láser.

La perturbación de la función dieléctrica ($\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2$) puede ser descrita a través de la normalización de la ecuación 7, por lo que podemos describirla como

$$\frac{\Delta R}{R} = \alpha(\varepsilon_1, \varepsilon_2)\Delta\varepsilon_1 + \beta(\varepsilon_1, \varepsilon_2)\Delta\varepsilon_2 \quad (8)$$

Donde los coeficientes de serafín α y β nos relacionan con la función dieléctrica, mientras que $\Delta\varepsilon_1$ y $\Delta\varepsilon_2$ se obtienen a partir de las relaciones de Kramers-Kronig [65].

Podemos clasificar la fotorreflectancia en tres categorías de acuerdo a su energía electro-óptica dada por la ecuación 9

$$(\hbar\Omega)^3 = \frac{q^2 \hbar^2 F^2}{2\mu} \quad (9)$$

Donde F es el campo eléctrico, μ es la masa reducida de la interbanda en la dirección del campo, de acuerdo a la ecuación 9 la clasificación queda de la siguiente manera [60], [66]:

Régimen de campo bajo donde se debe cumplir la condición $|\hbar\Omega| \leq \Gamma$. En este caso se tienen formas lineales de tercera derivada de la función dieléctrica y podemos reescribir la ecuación 7 como

$$\frac{\Delta R}{R} = \text{Re}[Ae^{i\varphi}(E - E_g + i\Gamma)^{-m}] \quad (10)$$

Donde A es la amplitud, φ es el factor de fase, E_g representa la energía de banda prohibida y Γ es el parámetro de ensanchamiento. El termino m hace referencia al tipo de transición óptica, es decir, si es un sistema tridimensional $m = 2.5$ y si se trata de un sistema bidimensional $m = 3$ [67].

Campo intermedio: $|\hbar\Omega| \leq \Gamma$ y $qFa_0 \ll E_g$ donde a_0 representa a la constante de red

$$\frac{\Delta R}{R} = [Af_E^1 + Bf_E^2] \quad (11)$$

$$f_E^1 = -\Phi(1, 1/2, -y^2/2) \quad (12)$$

$$f_E^2 = -\sqrt{\frac{\pi}{2}} y e^{-y^2/2} \quad (13)$$

Donde

$$y = \frac{E - E_g}{\Gamma} \quad (14)$$

Oscilaciones Franz-Keldysh (FKO): no se satisface el criterio de régimen de campo bajo, pero $eFa_0 \ll E_g$. Sin embargo, es complicado trabajar con la forma exacta de la ecuación $\frac{\Delta R}{R}$ por lo que se utiliza la ecuación desarrollada por Aspnes [68]–[70]

$$\frac{\Delta R}{R} \propto \frac{1}{E^2(E - E_g)} e^{-2(E-E_g)^{1/2} \frac{\Gamma}{(\hbar\Theta)^{3/2}}} \text{Cos} \left[\frac{4}{3} \frac{(E - E_g)^{3/2}}{(\hbar\Theta)^{3/2}} + \chi \right] \quad (15)$$

En donde la posición del extremo n-ésimo de las FKO está dado por

$$n\pi = \frac{4}{3} \left[\frac{E_n - E_g}{\hbar\Theta} \right]^{3/2} + \chi \quad (16)$$

Siendo E_n la energía n-ésima del fotón χ un factor de fase arbitraria. El campo eléctrico puede ser calculado a través de la pendiente de la recta generada por el gráfico

$$\frac{4\pi}{3} (E - E_g)^{3/2} \text{ vs } n. \quad (17)$$

3.9 Espectroscopía de dominio del tiempo terahertz

Esta técnica emplea un láser como fuente de excitación, comúnmente siendo el láser de Ti: zafiro, que opera a una longitud de onda central de 800 nm. Este láser emite pulsos extremadamente breves, de unos pocos femtosegundos, con una frecuencia de repetición de 80 MHz, el haz láser tiene una potencia promedio de aproximadamente 200 mW.

Aproximadamente el 70% de la potencia generada por el láser se dirige hacia una línea de retardo controlada por computadora. Luego, esta línea incide sobre el material fotoconductor en estudio, la radiación THz se colima mediante espejos parabólicos y se enfoca nuevamente hacia un detector utilizando un espejo semiesférico de silicio.

El 30% restante del pulso láser se desvía por una ruta separada y se enfoca en el mismo detector para llevar a cabo la detección electro-óptica del pulso. Las señales eléctricas recogidas por la antena se amplifican y detectan con la ayuda de un amplificador lock-in. En la Figura 17 se presenta un diagrama esquemático de esta configuración experimental [71]–[74].

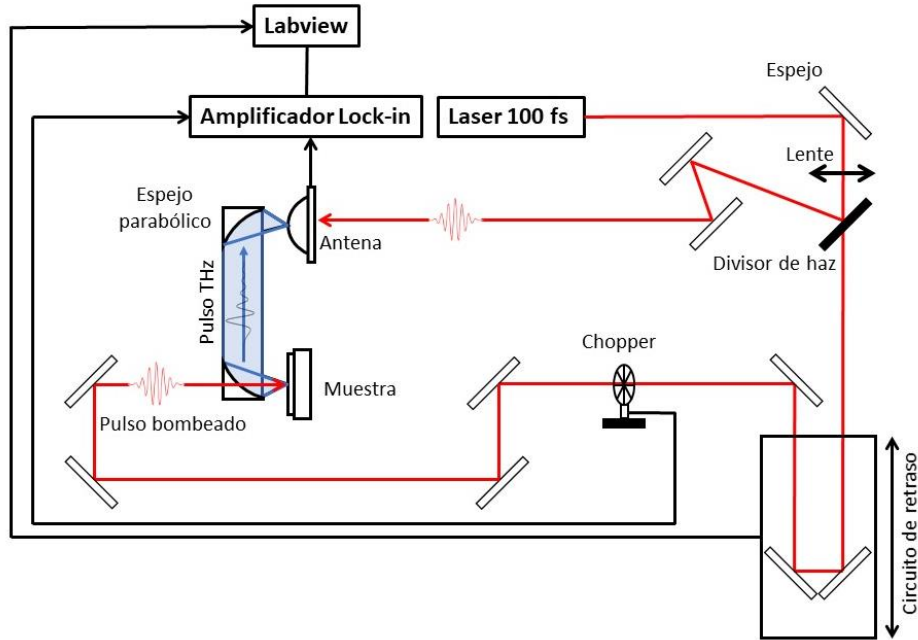


Figura 17. Diagrama esquemático de la configuración experimental.

$$\frac{\Delta R}{R}(t_d) = \frac{A}{2} e^{\frac{w^2}{4 \times t_1^2} - \frac{t_d}{t_1}} \left[\text{erf} \left(\frac{t_d}{w} - \frac{w}{2 \times t_1} \right) + 1 \right] + \frac{B}{2} e^{\frac{w^2}{4 \times t_2^2} - \frac{t_d}{t_2}} \left[\text{erf} \left(\frac{t_d}{w} - \frac{w}{2 \times t_2} \right) + 1 \right] \quad (18)$$

donde ΔR es un cambio en la señal de reflectividad de la referencia, generada por los pulsos, R es la señal de reflectividad de referencia, antes de que el pulso incida sobre la muestra; t_d es el tiempo de retraso entre los dos pulsos; A y B son las amplitudes de $\Delta R/R$; w es el tiempo de excitación; t_1 y t_2 son la constante de tiempo del primer y segundo exponente [73].

3.10 Microscopía electrónica de barrido

La microscopía puede dividirse en dos amplios campos, el de la microscopía óptica (MO) y la microscopía electrónica. Estos dos campos tienen algunas similitudes en cuanto a su composición estructural siendo el principio de funcionamiento el que

marca la mayor diferencia, ya que en la MO se hace uso de la luz, mientras que para la microscopía electrónica se utilizan electrones como su nombre lo indica. Esto permite lograr magnificaciones de hasta 300,000x comparado con la MO que solo puede magnificar hasta 1000 veces su tamaño original.

El desarrollo de la microscopía electrónica se inició en la década de 1930 por los investigadores Ruska y Knoll quienes desarrollaron la técnica de microscopía electrónica de transmisión (TEM) y posteriormente en 1938 Von Ardenne agregó una bobina de escaneo creando de esta manera la microscopía electrónica de barrido (SEM). TEM permite conocer la composición interna de los materiales a través de su morfología, orden cristalino, tensión e incluso dominios magnéticos [75]. Sin embargo, la muestra debe ser preparada previamente a la medición ya que se requiere que el espesor no sea mayor a los 100 nm por lo que su uso se complica en gran medida. En el caso de la técnica SEM, esta permite mediciones de morfología con una resolución de hasta 1 nm y además, haciendo uso del espectrómetro de energía dispersada (el cual a su vez hace uso de los rayos X que se producen de manera natural al incidir el haz de electrones sobre el material), se puede obtener información de la composición química de la muestra analizada. No obstante, fue hasta el año 1968 cuando se inició la comercialización de este instrumento, permitiendo con ello poder observar un nuevo mundo, el nanomundo [76].

El haz de electrones es producido por un voltaje que se encuentra entre los 30 a 40 kV y la longitud de onda de este haz esta dado por la ecuación de De Broglie

$$\frac{\sqrt{1.2349 \text{ nm}}}{\text{Voltaje de aceleracion (kV)}} \quad (19)$$

El haz de electrones es dirigido y enfocado mediante lentes electromagnéticas y bobinas de deflexión, lo que permite escanear una superficie con precisión, al penetrar en la muestra el haz forma una zona de interacción en forma de gota, cuyo tamaño varía entre 100 y 5000 nm, dependiendo del voltaje de excitación y de la densidad del material. La interacción de los electrones con el material genera una serie de efectos a diferentes profundidades, tales como electrones Auger, electrones secundarios, electrones retrodispersados, rayos X característicos, rayos X continuos y rayos X fluorescentes [77].

3.11 Espectroscopía Raman

La espectroscopía Raman (RS) se desarrolló en 1928 por Raman y Krishnan basados en los estudios teóricos propuestos por Smekal en la década de 1920 [78]. Esta espectroscopía se basa en el proceso de la dispersión inelástica entre la luz incidente y la luz irradiada de la muestra en estudio. Cuando la muestra es excitada a través de un láser, esta radiación interactúa con el sustrato semiconductor, huecos, bordes afilados o puntas de nanoestructuras de diferente forma o tamaño y las moléculas adsorbidas. La interacción de la luz con el material interactúa a un nivel virtual, el cual es un estado inestable que no pertenece a un estado cuántico estacionario de la molécula [79], posteriormente dispersa los fotones desde niveles estables que pueden ser de tres tipos. El primero y enormemente mayoritario de ellos es la dispersión Reyleigh (Figura 18 (a)), en la cual los fotones siguen el proceso de reflexión elástica sin transferencia de energía, o reflexión; la últimas dos son interacciones de dispersión inelástica donde los fotones se emiten cuando las vibraciones del material (fonones) decaen a niveles diferentes al nivel inicial, lo cual permite liberar energía en forma de fotones que pueden ganar o perder cierta cantidad respecto al fotón incidente o de excitación. Si el fonón excitado decae a un nivel más alto al inicial, entonces la dispersión es llamada Stokes Raman (corrimiento

al rojo) y la luz dispersada tendrá una frecuencia menor a la incidente, en el caso contrario llamado anti-Stokes Raman los fonones decaen a un nivel más bajo dispersando una luz con mayor frecuencia que la inicial (corrimiento al azul) como se puede observar en la Figura 18 (b) y (c) respectivamente [79]–[81].

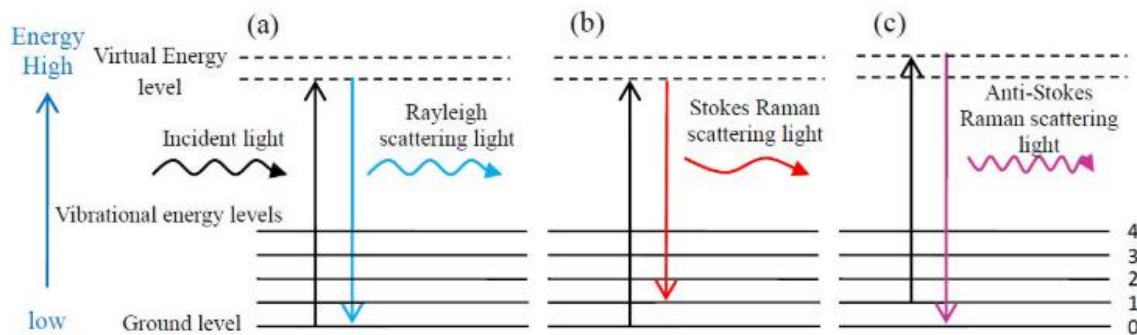


Figura 18. Mecanismos de dispersión en la técnica Raman.

Raman es una técnica no destructiva que al recolectar la luz dispersada es capaz de generar una huella dactilar específica para cada material, el análisis de esta huella puede brindar distintos tipos de información como la concentración de algún material, la cual puede ser determinada utilizando la intensidad; estrés/tensión a través del corrimiento de los picos; la posición de la banda habla sobre su estructura, mientras que su ancho completo a la mitad del máximo (FWHM) permite conocer la cristalinidad, defectos y dopaje. Estos son solo algunos ejemplos de la gran cantidad de información que es posible ser obtenida con el uso de esta técnica [79], [82].

Detalles experimentales

4.1 Reflexión de Electrones Difractados de Alta Energía

El proceso de crecimiento se caracterizó por RHEED con un voltaje de aceleración de 12 keV y una corriente de 1.39 mA. Una pantalla fluorescente multicapa de fósforo depositado en vidrio fue utilizada para mejorar el contraste al bloquear la luz y los electrones de baja energía desde el interior de la cámara, se hizo uso de una caja de control compacta para ajustar la intensidad, el enfoque y la posición del haz, y se empleó una cámara de video que permite grabar los patrones RHEED.

4.2 Efecto Hall

El equipo utilizado en esta medición es un Ecopia HMS-3000 Hall Measurement System, mostrado en la Figura 19 el cual permite medir la resistividad, la concentración de portadores, y la movilidad de los portadores del material semiconductor.

Para realizar las mediciones de efecto Hall fue necesario colocar contactos a las muestras, por lo que se utilizó el método de evaporación. Este método consiste en colocar una mascarilla con la forma del contacto sobre la muestra dentro de una campana de evaporación. Posteriormente se coloca el metal a evaporar (en este caso indio), se hace vacío y se aplica una corriente de 201 A hasta que el metal se evaporó por completo. Para mejorar la resistencia de estos contactos se añadieron unas gotas de indio sobre los

contactos antes descritos y se realizó un recocido térmico por 45 segundos, seguido de una serie de horneados a una temperatura de 250 °C de 5, 10 y 15 minutos para asegurar la difusión de los contactos.



Figura 19. Sistema para medición de efecto Hall ecopia.

4.3 Microscopía de fuerza atómica

Las mediciones de AFM se tomaron en modo tapping, con un cantiléver de silicio con una frecuencia de resonancia nominal de 300 kHz y una constante de resorte de 40 N/m (Modelo: OTESPA-R3, mostrado en la Figura 20 por un MultiMode 8 SPM, NanoScope V Controlador de Bruker. Con una resolución de imagen de $512 \times 512 \mu\text{m}$ y escaneo X-Y con un rango de $20 \times 20 \mu\text{m}$.



Figura 20. Sistema de medición AFM.

Posteriormente, se utilizó el software modular Gwyddion 2.50 (un software libre que resulta ser muy útil cuando se requiere visualizar y analizar la información obtenida de AFM), con este programa se logra medir la rugosidad, tamaño de grano, altura máxima, densidad y volumen de la superficie de las muestras crecidas.

4.4 Difracción de rayos x

Las propiedades estructurales se estudiaron mediante difracción de rayos X de alta resolución (HRXRD) medida con un difractómetro de rayos X PANalytical Empyrean, utilizando la línea de emisión Cu K α 1 (1.54056 Å).



Figura 21. Difractómetro PANalytical

4.5 Fotoluminiscencia

La espectroscopía de fotoluminiscencia (PL) se midió a 14 K. Las muestras se excitaron con la línea de 488 nm y una potencia de 50 mW de un láser de argón. La luminiscencia de las muestras se recolectó con detectores de InSb para infrarrojo

lejano (en el caso de la medición de la señal de InAs) y Ge para el rango de longitudes de onda hasta 1800 nm

4.6 Espectrometría de masas de iones secundarios

El análisis en profundidad de la espectrometría de masas de iones secundarios (SIMS) se realizó utilizando un time-of-flight SIMS IONTOF 5. El área escaneada fue de $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ desde el área central del cráter monitoreando los iones positivos secundarios, mientras que el área erosión fue de $300\ \mu\text{m} \times 300\ \mu\text{m}$ para evitar efectos de cráter.



Figura 22. Equipo SIMS del CINVESTAV CDMX

4.7 Fotorreflectancia

Se llevó a cabo utilizando una configuración experimental similar a la descrita en otro estudio [60], con una longitud de onda láser de 632 nm y una potencia óptica de $10\ \text{mW}/\text{cm}^2$, operando a una frecuencia de 200 Hz. El haz de la sonda se generó a partir de una lámpara halógena de tungsteno.

4.8 Terahertz

Para caracterizar las muestras, se utilizó un método de terahertz en el dominio del tiempo. La configuración se basó en un láser Ti:sapphire mode-locked, el cual emite pulsos de ~ 33 fs de duración con una longitud de onda en 800 nm a una velocidad de repetición de 80 MHz. Los pulsos se dividen en dos haces. El primero con una potencia promedio de ~ 50 mW, este se envía a través de una línea de retardo motorizada y luego se utiliza para excitar la muestra semiconductor en un ángulo de incidencia de 45° (Figura 23). La radiación de THz es generada en forma de una transición electromagnética de único ciclo.

Un segundo espejo parabólico enfoca la radiación de THz sobre un cristal de ZnTe [110] de 1 mm de espesor. El segundo rayo láser también se enfoca sobre el cristal de ZnTe y se copropaga con la radiación de THz; posteriormente, se utilizan una placa de ondas acromática $\lambda/4$, un prisma Wollaston y un par de fotodiodos balanceados para detectar pequeños cambios en la intensidad relativa de los componentes de polarización del láser, que son proporcionales al campo eléctrico instantáneo de THz. Al cambiar el retraso relativo entre la radiación de THz y el segundo pulso láser, es posible mapear la forma de onda dependiente del tiempo del campo eléctrico de THz.

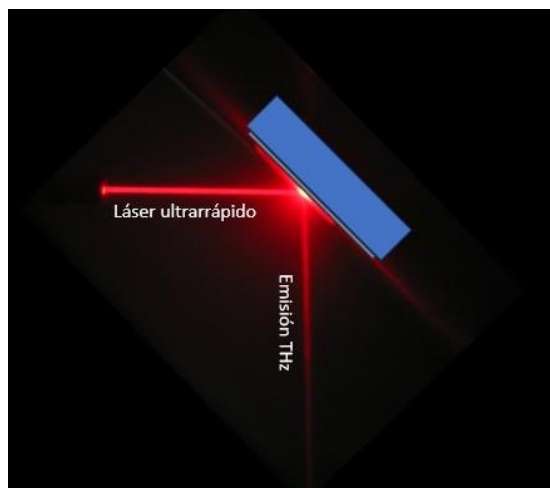


Figura 23. Representación esquemática de la geometría utilizada en los experimentos de foto-excitación ultrarrápida y recolección de THz en un ángulo de 45°.

4.9 SEM

Las imágenes SEM fueron tomadas con un microscopio de emisión de campo (FESEM) de doble haz (Helios G4 CX), el cual cuenta con una fuente de iones de galio líquido que fue operado a 5 kV y con una resolución de hasta 1 nm.



Figura 24. SEM del laboratorio CIACYT-UASLP

4.10 Raman

Para la caracterización óptica, se utilizó un sistema micro-Raman Horiba Xplora plus con una línea láser de 532 nm en una configuración de retrodispersión (Figura 25). Se empleó una rendija de 100 μm y un objetivo de microscopio de 100X.



Figura 25. Equipo de micro-Raman Horiba Xplora plus.

Resultados y discusión

5.1 Crecimiento de heteroestructuras metamórficas de InGaAs/GaAs por MBE en un sistema Riber 32

Las muestras estudiadas se crecieron mediante MBE en sustratos semiaislantes de GaAs (100) epi-ready. La capa de óxido de la superficie de los sustratos se eliminó utilizando un horneado a 570 °C bajo un flujo de haz molecular de As ajustado a la presión equivalente del haz (BEP) 8×10^{-6} Torr. Posteriormente se creció una capa buffer (BL) de GaAs de 250 nm de espesor para todas las muestras.

Para el crecimiento de estas muestras se empleó el mismo As-BEP de 8×10^{-6} Torr para todas las capas. Los BEP de Ga e In se variaron a lo largo del crecimiento de las aleaciones ternarias metamórficas de InGaAs cambiando las temperaturas de la celda de efusión en el rango de 762 a 934 °C y 685 a 761 °C, para Ga e In, respectivamente. Al variar las temperaturas de las celdas el BEP se vio modificado en un rango de 0.1 a 1.8×10^{-7} Torr y de 0.6 a 3.0×10^{-7} Torr para Ga e In, respectivamente. La figura 26 representa los dos tipos de muestras graduales de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ estudiadas, etiquetadas como $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$. Para $S_{\text{In:Ga}}$ después del crecimiento de la BL, se depositaron 100 nm de InAs a una temperatura de sustrato de 480 °C seguidos de una película gradual de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ que comienza con una concentración molar de indio en

$x = 0.97$ y termina en $x = 0.12$ cerca de la superficie. Para $S_{\text{Ga:In}}$. En la capa $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ se inició con $x = 0.12$ y se finalizó con $x = 0.97$.

Por otro lado, a medida que aumentaba el espesor de la película gradual de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, la temperatura del sustrato también variaba linealmente de 480 a 600 °C para $S_{\text{In:Ga}}$ y de 600 a 480 °C para $S_{\text{Ga:In}}$, como se muestra en la parte superior del eje x de la Figura 26. El control preciso de la temperatura del sustrato juega un papel fundamental en la calidad de la aleación de InGaAs. Una temperatura de crecimiento más baja tiende a disminuir la segregación de In en aleaciones de InGaAs con alto contenido de este elemento [83], [84], mientras que a esta temperatura las capas de GaAs crecen de forma no estequiométrica con una concentración significativa de defectos de nivel profundo [85]. Una muestra adicional de S_{In} , que consta de una capa de InAs de 1700 nm de espesor, se creció a 480 °C con fines de referencia.

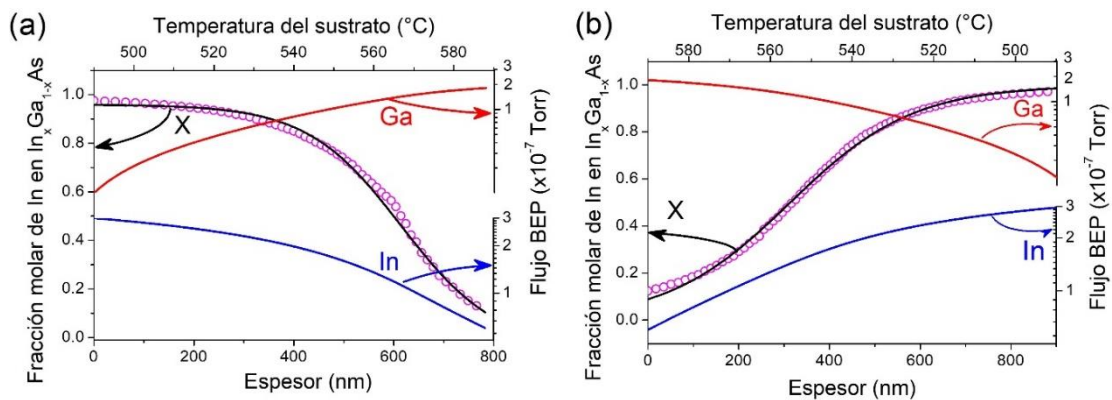


Figura 26. Parámetros de crecimiento nominal de las películas de InGaAs para (a) $S_{\text{In:Ga}}$ y (b) $S_{\text{Ga:In}}$. En el eje de la derecha se muestran los flujos de In y Ga BEP. La fracción molar nominal In en la aleación se representa en símbolos abiertos y la línea negra representa el ajuste de tangente hiperbólica. La temperatura del sustrato también aumentó con el grosor de la capa, como se muestra en el eje horizontal superior.

Las imágenes AFM de los crecimientos se muestran en la Figura 27, donde se puede apreciar que una superficie terminada rica en In es claramente más plana que las

muestras terminadas en Ga. Por lo general, la relajación de la tensión elástica en los sistemas semiconductores que presentan un desacople de red conduce a cambios significativos en la morfología de la superficie.

Con frecuencia se ha observado en diversas heteroestructuras de compuestos III-V ciertos entrecruzamientos, lo que indica dislocaciones interfaciales [86]. Por lo tanto, al obtenerse una superficie plana nos indica que las capas de composición gradual retienen eficientemente las dislocaciones, impidiendo que las TD suban a la superficie. Este efecto es más evidente para las muestras terminadas ricas en In, las cuales exhibieron mejores características, como se verá más adelante. La superficie de las muestras fue monitoreada por RHEED, a lo largo del crecimiento de las capas buffer de GaAs se observó la reconstrucción de la superficie (2×4) típica de este material binario. Asimismo, se monitoreo el crecimiento de InAs y de las capas de composición gradual de InGaAs (S_{InAs} y $S_{In:Ga}$), que dependiendo de la composición de In y la temperatura del sustrato durante el crecimiento, la muestra de InAs mostró una variedad de reconstrucciones superficiales como lo son las (4×3) , $(n \times 3)$, (6×4) , $c(4 \times 4)$ y (2×4) se observan con frecuencia [87]. Estas reconstrucciones se aprecian mejor cuando se propicia una morfología plana. Sin embargo, la tensión intrínseca de las heterouniones InGaAs/GaAs conduce a la rugosidad progresiva de las superficies a medida que aumenta el contenido de In en la epicapa. Adicionalmente, el In tiende a segregarse y a producir la llamada "zona flotante" añadiendo una complicación adicional para el análisis de la superficie [88]. En el caso de S_{InAs} y $S_{In:Ga}$ la reconstrucción de la superficie (2×4) no cambió, lo que se atribuye a que la temperatura del sustrato se ajustó a lo largo del proceso de crecimiento mientras que los flujos de haz de aniones y cationes se cambiaron simultáneamente. Por lo tanto, es posible que siempre se hayan conservado superficies lisas sin una segregación significativa de In. Los insets en la Figura 27 muestran patrones RHEED

de líneas alargadas obtenidos para muestras $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$ al final del crecimiento en la dirección $[0\bar{1}1]$, lo que sugiere superficies planas [89]. Al finalizar el crecimiento y durante el rampeo de bajada de temperatura, se observó una transición de la reconstrucción de la superficie de (2×4) a (4×2) , esto es consistente con informes previos [90], [91].

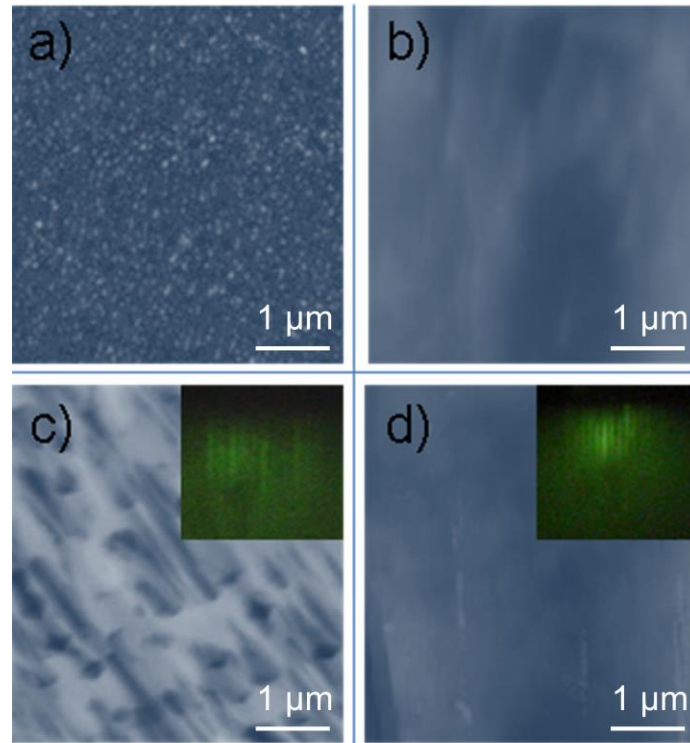


Figura 27. Imágenes de microscopía de fuerza atómica de a) GaAs, b) S_{In} c) $S_{\text{In:Ga}}$ y d) $S_{\text{Ga:In}}$. El área de escaneo es de $5\times 5 \mu\text{m}^2$ y la escala vertical va de 0 (color azul oscuro) a 50 nm (blanco). Los recuadros en c) y d) muestran los patrones RHEED en la dirección $[0\bar{1}1]$ obtenidos al final del crecimiento.

Los difractogramas de HRXRD (004) tomados de S_{In} , $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$ se observan en la Figura 28. El inset de la Figura 28 (a) muestra la medición de S_{In} , donde los picos de difracción de GaAs se encuentran en $\sim 33^\circ$, mientras que el pico correspondiente al InAs se presenta en $\sim 30.5^\circ$ indicados en los difractogramas con líneas discontinuas verticales como referencia para ayuda visual [92], [93]. La posición del pico de InAs sirve como guía indicando una constante de red de $6.05 \pm 0.01 \text{ \AA}$, correspondiente

a la estructura de zinc blenda de InAs sin deformar a temperatura ambiente. Por otro lado, ambas muestras con capas de gradiente de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ se manifiestan como una amplia meseta de difracción entre los picos de difracción de InAs y GaAs. Se han reportado patrones de difracción similares para capas graduales tanto continuas como escalonadas [94]–[96]. La Figura 28 (a) muestra el espectro de $S_{\text{In:Ga}}$, donde se puede observar un hombro en el lugar de difracción de la red de InAs que corresponde a la capa de InAs que creció antes de la deposición de la aleación gradual de InGaAs, seguido de una firma ancha centrada alrededor de 30.77° (flecha negra) que marca el comienzo de la meseta extendida. La constante de red asociada con esta posición de pico, 6.01 \AA , correspondería a $x = 0.90$, esto es cercano a la concentración nominal inicial en la que comenzó la aleación de InGaAs. Curiosamente, para $S_{\text{Ga:In}}$ (Figura 28 (b)) también se observa un pico de difracción que puede relacionarse con la concentración de In al comienzo del gradiente de InGaAs (marcado con una flecha), junto con los picos de InAs y GaAs. Las diferencias entre la concentración nominal de In y las determinadas a partir de los picos de difracción pueden atribuirse a cambios debidos a los efectos de la deformación y la aleación. Ambos picos con flechas negras son ligeramente anchos, lo que significa que corresponden a gradientes de concentración de dispersión local centrados en la posición marcada para cada espectro de la muestra de InGaAs.

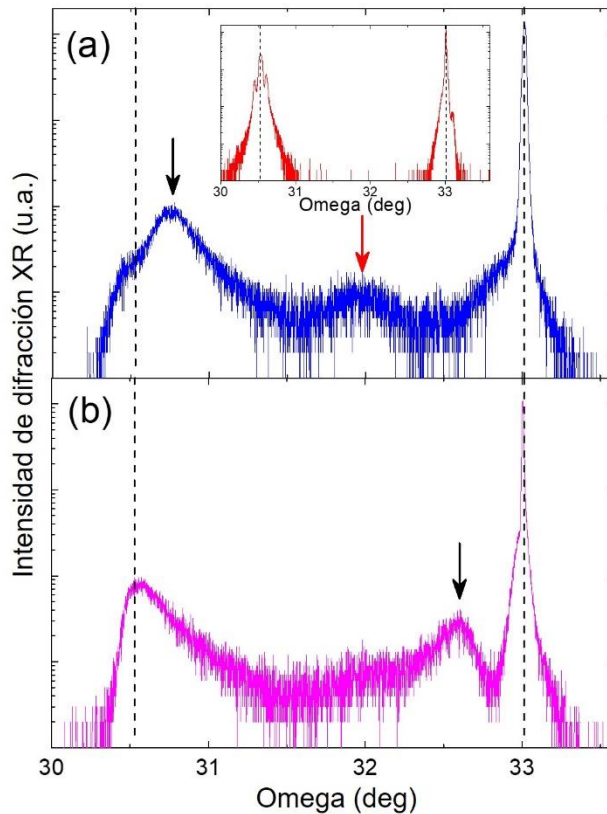


Figura 28. HRXRD de planos cristalinos (004) en la estructura para ambas capas de gradiente de composición (a) $S_{In:Ga}$ y (b) $S_{Ga:In}$. El inset en (a) muestra el patrón de difracción correspondiente a S_{In} . La flecha negra marca el comienzo de la meseta. La flecha roja marca una constante de red que se examina en el análisis de PL.

El estudio del crecimiento de aleaciones de InGaAs de concentración gradual y continua muestra picos de difracción similares dentro de la meseta a los detectados aquí en la Figura 28. Empero, los estudios reportados son escasos [96]. Un cambio gradual en la composición de la aleación implica el cambio gradual en la deformación y, en consecuencia, la generación de dislocaciones a lo largo del crecimiento debe considerarse como una posibilidad.

La generación y propagación de dislocaciones difieren significativamente de las películas uniformes a las de composición gradual. Por ejemplo, en capas de composición gradual donde la tensión también cambia gradualmente, las dislocaciones están sujetas a fuerzas mayores que en capas uniformes.

La deformación residual cerca de la superficie es mayor que en las capas uniformes y se reduce la fijación de las dislocaciones [97]. Así mismo, incluso para capas graduales, la distribución de los campos de deformación y las dislocaciones son diferentes para los perfiles de concentración de gradiente convexo y cóncavo, tal y como se muestra en la Figura 26 para las capas de composición de gradiente $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$. Como se indica en la referencia [98] en la concentración de gradientes cóncavos, las dislocaciones reaccionan a lo largo del crecimiento y la densidad se reduce. Sin embargo, la zona más cercana al porcentaje máximo esperado de indio se vuelve más desordenada debido a una rápida incorporación de indio a la estructura. Mientras que en el tipo convexo, donde el porcentaje de indio aumenta rápidamente, se produce un endurecimiento de la aleación que conduce al confinamiento de las dislocaciones [98]. Los resultados anteriores se vinculan con Gocalinska et al. quienes demostraron que la variación en la pendiente de concentración prolonga el rango de formación de defectos y mejora la liberación de energía [99].

Tersoff, calcula una distribución de equilibrio de dislocaciones en una capa de composición gradual, basándose en un balance de energía y asumiendo que la energía por unidad de longitud de dislocación es constante [97].

Un resultado notable del modelo de Tersoff es que la densidad de dislocaciones puede anular el desacople de red una vez que el crecimiento alcanza cierto espesor z_c , por encima del cual no habría dislocaciones. Si el crecimiento continúa hasta un espesor mayor por encima de z_c , las nuevas dislocaciones no se fijan a las de la primera capa relajada, en este caso, la nueva película comenzará su crecimiento con un nuevo desacople de red prácticamente igual a cero. Si esta película es lo suficientemente gruesa; las nuevas dislocaciones generadas pueden cancelar una vez más el desacople después de alcanzar una condición de equilibrio más allá de un

cierto espesor. El análisis RHEED en tiempo real durante el crecimiento de $S_{\text{Ga:In}}$ indica que la capa inicial de InAs se relaja a los 2 nm como mínimo. Por lo tanto, el desajuste de las capas graduales para $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$ comienza cerca de cero y aumenta con el grosor de la capa $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$; por tanto, seguiremos el cálculo realizado por Tersoff. Para una película de espesor total W , la fracción molar In depende de la distancia desde la interfase InGaAs/GaAs. Esta relación se puede representar por $\chi(z)$, donde z es la distancia desde la interfaz en nm ($0 < z < W$). La fracción molar nominal In representada en la Figura 26 se ajustó a funciones de tangente hiperbólica para obtener $\chi(z)$ utilizando la ecuación 20

$$\chi(z) = \frac{a}{2} \left[1 \pm \tanh\left(\frac{z - z_1}{z_2}\right) \right] \quad (20)$$

donde a es el valor máximo (mínimo) de $\chi(z)$ y el signo en la ecuación (20) se vuelve positivo cuando a es máximo o negativo si a es mínimo, z_1 es el grosor en el que la función tangente hiperbólica tiene su punto de inflexión, y z_2 es una medida del rango del grosor en el que se produce el comportamiento de transición, ambos en nanómetros medido desde la interfaz InGaAs/GaAs obteniendo

$$\chi(z) = \frac{1}{2} \left[1 - \tanh[(z - 600)/200] \right] \quad (21)$$

y

$$\chi(z) = \frac{1}{2} \left[1 + \tanh[(z - 332)/250] \right] \quad (22)$$

para $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$, respectivamente. A cada valor de la composición $\chi(z)$ le correspondería una constante de red global $a(z)$, $a(z) = \frac{1}{2}\chi(z)$ [100] y, por lo tanto, se puede determinar el desacople local con el sustrato, $\epsilon(z) = a(z)/a_0 - 1$.

Tersoff, después de minimizar la energía, encontró que el límite z_c de la región libre de dislocaciones está dado por la condición

$$\int_{z_c}^w [\epsilon(z) - \epsilon(z_c)] dz = \frac{\lambda}{bc} \quad (23)$$

donde λ es la densidad lineal de las dislocaciones, b es la componente de desplazamiento del vector de Burgers de la dislocación y c es la constante elástica apropiada para la deformación biaxial. La ecuación (23) se puede resolver para las dos capas graduales metamórficas $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$. Los valores de z_c obtenidos fueron 511 y 437 nm para $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$ respectivamente, es decir, para ambos casos, z_c está muy cerca de la región de gran cambio en la pendiente de los gradientes de concentración gradual. Con este espesor, se espera que la deformación por desacople se anule mediante la generación de dislocaciones. Si es así, en el espesor z_c la capa podría haber adoptado una constante de red en el plano, detectada en el patrón HRXRD entre los picos de difracción de InAs y GaAs.

Hay que tener en cuenta que, dado que el desacople aumenta continuamente, se tendrían que establecer dos posibilidades para anular el desacople de deformación: una es que la densidad de las dislocaciones aumentará con el desacople (o espesor), la segunda es que la capa en crecimiento alcanza una constante de red promediada en z_c . A pesar de su amplitud y baja intensidad, el pico de difracción observado entre GaAs e InAs en la Figura 28, refuerza la posibilidad de obtener la segunda posibilidad mencionada.

Un efecto adicional para considerar es la segregación que puede inducir cambios significativos tanto en la concentración de las aleaciones como en la calidad del

crystal. Con respecto al primero, se utilizó la técnica SIMS para evaluar la distribución de In a lo largo del espesor de la película.

La técnica SIMS como algunas otras (XPS, EDX y por supuesto RBS (Rutherford backscattering spectrometry)), podrían ser un método cuantitativo para determinar la concentración en materia condensada, aunque para materia en estado sólido SIMS tiene la mejor sensibilidad y resolución espacial de todos los citados.

RBS puede ser utilizada para determinar la fracción molar de indio, debido al rango de detención de iones para energías en el rango de MeV, sin embargo, es necesario usar películas más gruesas que las películas nanométricas que se desarrollaron.

La forma común de cuantificación de perfiles SIMS es mediante la conversión de cps (cuentas por segundo a concentraciones atómicas), esto implica el uso de estándares en los que realizamos la implantación de un átomo específico en una matriz específica. No obstante, esto no es para el rango de concentración que resulta de interés en la investigación realizada.

En el presente trabajo se conoce la concentración en el límite del ternario, por lo que se sigue la disminución de la concentración para cada tipo de estructura. La proporción entre la señal de interés y la de referencia será constante debido al régimen de medición (colisiones en cascada: entre 1 keV y 100 keV) en el que, como es bien sabido, sólo se producen colisiones binarias dentro del área de cascada formada por la disipación de energía por ion primario en el estado sólido.

El análisis SIMS para las muestras $S_{In:Ga}$ y $S_{Ga:In}$ se muestra en la Figura 29. Las curvas formadas por círculos rojos y cuadrados negros corresponden a las intensidades de

señal de Ga e In, respectivamente. Es importante resaltar que a pesar de las señales transitorias que ocurrieron cuando se inició el proceso de sputtering [101] o los llamados efectos de memoria [102], en general, se determinó que la concentración de In en ambas muestras es gradual. El perfil de profundidad para $S_{\text{Ga:In}}$ prácticamente sigue el perfil gradual de la composición nominal (ver Figura 29 (b)), es decir, de acuerdo con el perfil, la aleación de InGaAs comienza con una concentración baja (alta) de In (Ga) y aumenta (disminuye) progresivamente a medida que crece el espesor, lo que indica que es posible crecer o diseñar correctamente heteroestructuras de concentración gradual. Por el contrario, el perfil de profundidad SIMS para $S_{\text{In:Ga}}$, mostrado en la Figura 29 (a) no concuerda con el perfil de composición gradual nominal de la aleación de InGaAs. Las discrepancias de la curva experimental SIMS y el crecimiento nominal se atribuyen a los procesos de segregación de In. Aunque este crecimiento se inició con una capa de InAs de 100 nm de espesor para reducir la tensión y evitar dislocaciones por desacople en la película, existe una alta probabilidad de que se haya producido una segregación de In desde el comienzo del crecimiento. Esto modifica el perfil de concentración de In para $S_{\text{In:Ga}}$. Aplicando la ecuación 23 para recalcular z_c pero empleando los datos de concentración de In mostrados en SIMS, se obtuvo $z_c = 540$ nm, que es un 8% mayor que el perfil obtenido a través de la tangente hiperbólica nominal. El resultado sugiere que la redistribución de la concentración de In a lo largo del frente de crecimiento es otro mecanismo para incrementar la deformación ya que ralentiza la relajación de la red.

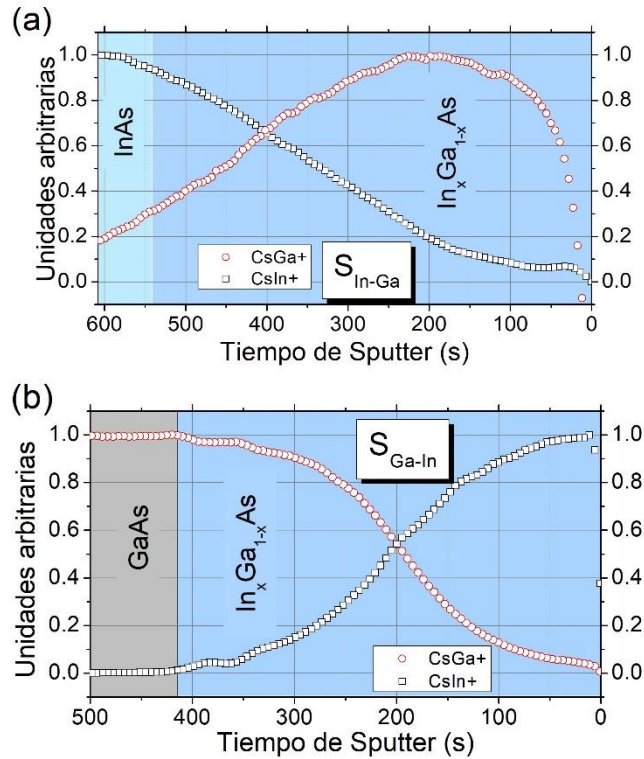


Figura 29. Perfiles de profundidad SIMS de In, Ga de (a) $S_{In:Ga}$ (b) $S_{Ga:In}$ de las capas de gradiente de composición gradual. La escala del eje x se ha establecido deliberadamente para que comience cerca de la región de interfaz/BL y termine en la superficie.

La tensión y la segregación. suelen inducir cambios en la calidad del cristal, que también pueden evaluarse mediante espectroscopia PL. La Figura 30 muestra los espectros de PL de las muestras estudiadas en este trabajo, en ellas se pueden apreciar diferencias considerables entre los espectros. $S_{In:Ga}$ exhibió una forma de línea ancha (Figura 30 (a)) y, a pesar de la amplitud, los espectros se pueden descomponer principalmente por dos transiciones ubicadas en $E_1 = 0.576$ eV y $E_2 = 0.815$ eV. La energía de cualquier transición $E_g(x)$ en la aleación de InGaAs se puede relacionar con la concentración de In x según la ecuación 24 [103]–[105]

$$E_g(x) = 0.4145 + 0.6291x + 0.475x^2 \quad (24)$$

Entonces, las energías E_1 y E_2 corresponden a las emisiones de las aleaciones $In_{0.79}Ga_{0.21}As$ e $In_{0.45}Ga_{0.55}As$, respectivamente. El FWHM de las transiciones indica que no hay gradientes de concentración agudos o bruscos. En cambio, las regiones de gradiente están de alguna manera centradas alrededor de las concentraciones indicadas. Entre estas transiciones es interesante notar que la concentración de In relacionada con E_2 corresponde a un cristal con una constante de red de 5.812 \AA , cuyo pico de difracción estaría ubicado cerca de la flecha roja representada en el medio del difractograma HRXRD para esta muestra (Figura 28 (a)).

Por otro lado, el espectro PL de $S_{Ga:In}$, Figura. 30 (b) presenta una única transición a 0.43 eV , que corresponde a $In_{0.06}Ga_{0.94}As$. Una intensidad de señal alta presupone que el crecimiento es de buena calidad. Se debe tener en cuenta que no se detectaron otras transiciones a mayor energía. Para el InAs, la longitud de penetración de la longitud de onda de 488 nm es cercana a los 21 nm [106], a cuya profundidad la luz del láser se absorbería casi por completo. El valor debe haber cambiado para las muestras graduales. Empero, de acuerdo con el perfil gradual de tangente hiperbólica para $S_{Ga:In}$, la concentración de In de la aleación ternaria estaba por encima del 95% (ver Figura 29) dentro de los 50 nm cerca de la superficie de la muestra y, por lo tanto, no se esperaba que la longitud de penetración variara significativamente. Por esta razón, la excitación de las capas más profundas se inactivaría, dificultando las señales de otras regiones con menor contenido de In. De igual manera, como se representa en el esquema insertado de la Figura 30 (b), en el caso de que algunos pares electrón-hueco se foto-generarán a partir de regiones con una brecha de energía más alta (con un contenido de indio ligeramente inferior a 0.06), se desplazarían hacia la región de energía más baja. Esto se debe al

doblamiento de la banda que se generó con la concentración del gradiente cerca de la superficie. Estos electrones se recombinarían allí, emitiendo fotones de baja energía que contribuirían a los espectros. La longitud de onda de excitación no permitió obtener información de regiones de la muestra más profundas que su longitud de penetración.

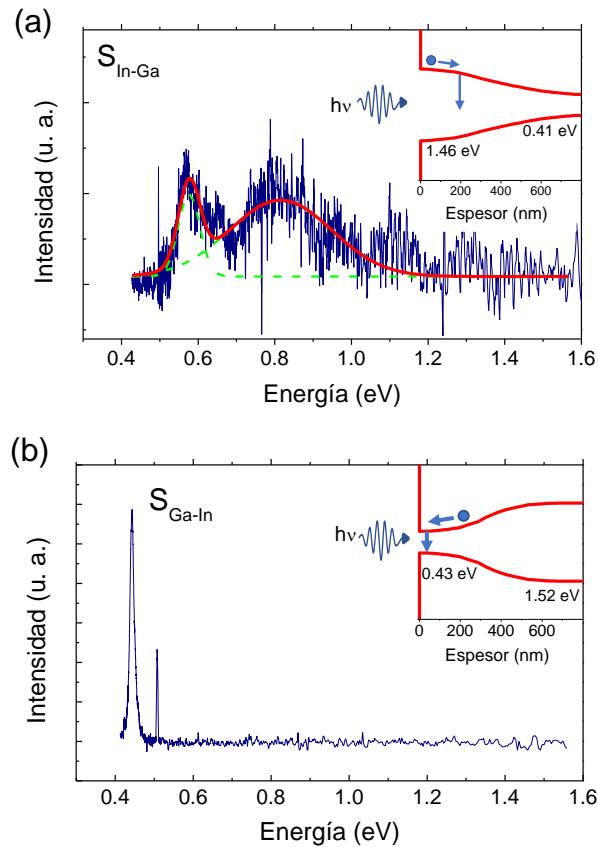


Figura 30 . Espectros de fotoluminiscencia a 14 K de la capa metamórfica $In_xGa_{1-x}As/GaAs$ para (a) S_{In-Ga} y (b) S_{Ga-In} . La flexión de la banda ajustada de acuerdo con los perfiles de profundidad SIMS se incluyen como inset.

La tensión en las muestras ciertamente cambia las transiciones de energía en materiales semiconductores, lo cual podría indicarnos que los resultados anteriormente expuestos podrían no ser del todo confiables, por lo que se requiere estudiar la tensión; el InGaAs es un material adecuado para estudiar estos efectos debido al desacople de la red con el GaAs [107], [108]. Los difractogramas HRXRD

de otros planos cristalográficos pueden brindar información relevante, que puede correlacionarse con PL. Se realizó la difracción de rayos X desde planos asimétricos, y se muestran en la Figura 31:

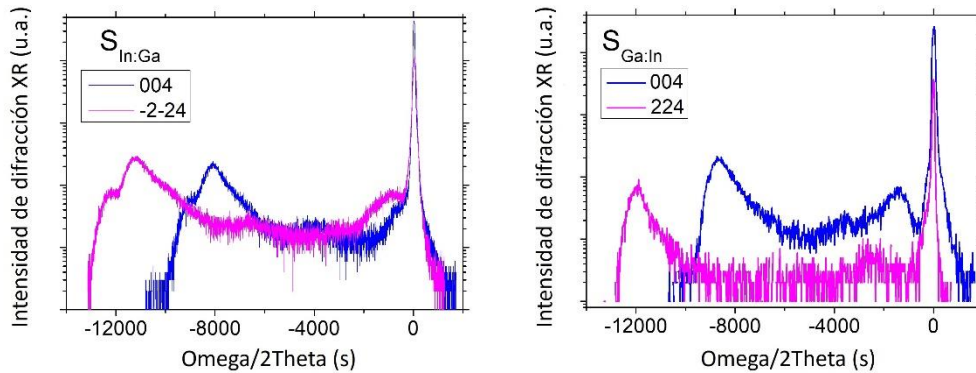


Figura 31. Curvas de HRXRD simétricas y asimétricas de las muestras $S_{Ga:In}$ y $S_{In:Ga}$.

A través del software Panalytical y utilizando escaneos simétricos y asimétricos es posible obtener el porcentaje de relajación ($R(\%)$), es decir,

$$R(\%) = 100 \times \frac{\text{desajuste paralelo}}{\text{desajuste masivo}} \quad (25)$$

El 0% corresponde a una capa completamente tensa y 100% corresponde a una capa completamente relajada. Obteniendo $R(\%) = 96.3$ y 99 para las películas $S_{In:Ga}$ y $S_{Ga:In}$, respectivamente. Claramente, la magnitud de la deformación asociada con los valores de $R(\%)$ es muy baja y, en consecuencia, la transición PL no podría haberse desplazado significativamente. Sin embargo, antes de seguir con cálculos adicionales, vale la pena comentar que el software empleado para calcular $R(\%)$ toma las películas como uniformes en composición, pero para películas de concentración gradual la heteroestructura presenta variaciones en profundidad de

composición, deformación y densidad de dislocaciones, lo que hace que sea más difícil desarrollar estos fenómenos interrelacionados, por lo que podrían surgir algunas incertidumbres en el análisis anterior [107]. Además, se observan algunas otras características interesantes en mediciones de planos asimétricos que merecen un análisis profundo, y que serían parte de objetivos en futuros proyectos.

La simulación de los perfiles de rayos X pueden ser de gran utilidad para la estimación de dislocaciones. No obstante, se requiere del uso de un modelo de cristal en mosaico para la difracción dinámica de rayos X en estructuras semiconductoras metamórficas que permiten crear un perfil de profundidad de la deformación, la composición y la densidad de dislocaciones, D [109], resultando en un modelo muy complejo que no ha sido utilizado en capas metamórficas con una variación de indio tan amplia y la no idealidad de las características de la muestra requerida para el modelo como lo son las muestras de este estudio, dando como resultado ajustes no satisfactorios a las curvas (004) mostradas anteriormente en la Figura 31. Aún así, una comparación aproximada de los espectros permite estimar $D \sim 10^9$. Una forma de corroborar los resultados obtenidos es utilizar un baño químico que elimine los óxidos de la superficie y así revelar los pits sobre la superficie, relacionadas con las dislocaciones [107]. La figura 32 muestra la imagen SEM de la superficie $S_{\text{Ga:In}}$ después de haber sido sometida a dicho baño químico.

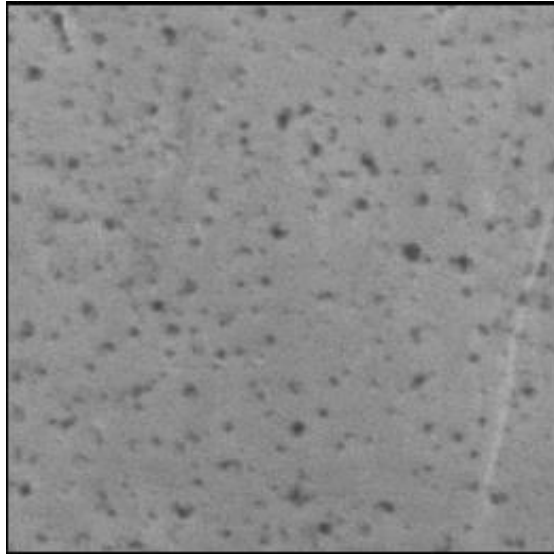


Figura 32. Micrografía SEM de $6 \times 6 \mu\text{m}^2$ de la muestra $S_{\text{Ga:In}}$.

Debido a la rugosidad de la superficie en $S_{\text{In:Ga}}$, fue más difícil discriminar los pits de la superficie, pero a pesar de esto, se determina $D = 1.2 \times 10^9$ y 5×10^8 para $S_{\text{Ga:In}}$ y $S_{\text{In:Ga}}$, respectivamente. Estos valores para D concuerdan con los observados para capas graduales con alta fracción molar del material ternario [110].

Cabe señalar que la densidad de las dislocaciones reveladas en la superficie en capas de composición gradual no corresponde necesariamente a la densidad que se puede encontrar junto con el espesor de las películas, precisamente porque en muestras de composición gradual las dislocaciones pueden aparecer junto con el espesor [97].

La calidad cristalina de las muestra pueden verse afectada por estas dislocaciones. Una de las estrategias más simples para evaluar la cristalinidad es mediante el análisis de los FWHM mediante espectros HRXRD. Si se considera que los picos más intensos están formados por una sola constante de red, se puede comparar con otros

estudios. Se emplean funciones gaussianas para determinar el FWHM de los picos de difracción asociados a (In,Ga)As, que se ilustran en la Figura 33. Se encontraron valores FWHM de 190 (50), 1054 (90) y 165 (39) segundos de arco para el pico de InGaAs (GaAs) para muestras S_{In} , $S_{In:Ga}$ y $S_{Ga:In}$, respectivamente.

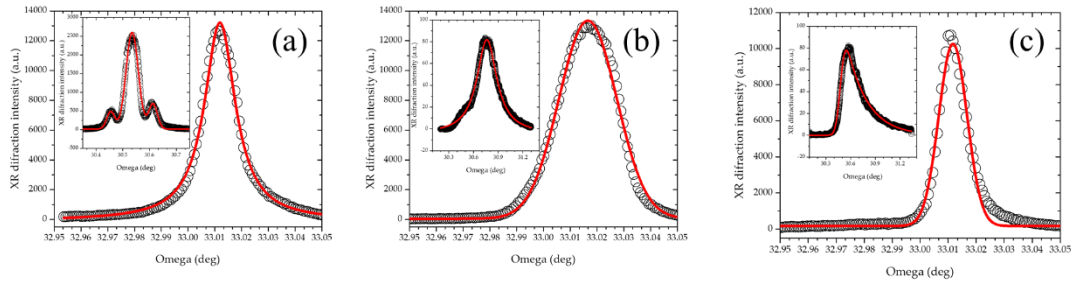


Figura 33. Análisis de ajuste (línea continua) para el pico de GaAs para las muestras (a) S_{In} , (b) $S_{In:Ga}$ y (c) $S_{Ga:In}$ en símbolo abierto. El recuadro muestra la región del pico de InGaAs con alta concentración molar.

Chang et al. explora las propiedades estructurales de epicapas de InGaAs de 2 μm de espesor crecidas en GaAs mediante MBE [22]. Cada muestra tenía una única concentración de indio, contrario a este trabajo. En la Figura 34 (a) se muestra un resumen de ese estudio, donde los FWHM para el pico de InGaAs están en el rango de 200 a 1000 segundos de arco, dependiendo de la fracción molar de In. Según la Ref. [92] los autores crecieron epicapas de InAs de 2 μm de alta calidad sobre sustrato de GaAs (001) mediante epitaxia de haces moleculares, donde la cifra de mérito fue la temperatura de crecimiento del sustrato. Descubrieron que el mejor FWHM era de 233 segundos de arco para 400 °C, siendo su mejor informe de FWHM inferior a los datos de S_{In} y $S_{Ga:In}$ obtenidos. En la Figura 34 (b) ilustramos un gráfico de [92]. Por otro lado, Przesławski et al. en ref. [111] reportó un FWHM de 170 segundos de arco para una capa de InAs de 5 μm de espesor. Por tanto, se puede considerar que las dislocaciones generadas por las capas metamórficas de este estudio poseen una calidad cristalina dentro de los parámetros típicos de MBE.

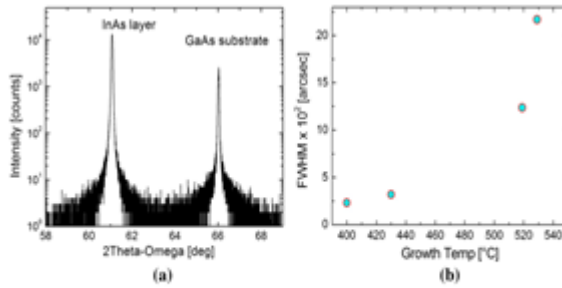


Fig. 3 (004) X-ray scan in 2θ-ω direction (a) and InAs peak FWHM as a function of growth temperature (b) of 2 μm-thick InAs layers

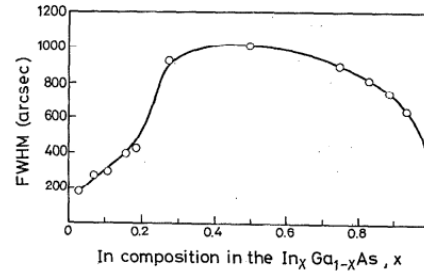


FIG. 2. Full width at half-maximum (FWHM) of (400) double-crystal x-ray-diffraction signals from 2-μm-thick In_xGa_{1-x}As epilayers grown on GaAs.

Figura 34. Cifras empleadas en (a) Ref. [22] y (b) Ref. [92] donde se exhibe el FWHM reportado.

Se ha demostrado que la calidad cristalina de las muestras es excepcional por medio del uso de rayos X. Ahora surge una nueva incógnita, dado a la naturaleza de los materiales en estudio, la segregación de indio es prácticamente inevitable, por lo que surge la disyuntiva sobre la reproducibilidad del perfil de composición a lo largo de toda la muestra. La falta de homogeneidad en InGaAs/GaAs puede ser un grave problema.

La segregación y su correspondiente relación con la deformación y la cristalinidad juega un papel complicado en la formación de epicapas graduales de InGaAs. Dado que la segregación de indio se activa y controla mediante la temperatura, el proceso de crecimiento por MBE debe desarrollarse cuidadosamente para controlar estos fenómenos. En este estudio, se asume que el proceso MBE es uniforme a lo largo del área de la oblea ya que esta fue colocada en el centro del calentador del sustrato, área que es 4 veces mayor que el sustrato empleado, asegurando que la temperatura del sustrato sea uniforme. Como método para explorar las homogeneidades de las muestras, se empleó RS. La Figura 35 indica los espectros Raman en lugares

aleatorios de la superficie de las muestras tomadas en diferentes etapas y fechas del estudio, donde se puede apreciar formas de líneas idénticas.

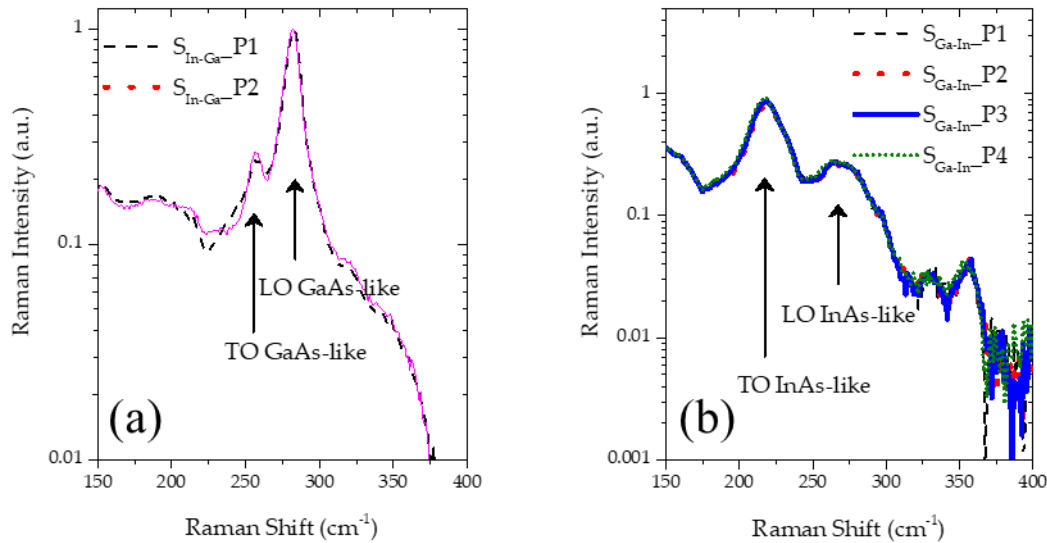


Figura 35. Se analizaron espectros Raman de (a) $S_{In:Ga}$ en dos lugares diferentes y (b) $S_{Ga:In}$ para cuatro lugares diferentes de la oblea original para corroborar la reproducibilidad de las mediciones.

Es necesario mencionar que las características de RS pueden verse influenciadas por diferentes factores, es decir, la frecuencia del modo tipo LO o la intensidad de TO, ambos son sensibles a la deformación y la composición y brindan información sobre la cristalinidad bajo el conocimiento de las reglas de selección Raman de la estructura zinc blenda. En particular, los cambios en la posición del pico pueden ser el resultado de cambios tanto en la composición como en la tensión.

Como se puede ver en la Figura 35, los espectros de $S_{In:Ga}$ exponen los picos LO y TO similares a GaAs, mientras que $S_{Ga:In}$ en los correspondientes modos de resonancia LO y TO similares a InAs. Estos modos no se modifican por el área analizada, lo que indica que las muestras tienen un alto grado de homogeneidad en la concentración

más alta. Las pequeñas diferencias observadas entre ellos se atribuyen a la precisión del espectrómetro, no a la homogeneidad de la muestra.

Se ha demostrado que la implementación de tratamientos térmicos mejora la calidad del cristal de las películas de InGaAs. Cuando las muestras en crecimiento se someten a un horneado, las dislocaciones pueden reorientarse gradualmente mediante reacciones, estas reacciones son frecuentemente impulsadas por una tensión elástica residual [112]. La Figura 36 indica las curvas HRXRD de las muestras $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$ crecidas y recocidas, respectivamente. Como se mencionó anteriormente, las capas graduales se manifiestan como mesetas anchas entre los picos de difracción de $\text{In}_{0.97}\text{Ga}_{0.03}\text{As}$ e $\text{In}_{0.12}\text{Ga}_{0.88}\text{As}$ [96].

Para las muestras crecidas, las diferencias entre la fracción molar de In nominal y las determinadas a partir de los picos de difracción se atribuyen a los efectos de la deformación y la aleación. El cambio gradual en la composición de la aleación implica un cambio gradual en la deformación, ya sea de tensión o de compresión, como se esperaba para $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$, respectivamente. El grosor y la tensión a lo largo del crecimiento conducirían a la generación de dislocaciones. La generación y propagación de dislocaciones en películas graduales difieren significativamente de las capas uniformes.

Se reporta que para capas graduales donde la deformación cambia gradualmente, las dislocaciones están sujetas a fuerzas mayores que en capas uniformes, lo que conduciría en consecuencia a un comportamiento diferente después de los procesos de recocido ya que la reorientación de las dislocaciones representa un mecanismo de relajación de la deformación en las heteroestructuras de semiconductores [97], [113]. Como se observa en la Figura 36, después del recocido, las curvas HRXRD mostraron una mayor intensidad entre los picos de difracción de InAs y GaAs,

relacionados con la reestructuración de los compuestos del material que conducen a una mejor calidad del cristal [114]. La intensidad de difracción de la meseta supone un mayor cambio en la calidad del cristal para la capa $S_{\text{Ga:In}}$ rica en In en comparación con la capa que termina como $S_{\text{In:Ga}}$ rica en Ga. Esto podría estar relacionado con el hecho de que $S_{\text{Ga:In}}$ se relaja más rápido durante la generación de dislocaciones en las primeras etapas de crecimiento. Además, del aumento en la calidad del cristal de la capa $S_{\text{In:Ga}}$ promovida con el tratamiento térmico, los picos de difracción de la aleación ternaria se desplazan hacia GaAs, lo que está relacionado con la relajación de la película.

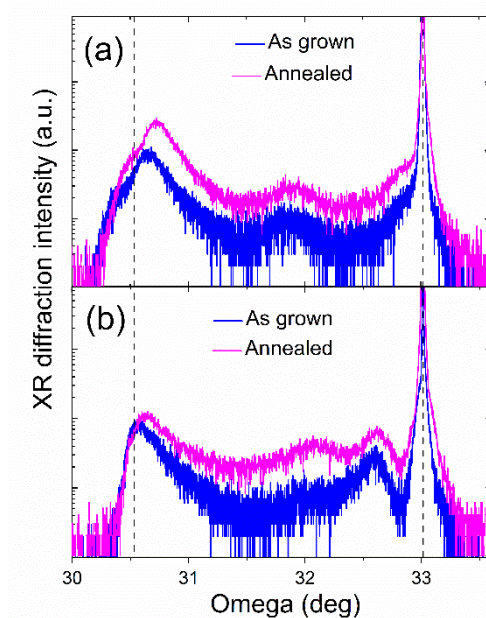


Figura 36. HRXRD de los planos cristalinos (004) en la estructura antes y después del proceso de recocido para ambas capas de graduales (a) $S_{\text{In:Ga}}$ y (b) $S_{\text{Ga:In}}$. Las líneas discontinuas representan el pico de difracción correspondiente, a la izquierda InAs y derecha GaAs en bulto. El desplazamiento debido al proceso de recocido se muestra mediante un delta omega en las figuras (a) y (b).

La figura 37 ilustra los espectros Raman de muestras crecidas (as grown) y muestras recocidas (annealed) $S_{\text{In:Ga}}$ y $S_{\text{Ga:In}}$. Los espectros Raman de las muestras indican claramente los modos correspondientes a la concentración de la aleación muy cercana a la que terminó la muestra, es decir, $S_{\text{In:Ga}}$ presenta los picos LO y TO

análogos a GaAs, mientras que para $S_{\text{Ga:In}}$ se presentan los modos de resonancia LO y TO equivalentes a InAs. Los modos de los espectros de $S_{\text{In:Ga}}$ se desplazan hacia las bajas frecuencias, estos cambios se asocian frecuentemente con tres fenómenos combinados: aleación, desorden de red y deformación. Sin embargo, estos no mueven los modos Raman ni en la misma dirección ni con la misma fuerza [115], [116].

El desorden químico y estructural induce un acortamiento de la longitud de correlación de fonones, lo que reduce las frecuencias similares a InAs y GaAs; las frecuencias ópticas aumentan con respecto a sus valores aparentes para películas de InGaAs bajo tensión de compresión; y finalmente, los picos Raman se pueden desplazar hacia bajas frecuencias (redshift) al aumentar el contenido de In en la aleación ternaria [117]. Las monocapas superiores de las películas graduales tienen una pequeña fracción molar de In, lo que puede conducir a un ligero movimiento de los modos.

Los espectros de la Figura 37 (a) indican que los modos ópticos se desplazan hacia el rojo hasta 6 cm^{-1} , lo que sugiere que el origen del movimiento de las resonancias de fonones está relacionado con el desorden, sin una contribución significativa de la tensión de compresión.

Después del recocido, Figura 37, los modos Raman LO y TO vuelven a las frecuencias esperadas para una aleación de InGaAs no deformada y aumentaron notablemente la relación de intensidad LO/TO, de acuerdo con los cambios en la calidad del cristal observados en HRXRD.

Con respecto a la muestra finalizada como $S_{\text{Ga:In}}$ rica en In, los modos Raman se ubicaron en frecuencias bajas en comparación con los modos de InAs en bulto, los modos TO y LO están en 219 y 239 cm^{-1} , respectivamente. La muestra creció deformada por tensión, lo que permitió el corrimiento al rojo de los modos Raman, el corrimiento observado probablemente esté relacionado con el desorden de la red como en la muestra $S_{\text{In:Ga}}$, de acuerdo con los efectos observados después del recocido que se discutirán más adelante.

La Figura 37 (b) revela que después del recocido, el modo LO cambia a una frecuencia más relacionada con una red ordenada, de acuerdo con la mejora de la calidad cristalina observada por HRXRD. Mientras los difractogramas HRXRD proporcionan una medida de la calidad del cristal de las películas completas, RS se limita a la profundidad de penetración de la fuente de excitación, adquiriendo información básicamente de las capas superiores cuando se utiliza un láser de excitación de gran longitud de onda.

Los insets de la Figura 37 resumen las mediciones de AFM de las muestras antes y después de los procesos de recocido. La rugosidad cuadrática media (rms) de la muestra $S_{\text{In:Ga}}$ varía de 4.2 a 2.0 nm , y para la muestra $S_{\text{Ga:In}}$ de 1.2 a 8.6 nm , respectivamente. Por lo tanto, el recocido tiene una mejora en la superficie $S_{\text{Ga:In}}$ que en la de $S_{\text{In:Ga}}$, presumiblemente relacionado con los efectos de deformación que son más importantes para las capas superficiales ricas en In.

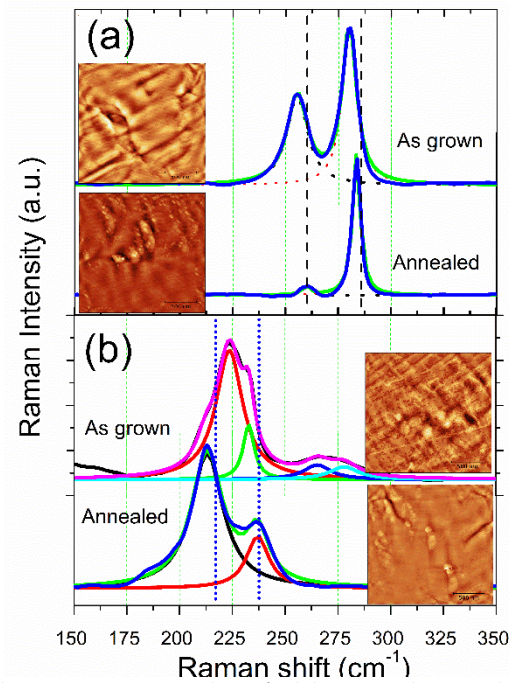


Figura 37. Espectros Raman de las muestras antes y después del proceso de recocido para a) $S_{In:Ga}$ y b) $S_{Ga:In}$. Las líneas discontinuas negras verticales representan las frecuencias Raman TO y LO para el GaAs en bulto y las líneas de puntos azules denota las frecuencias TO y LO para InAs en bulto. Las imágenes AFM se insertaron como recuadros, el área escaneada es de $2 \times 2 \mu m$ y la escala vertical va de 0 (negro) a 25 nm (blanco); excepto la última imagen, que va de 0 (negro) a 100 nm (blanco).

Es bien sabido que la emisión de THz de GaAs se debe principalmente a la aceleración de los portadores causada por el doblamiento de las bandas cerca de la superficie, que se representa esquemáticamente en la Figura 38 (a). Por otro lado, para InAs, la principal contribución proviene del transporte balístico, debido a su muy baja masa efectiva de portadores y al exceso bastante grande de energía de los portadores fotoexcitados asociados a su estrecha banda prohibida, también representada esquemáticamente en la Figura 38 (b) [13].

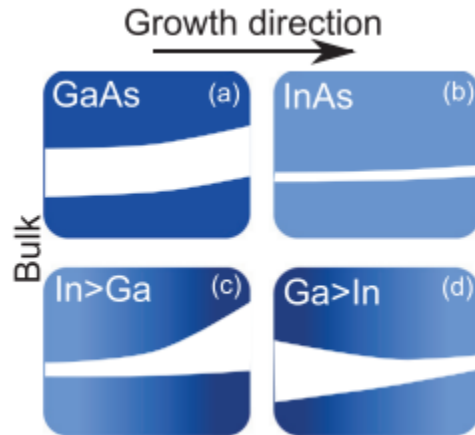


Figura 38. Representaciones esquemáticas de la dependencia de la banda prohibida en función de la posición en la dirección de crecimiento de (a) GaAs, (b) InAs, (c) InGaAs con variación de indio a galio y (d) InGaAs con variación de GaAs a InAs.

La señal de emisión de terahertz generada por las muestras metamórficas de tangente hiperbólica después de la fotoexcitación ultrarrápida por un pulso de 50 fs, ~ 0.6 nJ centrado en 800 nm se exponen en la Figura 39 (a), además, la señal para una epicapa de GaAs y una de InAs también se incluyen con fines de referencia. La Figura 39 (b) ilustra los TDS (Time Domain Spectroscopy) para muestras después del proceso de recocido. InAs y GaAs son emisores de referencia, bien conocidos de radiación THz después de la fotoexcitación ultrarrápida. Como se observa en la Figura 39 (a), la emisión de InAs es significativamente más fuerte que la de GaAs debido a la combinación de la mayor movilidad de InAs y el mayor momento inicial de los portadores después de la fotoexcitación debido a la diferencia significativa entre la banda prohibida y la energía del fotón en comparación con GaAs [13].

En comparación, la emisión de las dos capas metamórficas ($S_{\text{Ga:In}}$ y $S_{\text{In:Ga}}$) son comparables en amplitud a la emisión de GaAs. Sin embargo, cuando comparamos la emisión de muestras recocidas, que se muestra en la Figura 39 (b), la situación es

bastante diferente. Las dos muestras que tienen un alto contenido de In en la superficie, $S_{\text{Ga:In}}$ e InAs, presentan una reducción extraordinaria de su emisión como resultado del proceso de recocido, mientras que GaAs se mantiene sin cambios y $S_{\text{In:Ga}}$ adquiere un aumento muy significativo, por lo que su emisión es comparable a la de InAs sin recocer.

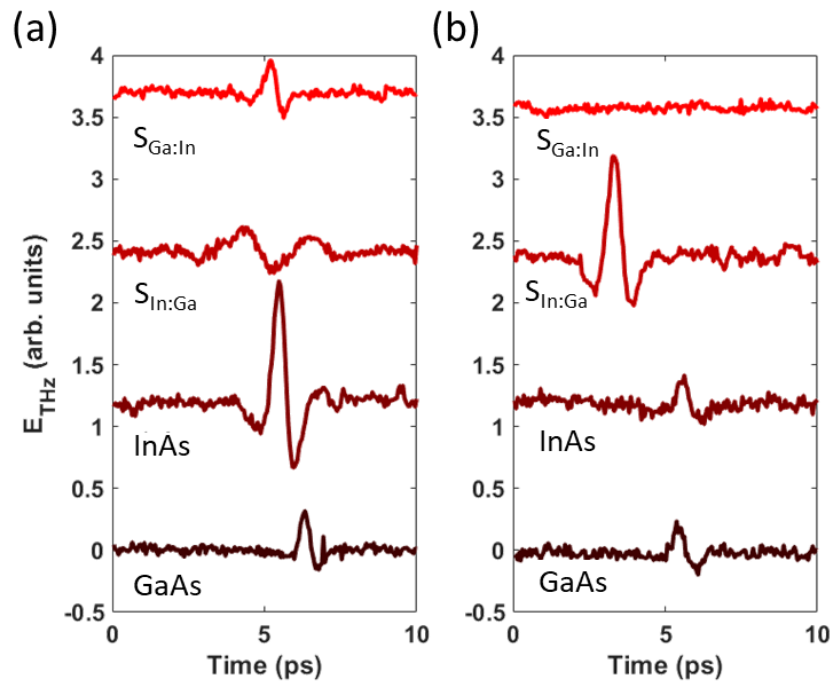


Figura 39. Formas de onda THz TDS de las muestras $S_{\text{Ga:In}}$ T12, $S_{\text{In:Ga}}$ T97, InAs y GaAs obtenidas (a) antes y (b) después del proceso de recocido.

La densidad de portadores estimada por medio de la técnica de efecto hall es la siguiente

1. GaAs: capa de 1 μm de espesor con una densidad de portadores estimada de $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$
2. InAs: capa de InAs de 1.5 μm de espesor con una densidad de portadores de $8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$

3. $S_{\text{In:Ga}}$: gradiente que inicia en InAs y terminó con una fracción molar 0.12 InGaAs con una densidad de portador de $7 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$.

4. $S_{\text{Ga:In}}$: comenzó con una fracción molar de 0.12 de InGaAs y terminó con una fracción molar de 0.97 con una densidad de portadores intrínseca estimada de $8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$

$S_{\text{In:Ga}}$ es un emisor muy fuerte, casi comparable al InAs. Para explicar esto, nos referiremos a los esquemas de las Figura 38 (a)–(d). La muestra $S_{\text{In:Ga}}$ está compuesta de GaAs en la superficie, que tiene una banda prohibida relativamente amplia; debido a la variación de la aleación, la banda prohibida se estrecha a medida que avanzamos hacia la masa y esto produce una fuerte aceleración de los electrones, que se suma a la aceleración causada por el campo superficial. En otras palabras, la fuerza experimentada por un electrón está dada principalmente por la diferencia de energía potencial entre la posición inicial, cerca de la superficie, y la posición final, que está lejos de la superficie. Por lo tanto, la gran banda de curvatura del gradiente contribuye a una aceleración significativa. Además, la fuerza que actúa sobre los portadores está dada por

$$F = \frac{dp}{dt} = m^*a + v \frac{dm^*}{dt} \quad (26)$$

donde p es el momento, m es la masa efectiva y a es la aceleración, la aceleración también tendrá un término adicional dado por $-v dm^*/dt$; en el caso de $S_{\text{In:Ga}}$, la derivada de la masa es negativa, lo que da como resultado un término positivo adicional que contribuye a la aceleración. Para hacer una estimación de "orden de magnitud" de la emisión de terahertz causada por la aceleración experimentada por los electrones en las cuatro muestras de semiconductores (aquí se desprecia la

contribución de los huecos), supusimos que el electrón promedio fue acelerado desde 0 a $\bar{v}_l = \sqrt{2K/\bar{m}}$, en promedio, durante un período $\delta t \sim 100$ fs, que es aproximadamente dos o tres veces la duración del pulso láser, donde K es la energía cinética, dada por la diferencia entre la energía de los fotones $\lambda = 800$ nm y la energía de banda prohibida en la superficie $K = hc/\lambda - E_{BG}(0)$. Además, si el lado derecho de la ecuación (26) se iguala a $-dU/dx$ el gradiente del potencial, podemos aproximarnos como una función lineal que cambia $\sim E_{BG}(0)/2$ aproximadamente la mitad de la energía de banda prohibida en la superficie para todas las muestras debido a la fijación de la superficie, más el cambio de banda prohibida debido a la variación de la aleación para las muestras $S_{In:Ga}$ y $S_{Ga:In}$. Por lo tanto, en total la aceleración que experimentarán los electrones será aproximadamente

$$a = \frac{\bar{v}_l}{\delta t} - \frac{1}{\bar{m}} \left(\frac{1}{2} \frac{E_{BG}(0)}{\delta x} + \frac{\Delta E_{BG}}{\delta x} \right) - \frac{1}{2} \frac{\bar{v}_l}{\bar{m}} \frac{\Delta m}{\delta t}, \quad (27)$$

donde $\delta x \sim 1 \mu\text{m}$ es una estimación del agotamiento de la superficie, así como la distancia sobre la cual varía la fracción de aleación. Además, ΔE_{BG} y Δm son el cambio total en la banda prohibida y el cambio en la masa efectiva sobre la capa de fracción de aleación, respectivamente. Los parámetros utilizados en este enfoque simplista se muestran en la Tabla 3. Dado que la emisión es proporcional a la aceleración, para presentar la estimación, todos los valores obtenidos se normalizan a los de GaAs y se muestran en la Figura 40.

Tabla 3. Parámetros utilizados para la estimación de la emisión de todos los materiales.

Parámetro	GaAs	InAs	SGa:In	SIn:Ga	Unidades
$E_g (0)$	1.42	0.35	1.42	0.35	eV
\bar{m}	0.066	0.022	0.041	0.041	me
ΔE_g	0	0	-1.08	1.08	eV
Δm	0	0	-0.041	0.041	me

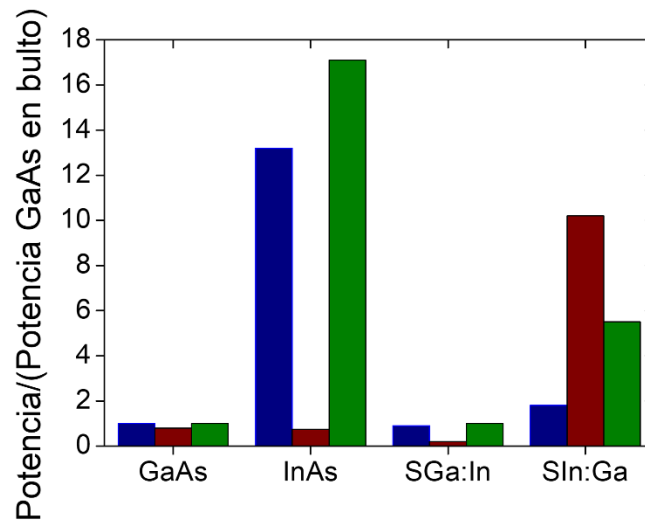


Figura 40. Potencia integrada de cada emisión (azul=sin tratamiento térmico, rojo=después del tratamiento térmico y verde = modelo) dividida por la potencia integrada emitida por la muestra de referencia de GaAs sin tratamiento térmico.

La estimación muestra semejanza cualitativa y predice correctamente el orden relativo de la resistencia de los materiales, respaldando el cuadro cualitativo que se ha presentado. Por supuesto, es un modelo bastante aproximado que no tiene en cuenta muchas sutilezas de la dinámica de los portadores, incluido el apantallamiento de los portadores de los campos y las diferencias en el coeficiente de absorción, entre otras.

Se atribuye la enorme diferencia observada entre las muestras recocidas y las muestras crecidas a los defectos en la red, que contribuirán, tanto como centros de dispersión como trampas, que reducirán el transitorio actual responsable de la emisión. Durante el proceso de recocido de $S_{\text{In:Ga}}$, la red se relaja y esto reduce el número de defectos, aumentando la movilidad y reduciendo el número de trampas, tanto en el volumen como en la superficie. Esto es consistente con el análisis de la difracción de rayos X presentado anteriormente. En el caso del gradiente invertido, es decir, $S_{\text{Ga:In}}$, la situación es inversa, el doblamiento de las bandas provocada por la variación de la fracción de aleación produce un campo eléctrico que compite con el campo superficial, y que apunta en dirección opuesta a la dirección del movimiento balístico de electrones hacia el bulto, reduciendo así la emisión. Lo mismo se aplica al término $-vdm^*/dt$, que ahora apunta en la dirección opuesta ya que la masa efectiva aumenta. Finalmente se señala que tanto InAs como $S_{\text{Ga:In}}$, que son las muestras que tienen indio en la superficie, experimentan una reducción en la emisión con el proceso de recocido. Posiblemente esto se debe a que estas dos muestras se convirtieron en semimetales cerca de la superficie durante el proceso de horneado, lo que conduce a una segregación como se mencionó anteriormente. Esto dio como resultado una densidad de portadores muy alta y, por lo tanto, una alta conductividad oscura, lo que, a su vez, reduce la emisión de terahertz.

Conclusiones

La síntesis de películas graduales dentro de la amplia gama de composición molar estudiada aquí enfrenta inevitablemente problemas relacionados con el incremento de desacople de red en la epicapa/sustrato. La deformación favorece la generación de dislocaciones, segregación y rugosidad superficial. Sin embargo, se muestra que todos los fenómenos antes mencionados actúan de manera diferente dependiendo de la dirección de la deformación. Ciertamente, la capa inicial de InAs que creció en la muestra $S_{\text{In:Ga}}$ no podría haber anulado todo el desacople antes del crecimiento de InGaAs; aun así, la capa ternaria crece en compresión creciente y, por el contrario, la muestra $S_{\text{Ga:In}}$ crece bajo tensión. Dado que el perfil de composición de gradiente de tangente hiperbólica nominal de la muestra $S_{\text{Ga:In}}$ se replica mejor a partir de las mediciones SIMS, se sugiere que, en consecuencia la segregación de In está mejor restringida.

Los perfiles de composición de gradiente tangente-hiperbólico también implican el uso de perfiles de tipo cóncavo y convexo. Por lo tanto, el endurecimiento provocado por In en la región de mayor gradiente positivo en composición, serviría eficientemente para retener también dislocaciones en $S_{\text{Ga:In}}$. El ajuste continuo de los parámetros de crecimiento podría haber conducido a la síntesis ideal de tales capas de InGaAs tensadas.

Los crecimientos por MBE son conocidos por su alta calidad cristalina y dada la naturaleza de las dislocaciones en este estudio, se deben señalar algunas características que vale la pena exponer en este tipo de heterounión. La relajación de la red en capas de concentración uniforme suele implicar la generación de dislocaciones que deterioran la calidad del cristal. El crecimiento de capas de composición gradual resulta ser más desafiante ya que a lo largo del crecimiento de la capa hay una acumulación de tensión cada vez mayor, que puede introducir dislocaciones. La composición en el rango de las capas aquí expuestas es considerablemente más amplia que, en reportes anteriores sobre capas graduales, por lo que existen diferencias importantes al emplear las técnicas de caracterización para evaluarlas.

Vale la pena señalar que la intensidad de los picos de difracción HRXRD es más intensa para el extremo de la concentración de In, es decir, para $x = 0.12$ y $x = 0.97$, lo que corresponde al contenido molar de las capas inicial y final de InGaAs de la estructura. Ahora bien, no tenemos una explicación sencilla para este hecho. Sin embargo, el "crecimiento epitaxial" implica que el orden cristalográfico de cualquier capa terminada (en cualquier momento de la capa gradual) será seguido por las epicapas posteriores (de cualquier espesor que podamos atribuir a las capas graduales) y, si las películas hubieran sido crecidas deficientemente, tendría consecuencias en el estado final de las capas graduales. Se ha demostrado que la película final tiene una alta intensidad HRXRD.

En el mismo sentido, se puede afirmar que las capas crecieron con buena calidad, según los patrones RHEED registrados que siempre fueron lineales y con superficie reconstruida. Los "crecedores" de MBE saben que RHEED representa principalmente

fenómenos relacionados con las capas superiores cercanas a la superficie, es decir, la superficie y su rugosidad. No es el caso, pero el twining (2 o más orientaciones cristalinas) y algunas otras fallas de apilamiento también se pueden inferir en los patrones RHEED a través de la aparición de puntos adicionales a los asociados al espacio recíproco de la celda primitiva de difracción. Ciertamente, RHEED no tiene la capacidad de evaluar las características de emisión como PL ni la calidad del cristal de toda la estructura como HRXRD. RHEED tiene el potencial de evaluar el frente de crecimiento y proporciona directamente la calidad del cristal en tiempo real, y en ese sentido, se observó un crecimiento de buena calidad.

Por último, se ha presentado un estudio de emisión de terahertz de muestras de gradiente de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, en el que se demuestra que el diseño estructural de la capa de gradiente tangente-hiperbólico metamórfico da como resultado una emisión de THz que se mejora aún más con procesos de recocido optimizados. El doblamiento de las bandas cerca de la superficie de las capas de $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ de composición gradual es crucial para influir en la aceleración de los portadores libres experimentada por los electrones responsables de la emisión de THz.

Se observó que la emisión depende en gran medida de la dirección en la que cambia la fracción molar de la aleación, produciendo una emisión fuerte cuando la banda prohibida es estrecha en el bulto y más grande en la superficie y una emisión débil en el caso opuesto. La fuerte emisión de terahertz en el primer caso es comparable a la del InAs. Esto se explica por el campo eléctrico impuesto por la variación de la energía de banda prohibida, que promueve la aceleración de los electrones hacia el bulto en la muestra de $\text{S}_{\text{In:Ga}}$ pero inhibe la aceleración en el caso de $\text{S}_{\text{Ga:In}}$.

Referencias

- [1] M. Tal, S. Keren-Zur, and T. Ellenbogen, *ACS Photonics*, 7, 3286–3290, (2020),
- [2] N. M. Burford, M. O. El-shenawee, N. M. Burford, and M. O. El-shenawee, *Opt. Eng.*, 56, (2017),
- [3] V. Apostolopoulos and M. E. Barnes, *J. Phys. D. Appl. Phys.*, 47, 1–16, (2014),
- [4] P. Suo *et al.*, *Laser Photonics Rev.*, 14, 1–9, (2020),
- [5] V. L. Malevich, R. Adomavičius, and A. Krotkus, *Comptes Rendus Phys.*, 9, 130–141, (2008),
- [6] M. Reid and R. Fedosejevs, *Appl. Phys. Lett.*, 86, 10–13, (2005),
- [7] R. Ascázubi, C. Shneider, I. Wilke, R. Pino, and P. S. Dutta, *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, 72, 1–5, (2005),
- [8] R. Ascázubi, I. Wilke, K. Denniston, H. Lu, and W. J. Schaff, *Appl. Phys. Lett.*, 84, 4810–4812, (2004),
- [9] J. N. Heyman, N. Coates, A. Reinhardt, and G. Strasser, *Appl. Phys. Lett.*, 83, 5476–5478, (2003),
- [10] M. F. S. Ferreira, E. Castro-camus, and D. J. Ottaway, 083001.
- [11] R. A. Lewis, *J. Phys. D. Appl. Phys.*, 47, (2014),
- [12] J. Lloyd-Hughes, E. Castro-Camus, M. D. Fraser, C. Jagadish, and M. B. Johnston, *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, 70, 1–6, (2004),
- [13] M. Alfaro-Gomez and E. Castro-Camus, *Int. Conf. Infrared, Millimeter, Terahertz Waves, IRMMW-THz*, 042101, (2017),
- [14] M. B. Johnston, D. M. Whittaker, A. Corchia, A. G. Davies, and E. H. Linfield, *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, 65, 1–8, (2002),
- [15] J. Lloyd-Hughes, E. Castro-Camus, and M. B. Johnston, *Solid State Commun.*, 136, 595–600, (2005),
- [16] D. S. Ponomarev *et al.*, *J. Appl. Phys.*, 125, 151605, (2019),
- [17] K. Kuznetsov *et al.*, *Electronics*, 9, 495, (2020),
- [18] V. Palenskis *et al.*, *Sensors*, 18, 3760, (2018),
- [19] S. G. Muttlak, O. S. Abdulwahid, J. Sexton, M. J. Kelly, and M. Missous, *IEEE J. Electron Devices Soc.*, 6, 254–262, (2018),
- [20] T. Hosotani, A. Satou, and T. Otsuji, *Appl. Phys. Express*, 14, 051001, (2021),
- [21] A. Wudu, D. Rozban, and A. Abramovich, *Electronics*, 9, 1–10, (2020),
- [22] S. Z. Chang, T. C. Chang, J. L. Shen, S. C. Lee, and Y. F. Chen, *J. Appl. Phys.*, 74, 6912–6918, (1993),

- [23] S. V. Sorokin *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 455, 83–89, (2016).
- [24] D. S. Ponomarev *et al.*, *Semiconductors*, 51, 509–513, (2017),
- [25] S. M. Wang *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 175/176, 1016–1021, (1997).
- [26] M. K. Hudait, Y. Lin, and S. A. Ringel, *J. Appl. Phys*, 105, 061643, (2009),
- [27] A. M. Gocalinska, M. Manganaro, and E. Pelucchi, *Cryst. Growth Des.*, 16, 2363–2370, (2016),
- [28] Y. Song, T. Kujofsa, and J. E. Ayers, *J. Electron. Mater.*, 47, 3474–3482, (2018),
- [29] B. Lee *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, 68, 2973–2975, (1996),
- [30] M. Choi, I. Y. Jung, S. Song, and C. S. Kim, *Mater. Sci. Semicond. Process.*, 120, 105251, (2020),
- [31] M. Y. Chernov *et al.*, *J. Appl. Phys.*, 127, (2020),
- [32] S. Gallardo *et al.*, *Appl. Surf. Sci.*, 255, 1341–1344, (2008),
- [33] J. O. and T. Foxon, *Molecular Beam Epitaxy - A Short History*, First edit. Oxford University Press, 2015.
- [34] W. Nunn, T. K. Truttmann, and B. Jalan, Springer International Publishing, 2021.
- [35] W. Mortelmans, S. De Gendt, M. Heyns, and C. Merckling, *Appl. Mater. Today*, 22, 100975, (2021),
- [36] A. Guillén-Cervantes, Z. Rivera-Alvarez, M. López-López, E. López-Luna, and I. Hernández-Calderón, *Thin Solid Films*, 373, 159–163, (2000),
- [37] A. Y. Cho, *J. Vac. Sci. Technol.*, 8, S31–S38, (1971),
- [38] S. M. Kim, S. H. Lee, H. Kim, J. K. Shin, J. Y. Leem, and J. S. Kim, *J. Korean Phys. Soc.*, 40, 119–122, (2002).
- [39] M. Henini, Ed., *Molecular Beam Epitaxy From research to mass production*, First edit. Elsevier Science, 2012.
- [40] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, 8th ed. John Wiley & Sons, 2005.
- [41] G. Koster, in *In situ characterization of thin film growth*, G. R. Gertjan Koster, Ed. Woodhead Publishing Series, 2011, 3–28.
- [42] S. L. Dexheimer, *Terahertz spectroscopy: principles and applications*. CRC Press, 2007.
- [43] L. J. van der Pauw, *Philips Tech. Rev.*, 20, 220–224, (1958).
- [44] Keithley, (2016). [Online]. Available: https://download.tek.com/document/1KW-60641-0_vanderPauw_4200A-SCS_AN.pdf
- [45] Irving Eduardo Cortes Mestizo, Universidad Veracruzana, 2013. [Online]. Available: <https://cdigital.uv.mx/bitstream/handle/123456789/46427/QuirozCortesMCarmen.pdf?sequence=2&isAllowed=y>
- [46]
- [47] J. Chen and K. Xu, *Instrum. Sci. Technol.*, 48, 667–681, (2020),
- [48] R. Hiesgen and K. A. Friedrich, *Atomic force microscopy*. Elsevier Inc., 2011.
- [49] G. B. and C. F. Quate, *Phys. Rev. Lett.*, 56, 930–933, (1986).
- [50] P. Eaton and P. West, *Atomic Force Microscopy*, First publ. Oxford University Press, 2010.
- [51] H. Zhang *et al.*, *Opt. Commun.*, 406, 3–17, (2018),
- [52] D. N. Ashcroft, Neil W, Mermin, *Solid State Physics*, First edit. Harcourt College Publishers, 1976.

- [53] C. Hammond *et al.*, *The Basics of Crystallography and Diffraction*, Fourth Edi. Oxford University Press, 2015.
- [54] F. Motazedian *et al.*, *Mater. Des.*, 181, 108063, (2019),
- [55] Lorenzo Pavesi and M. Guzzi, *J. Appl. Phys.*, 75, 4779–4842, (1994),
- [56] K. N. Shinde *et al.*, in *Springer Series in Materials Science*, Springer, 2012, 41–59.
- [57] P. Williams, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 15, 517–548, (1985).
- [58] F. Stevie, *Secondary Ion Mass Spectrometry: Applications for Depth Profiling and Surface Characterization*. Momentum Press Engineering, 2015.
- [59] J. Griffith, *Anal. Chem.*, 80, 7194–7197, (2008),
- [60] J. Misiewicz, P. Sitarek, G. Sęk, and R. Kudrawiec, *Mater. Sci. Pol.*, 21, 263–320, (2003).
- [61] O. J. Glembocki and B. V. Shanabrook, in *Semiconductors and Semimetals*, 36, 1992, 221–292.
- [62] C.-H. Ho, K.-W. Huang, Y.-S. Lin, and D.-Y. Lin, *Opt. Express*, 13, 3951–3960, (2005),
- [63] F. N. J. G., C. V. HERNÁNDEZ, and J. F. JURADO, *Sci. Tech.*, 39, 353–358, (2008).
- [64] R. Kudrawiec and J. Misiewicz, *Rev. Sci. Instrum.*, 80, (2009),
- [65] W. M. Theis, G. D. Sanders, C. E. Leak, K. K. Bajaj, and H. Morkoc, *Phys. Rev. B*, 37, 3042–3051, (1988),
- [66] F. H. Pollak and H. Shen, *J. Electron. Mater.*, 19, 399–406, (1990),
- [67] P. Steindl, E. M. Sala, B. Alén, D. F. Marrón, D. Bimberg, and P. Klenovský, *Phys. Rev. B*, 100, 195407-1 195407-19, (2019),
- [68] D. D. Firsov, M. Y. Chernov, V. A. Solov'ev, and O. S. Komkov, *J. Phys. Conf. Ser.*, 2086, 1–4, (2021),
- [69] S. Yoon *et al.*, *Curr. Appl. Phys.*, 18, 667–672, (2018),
- [70] L. P. Avakyants, P. Y. Bokov, I. P. Kazakov, M. A. Bazalevsky, P. M. Deev, and A. V. Chervyakov, *Semiconductors*, 52, 849–852, (2018),
- [71] M. Mittendorff *et al.*, *Nanotechnology*, 24, 1–7, (2013),
- [72] M. P. & A. A. C. E. Castro-Camus, *Sci. Rep.*, 1–5, (2013),
- [73] D. I. Khusyainov *et al.*, *2017 IEEE MTT-S Int. Microw. Work. Ser. Adv. Mater. Process. RF THz Appl. IMWS-AMP 2017*, 1–3,
- [74] G. B. Galiev *et al.*, *Int. Conf. Laser Opt.*, 164, (2018),
- [75] K. Akhtar, S. A. Khan, S. B. Khan, and A. M. Asiri, *Scanning electron microscopy: Principle and applications in nanomaterials characterization*. 2018.
- [76] A. Mohammed and A. Abdullah, *Proc. 2018 Int. Conf. Hydraul. Pneum. - HERVEX*, 77–85, (2019).
- [77] A. Ul-Hamid, *A Beginners' Guide to Scanning Electron Microscopy*. 2018.
- [78] G. Demirel, H. Usta, M. Yilmaz, M. Celik, H. A. Alidagi, and F. Buyukserin, *J. Mater. Chem. C*, 6, 5314–5335, (2018),
- [79] Z. Xu *et al.*, *Micromachines*, 9, (2018),
- [80] A. Jorio and R. Saito, *J. Appl. Phys.*, 129, (2021),
- [81] X. Wang and L. Guo, *Angew. Chemie - Int. Ed.*, 59, 4231–4239, (2020),
- [82] J. D. Pasteris and O. Beyssac, *Elements*, 16, 87–92, (2020),
- [83] Y. C. Kao, F. G. Celii, and H. Y. Liu, *J. Vac. Sci. Technol. B*, 11, 1023–1026, (1993),
- [84] S. Y. Karpov and Y. N. Makarov, *Thin Solid Films*, 380, 71–74, (2000),

- [85] K. Xie, Z. C. Huang, and C. R. Wie, *J. Electron. Mater.*, 20, 553–558, (1991),
- [86] O. Yastrubchak, T. Wosinski, E. Lusakowska, T. Figielski, and A. L. Tóth, *Microchim. Acta*, 145, 267–270, (2004),
- [87] A. Riposan, J. Mirecki Millunchick, and C. Pearson, *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, 24, 2041–2048, (2006),
- [88] P. A. Bone, J. M. Ripalda, G. R. Bell, and T. S. Jones, *Surf. Sci.*, 600, 973–982, (2006),
- [89] P. L. Cohen, G. S. Petrich, and W. J. Gregory, in *Molecular Beam Epitaxy*, William Andrew Publishing, 1995, 669–744.
- [90] A. S. Bracker, M. J. Yang, B. R. Bennett, J. C. Culbertson, and W. J. Moore, *J. Cryst. Growth*, 220, 384–392, (2000).
- [91] L. S. B. Junno, S. Jeppesen, M. S. Miller, *J. Cryst. Growth*, 164, 66–70, (1996).
- [92] D. Benyahia *et al.*, *Opt. Quantum Electron.*, 48, 1–7, (2016),
- [93] A. P. Lima *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 201/202, 396–398, (1999).
- [94] R. C. Tamayo, I. J. G. Moreno, G. Polupan, T. V Torchynska, and J. P. Gomez, *J. Lumin.*, 149, 1–6, (2014),
- [95] G. Jiao *et al.*, *6th Int. Symp. Adv. Opt. Manuf. Test. Technol. Optoelectron. Mater. Devices Sensing, Imaging, Sol. Energy*, 8419, 84192Z, (2012),
- [96] G. H. Kim, J. B. Choi, J. I. Lee, S. Kang, S. Il Ban, and J. S. Kim, *Mater. Res.*, 696, 1–6, (2002).
- [97] J. Tersoff, *Appl. Phys. Lett.*, 62, 693–695, (1993),
- [98] H. Choi, Y. Jeong, J. Cho, and M. H. Jeon, *J. Cryst. Growth*, 311, 1091–1095, (2009),
- [99] A. Gocalinska, M. Manganaro, and E. Pelucchi, *Appl. Phys. Lett.*, 100, 152112, (2012),
- [100] R. Bernal-Correa, S. Gallardo-Hernández, J. Cardona-Bedoya, and A. Pulzara-Mora, *Optik (Stuttg.)*, 145, 608–616, (2017),
- [101] C. H. Goo, W. S. Lau, T. C. Chong, L. S. Tan, and P. K. Chu, *Appl. Phys. Lett.*, 68, 841–843, (1996),
- [102] N. Chaaben, J. Laifi, H. Bouazizi, C. Saidi, A. Bchetnia, and B. El Jani, *Mater. Sci. Semicond. Process.*, 42, 359–363, (2016),
- [103] K. H. Goetz *et al.*, *J. Appl. Phys.*, 54, 4549–4552, (1983),
- [104] J. S. Blakemore, *J. Appl. Phys.*, 53, 123–181, (1982),
- [105] Z. M. Fang, K. Y. Ma, D. H. Jaw, R. M. Cohen, and G. B. Stringfellow, *J. Appl. Phys.*, 67, 7034–7039, (1990),
- [106] D. E. Aspnes and A. A. Studna, *Phys. Rev. B*, 27, 985–1009, (1983),
- [107] T. Mzoughi, H. Fitouri, I. Moussa, A. Rebey, and B. El Jani, *J. Alloys Compd.*, 524, 26–31, (2012),
- [108] M. M. Habchi, N. Tounsi, M. Bedoui, I. Zaied, A. Rebey, and B. El Jani, *Phys. E Low-Dimensional Syst. Nanostructures*, 56, 74–78, (2014),
- [109] F. A. Althowibi, P. B. Rago, and J. E. Ayers, *J. Vac. Sci. Technol. B, Nanotechnol. Microelectron. Mater. Process. Meas. Phenom.*, 34, 041209, (2016),
- [110] K. E. Lee and E. A. Fitzgerald, *J. Cryst. Growth*, 312, 250–257, (2010),
- [111] T. Przesławski, A. Wolkenberg, K. ReginÂski, J. Kaniewski, and J. Bałk-Misiuk, *Thin Solid Films*, 367, 232–234, (2000),
- [112] Q. D. Zhuang *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 212, 352–355, (2000),

- [113] Y. Chen, Z. Liliental-Weber, J. Washburn, J. F. Klem, and J. Y. Tsao, *MRS Proc.*, 308, 405, (1993).
- [114] H. Lin, Y. Huo, Y. Rong, R. Chen, T. I. Kamins, and J. S. Harris, *J. Cryst. Growth*, 323, 17–20, (2011),
- [115] J. Groenen, G. Landa, R. Carles, P. S. Pizani, and M. Gendry, *J. Appl. Phys.*, 82, 803–809, (1997),
- [116] Z. Cevher *et al.*, *J. Appl. Phys.*, 123, (2018),
- [117] V. Bellani *et al.*, *Eur. Phys. J. B*, 56, 217–222, (2007),

Productos

Presentaciones en congresos:

1. "Linear metamorphic $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ layers grown by MBE for THz emitters", XII International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum, San Luis Potosí, México, Septiembre 2019.
2. "Molecular beam flux measuring retractable system: design and setting up for ultra-high vacuum applications", XIII International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum 2020, virtual conference, Octubre 2020.
3. "Hyperbolic-tan graded composition $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ layers for THz radiation emitters", 21st International Conference on Molecular Beam Epitaxy, Virtual Conference, Mexico, Septiembre 2021.
4. "Structural properties of compositionally hyperbolic-tangent graded $\text{In}_{1-x}\text{Ga}_x\text{As}$ layers", XIV International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum, Zacatecas, México, Octubre 2021.
5. "MBE growth and characterization on InGaAs/GaAs metamorphic layers", XV International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum, Puerto Vallarta, México, Septiembre 2022.
6. "Novel THz emitters based in InGaAs graded layers grown by MBE for telecommunication applications", XV International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum, Puerto Vallarta, México, Septiembre 2022.
7. "Delta doping band engineering in GaNAs/GaAs structures grown by MBE for THz applications", XVII International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum, Ensenada, México, Septiembre 2024.

Publicaciones

1. "Terahertz emission from gradient InGaAs surfaces ", Applied Physics Letters, 2021.
2. "Hyperbolic-tan graded composition $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ layers for THz radiation emitters", Journal of Crystal Growth, 2022.
3. "Hyperbolic-tangent composition-graded $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As/GaAs}$ (100) structures grown by molecular beam epitaxy", Materials Science in Semiconductor Processing, 2022.

Trabajo a futuro

- Realizar simulaciones de capas graduales y mediciones de PR, con la finalidad de comparar los resultados obtenidos y así validar que el campo eléctrico cercano a la superficie está induciendo el doblamiento de bandas. Con la información obtenida se pueden plantear nuevos diseños que podrían ser aplicados en otros dispositivos como las celdas solares.
- Efectuar mediciones TEM para comprobar que las dislocaciones pueden ser absorbidas en un espesor Z_c , y además, profundizar en los tipos de dislocaciones que pueden ser generados o evitados utilizando capas metamórficas.
- Explorar el uso de gradientes de GaNAs con una fracción molar de nitrógeno de hasta el 20%, basados en el "Band anticrossing model", implementando este tipo de capas en emisores THz, celdas solares, entre otros dispositivos.