

Изготовление терагерцового квантово-каскадного лазера с двойным металлическим волноводом на основе многослойных гетероструктур GaAs/AlGaAs

© Р.А. Хабибуллин*, Н.В. Щаврук*, А.Ю. Павлов*, Д.С. Пономарев*, К.Н. Томош*, Р.Р. Галиев*, П.П. Мальцев*, А.Е. Жуков⁺, Г.Э. Цырлин⁺, Ф.И. Зубов⁺, Ж.И. Алфёров⁺*

* Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники Российской академии наук, 117105 Москва, Россия

⁺ Санкт-Петербургский национальный исследовательский Академический университет Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия

• Санкт-Петербургский научный центр Российской академии наук, 199034 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: khabibullin@isvch.ru

(Получена 7 апреля 2016 г. Принята к печати 12 апреля 2016 г.)

Исследованы процессы постростовой обработки многослойных гетероструктур GaAs/AlGaAs для терагерцового квантово-каскадного лазера (ККЛ), включающей в себя термокомпрессионное соединение In–Au многослойных гетероструктур с легированной подложкой n^+ -GaAs, механическую шлифовку и селективное жидкостное травление подложки, сухое травление гребневых мезаполосков ККЛ через маску металлизации Ti/Au с шириной 50 и 100 мкм. Подобраны режимы реактивного ионного травления с источником индуктивно связанной плазмы в смеси газов BCl_3/Ar для получения вертикальных стенок гребневых мезаполосков ККЛ и минимального распыления маски Ti/Au.

1. Введение

С момента первой успешной реализации терагерцового (ТГц) квантово-каскадного лазера (ККЛ) в 2002 г. до сегодняшнего дня произошло беспрецедентное развитие данного направления с точки зрения фундаментальной науки, полупроводниковых технологий и коммерческой заинтересованности [1,2]. В первую очередь это связано с актуальными областями применения ТГц ККЛ: здравоохранение (медицинская диагностика дыхания человека), системы безопасности двойного назначения (системы досмотра, обнаружение взрывчатых веществ, защита самолетов от ракет с тепловой системой самонаведения), системы связи. Кроме того, ТГц ККЛ позволяют решать фундаментальные задачи в биологии, астрофизике и науке об атмосфере.

По сравнению с ККЛ, работающими в инфракрасном диапазоне частот, разработку ТГц ККЛ осложняют: чрезвычайно малая энергия ТГц фотона ($h\nu \approx 4\text{--}20$ мэВ), что значительно усложняет создание инверсной населенности рабочих уровней; увеличение рассеяния ТГц излучения на свободных носителях из-за больших длин волн ($\lambda \approx 60\text{--}300$ мкм). Для увеличения инверсной населенности разрабатываются более совершенные схемы работы ТГц ККЛ с большими эффективностями инжекции электронов на верхний лазерный уровень и экстракции электронов с нижнего лазерного уровня [2]. Для уменьшения рассеяния ТГц излучения необходимо минимизировать пространственное перекрытие мод волновода с легированными полупроводниковыми слоями.

Еще одной проблемой, стоящей на пути создания эффективных ТГц ККЛ, является формирование вол-

новодного ограничения. В данной работе поставлена задача изготовления ТГц ККЛ с двойным металлическим (ДМ) волноводом, когда активная область, генерирующая ТГц излучение, заключена между металлическими слоями. В данном случае обеспечивается высокое модовое ограничение, т.е. фактор перекрытия волноводной моды с активной областью лазера $\Gamma \approx 1$. Использование резонансно-фононной схемы работы ТГц ККЛ с ДМ волноводом позволило увеличить рабочие температуры до 199.5 К [3,4].

Стойбт отметить, что использование ДМ волновода в ТГц ККЛ дает больше возможностей для электромагнитного инжиниринга, что позволяет разрабатывать одномодовые ТГц ККЛ на основе распределенной обратной связи второго порядка [5]. Кроме того, ДМ волновод обеспечивает модовое ограничение для ТГц и терагерцовых (ТТГц) частот, что позволяет на основе высокочастотной модуляции разрабатывать ТГц ККЛ с активной синхронизацией мод [6]. Выдающиеся результаты по созданию „широкополосного“ ТГц ККЛ с непрерывным излучением в диапазоне 1.64–3.35 ТГц [7], а также ТГц частотной гребенки [8] тоже были получены на основе ТГц ККЛ с ДМ волноводом.

Однако использование ДМ волновода в ТГц ККЛ значительно усложняет постростовую обработку лазерных гетероструктур по сравнению с традиционной технологией для ККЛ инфракрасного диапазона частот [9]. Для создания ДМ волновода необходимо „перенести“ активную область многослойной гетероструктуры (МГ) на токопроводящую подложку с напыленным металлическим слоем, который будет являться „нижним“ металлом ДМ волновода [10]. При этом подложка GaAs, на

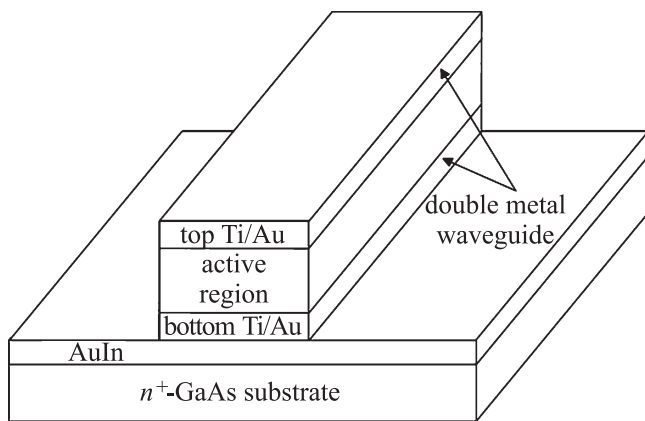


Рис. 1. Схематический вид ТГц ККЛ с двойным металлическим волноводом.

которой была выращена МГ, должна быть „удалена“ для нанесения на активную область „верхнего“ металла ДМ волновода (рис. 1).

Целью данной работы является разработка и исследование постростовой обработки МГ GaAs/AlGaAs для изготовления ТГц ККЛ с ДМ волноводом.

2. Экспериментальные методы и образцы

В качестве МГ GaAs/AlGaAs были использованы два образца ККЛ-1 и ККЛ-2 с толщинами активной области 8.8 и 10.0 мкм соответственно. Конструкция слоев МГ и режимы выращивания методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) приведены в работе [11]. Токопроводящей подложкой являлась легированная кремнием подложка GaAs.

Напыление металлических слоев проводилось резистивным методом в вакуумной камере. Для термокомпрессионного соединения была использована установка приклейки пластин WSBU 1 фирмы Logitech. Утончение подложки МГ проводилось на установке шлифования и полировки РМ-5 фирмы Logitech. С помощью электронно-лучевой литографии на установке Voyager фирмы Raith проведено экспонирование полосков „верхнего“ металла ДМ волновода. Для травления гребневых мезаполосков ТГц ККЛ использовалась установка низкоэнергетического плазменного травления SI-500 ICP фирмы Sentech Instruments, имеющая источник индуктивно связанной плазмы PTSA 200.

3. Постростовая обработка многослойных гетероструктур GaAs/AlGaAs

На рис. 1 приведено схематическое изображение конструкции разрабатываемого ТГц ККЛ с ДМ волново-

дом. Геометрические размеры гребневого мезаполоска: длина 1–3 мм, ширина 20–150 мкм. Обычно на образце формируется серия мезаполосков, которые находятся на расстоянии ~ 500 мкм друг от друга.

3.1. Формирование „нижнего“ металла двойного металлического волновода

Выращенные образцы ККЛ-1 и ККЛ-2 были рассчитаны для излучения частотного диапазона ~ 3 ТГц, т.е. с длиной волны ~ 100 мкм. Расчет на основе модели Друде–Лоренца показывает, что глубина проникновения данного ТГц излучения в Au не превышает ~ 100 нм [10]. Таким образом, для создания „нижнего“ металла ДМ волновода толщина слоя Au может не превышать 0.5 мкм.

Существует несколько вариантов при выборе „нижнего“ металла ДМ волновода. Например, в работе [4] исследованы две конструкции металлизации — Ti/Au, Ta/Cu. Использование Ta/Cu улучшает отвод тепла от активной области ККЛ и повышает рабочие температуры.

В данной работе была использована конструкция „нижнего“ металла ДМ волновода Ti/Au (10/500 нм). Слой Ti является адгезионным слоем, выбор толщины которого основан на двух фактах: создание омического контакта; предотвращение диффузии Au в активную область МГ. Перед процессом нанесения слоев металлизации Ti/Au проводилась зачистка поверхности образцов ККЛ-1 и ККЛ-2 и токопроводящей подложки n^+ -GaAs от остатков углеводородов в плазме высокочастотного разряда в кислороде, а также снятие окислов полупроводника в растворе HCl:H₂O (1:5). При напылении Ti/Au образцы находились при комнатной температуре.

3.2. Термокомпрессионное соединение на основе In–Au

Для того чтобы „перенести“ активную область МГ на токопроводящую подложку n^+ -GaAs, применялся метод термокомпрессионного соединения на основе In–Au. Для этого необходимо на поверхность образцов ККЛ-1 и ККЛ-2 напылить слой индия толщиной ~ 1 мкм.

Индий является легкоплавким металлом (температура плавления $T = 156^\circ\text{C}$) и имеет свойство образовывать капли на поверхности полупроводника. Для подбора оптимальных параметров резистивного напыления In были проведены пробные процессы напыления на подложку GaAs. Изображение поверхности напыленной пленки In, полученное с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ), представлено на рис. 2. С помощью оптического профилометра Zygo проведено исследование морфологии пленок In. При оптимальном режиме напыления шероховатость пленки In составила $R_a \approx 15$ нм.

В связи с тем что хорошее качество термокомпрессионного соединения полупроводников можно получить

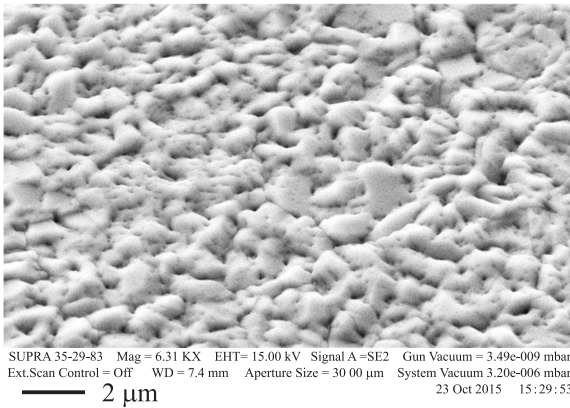


Рис. 2. РЭМ-изображение поверхности индия, напыленного на GaAs.

на небольших площадях, $\sim 1 \text{ см}^2$, образцы ККЛ и подложка n^+ -GaAs были расколоты по кристаллографическим осям на кусочки квадратной формы с размерами $\sim 0.7 \times 0.7$ и $1.0 \times 1.0 \text{ см}$ соответственно. После раскалывания образцов рекомендуется исследовать поверхность пленки In при косом падении коллимированного пучка света для проверки наличия осколков на поверхности. Стандартная процедура подготовки поверхности кусочков перед термокомпрессионным соединением состоит из обдува N_2 для удаления частиц, чистки поверхности в ультрафиолетовом излучении в течение 15 мин и повторная обдувка N_2 . Если после данной процедуры на поверхности образцов остались осколки, то можно удалить их с помощью мягкой кисточки.

Далее полученные кусочки „лицом к лицу“ при температуре 200°C и давлении 0.3 МПа в течение 45 мин термокомпрессионно соединялись. В ходе данной операции слой напыленного In плавится и растекается по поверхности полупроводника, заполняя все неровности. Жидкий индий диффундирует в слой Au и образует соединения AuIn , AuIn_2 и др. Температура плавления получившихся соединений $> 450^\circ\text{C}$, т.е. данная система устойчива при высоких температурах.

3.3. Вскрытие поверхности активной области многослойной гетероструктуры

На рис. 3 приведена последовательная схема операций по „удалению“ подложки GaAs, на которой были выращены МГ. Исходная толщина подложки GaAs составляет 450 мкм . Конструкция МГ имеет стоп-слой $\text{Al}_{0.8}\text{Ga}_{0.2}\text{As}$ толщиной 200 нм , выращенный на буферном слое GaAs.

Во-первых, необходимо провести механическое уточнение подложки GaAs до толщин $\sim (50-100) \text{ мкм}$. Для этого на поверхность образцов ККЛ, соединенных с n^+ -GaAs, центрифугированием наносился клей. Далее полученные образцы приклеивались на стеклянный диск-носитель и на края образцов был нанесен фоторезист Shipley 1813 для защиты от латерального подтравки. Шлифовка образцов свободным абразивом с применением оксида алюминия с размером зерен $\sim 9 \text{ мкм}$ проводилась со скоростью 10 мкм/мин .

Во-вторых, наличие стоп-слоя с долей Al > 0.3 позволяет селективно травить оставшуюся часть подложки GaAs в $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2$. Для определения скоростей травления были проведены пробные процессы на подложках GaAs с маской из фоторезиста. Для глубокого травления на $50-100 \text{ мкм}$ необходимо работать с большими объемами травителя и осуществлять постоянное перемешивание травителя для получения постоянных скоростей травления. Профиль травления GaAs на глубину $\sim 140 \text{ мкм}$ приведен на рис. 4. Для оценки селективности травителя методом МПЭ была выращена гетероструктура со следующей последовательностью слоев: буферный слой GaAs — 250 нм , стоп-слой $\text{Al}_{0.77}\text{Ga}_{0.23}\text{As}$ — 180 нм , слой GaAs — 500 нм . На основании пробных процессов травления был выбран состав травителя $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2$ (1:19) со скоростью травления $\sim 4 \text{ мкм/мин}$ и селективностью > 175 .

В-третьих, необходимо „удалить“ стоп-слой $\text{Al}_{0.8}\text{Ga}_{0.2}\text{As}$. Для этого был использован раствор плавиковой кислоты $\text{HF}:\text{H}_2\text{O}$ (1:31), который имеет высокую селективность травления (не менее 1000) и не травит GaAs. Таким образом, проведя перечисленные операции, на поверхности образцов получили остав-

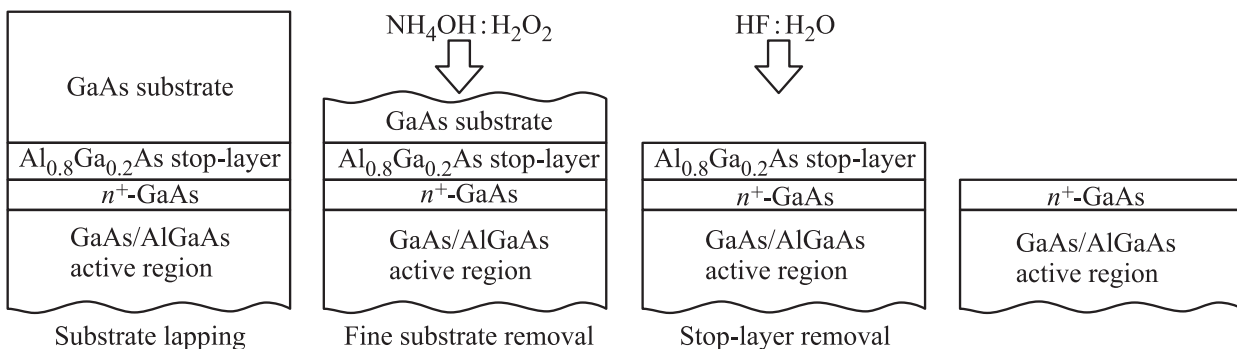


Рис. 3. Последовательность операций по вскрытию поверхности активной области МГ.

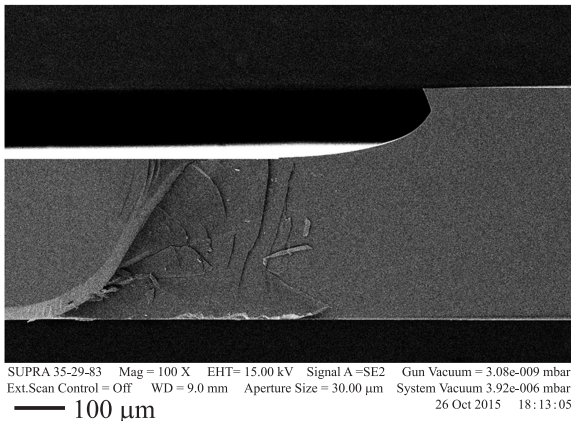


Рис. 4. РЭМ-изображение профиля травления GaAs в $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2$ под маской резиста.

шийся контактный слой n^+ -GaAs, на котором можно формировать „верхний“ металл ДМ волновода.

3.4. Формирование гребневых мезаполосок квантово-каскадного лазера

Существует два способа изготовления гребневых мезаполосок: 1) с помощью жидкостного химического травления; 2) с помощью сухого травления. В первом случае формируются гребневые мезаполоски с наклон-

ными стенками, во втором — с вертикальными стенками. В данной работе было выбрано самосовмещенное с нанесением „верхнего“ металла ДМ волновода сухое травление.

На образцы ККЛ была нанесена двухслойная система электронного резиста и с помощью электронно-лучевой литографии проведено экспонирование полосков с шириной 50 и 100 мкм. Процесс электронно-лучевой литографии подробно описан в работах [12–14]. Далее проводилось напыление Ti/Au (10/500 нм) с последующим „взрывом“ в ацетоне. В итоге на поверхности образцов были получены металлические полоски, которые являлись маской для сухого травления.

Были исследованы режимы реактивного ионного травления с источником индуктивно связанной плазмы подложки GaAs с напыленной металлической маской в смеси газов BCl_3/Ar . При давлении $P = 8\text{--}10$ Па в рабочей камере и отношении $[\text{BCl}_3]/[\text{Ar}] = 1/2$ скорость травления GaAs составила 0.5 мкм/мин. При этом наблюдается подтрав GaAs под маской Ti/Au и развитый рельеф поверхности полупроводника (рис. 5, а). В связи с этим основная часть экспериментов проводилась при пониженном давлении в рабочей камере.

При давлении 1 Па и отношении $[\text{BCl}_3]/[\text{Ar}] = 1/2$ с мощностью источника индуктивно связанной плазмы (ICP) 500 Вт и мощностью высокочастотного (RF) генератора 100 Вт были получены вертикальные стенки с гладкой поверхностью полупроводника, но за счет

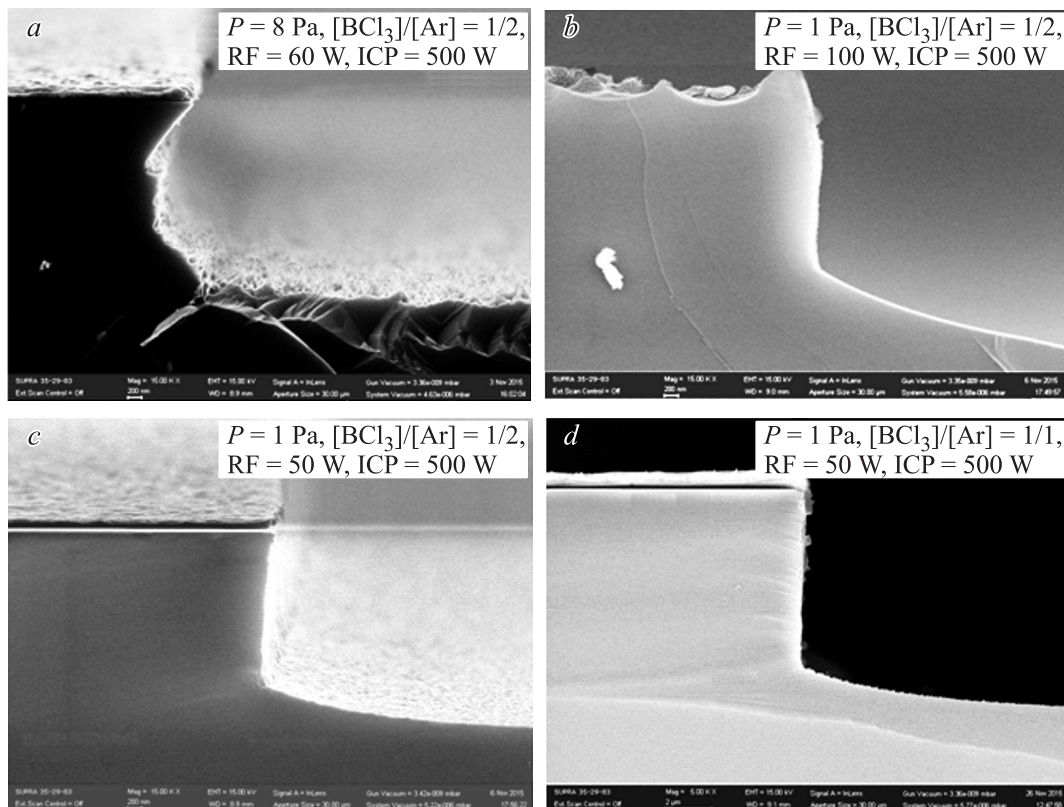


Рис. 5. Профиль стенок вытравленного мезополоска. Режимы травления указаны. d — травление в оптимальном режиме.

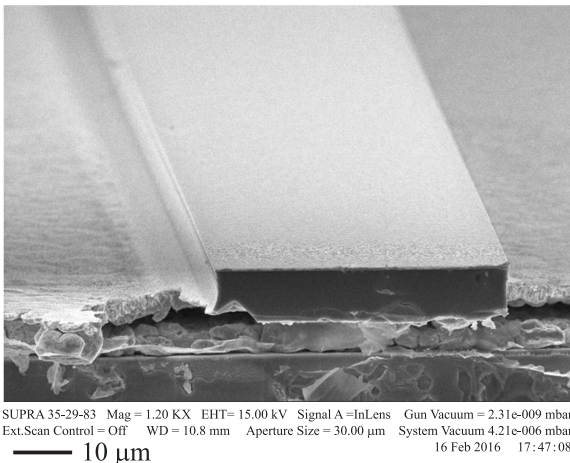


Рис. 6. РЭМ-изображение скола гребневого мезаполоска с шириной 50 мкм.

больших энергий ионов маска Ti/Au полностью распыляется (рис. 5, *b*). Для уменьшения энергии ионов была уменьшена RF мощность до 50–60 Вт, что позволило сохранить маску Ti/Au при сохранении достаточно гладкой боковой стенки вытравленного рельефа с небольшим углом, $\sim 5^\circ$, относительно нормали к поверхности (рис. 5, *c*). При уменьшении RF мощности скорость травления GaAs практически не изменилась и составила 0.7 мкм/мин.

Травление GaAs идет за счет физического распыления и химического травления хлорсодержащей плазмой. Уменьшение энергии ионов сильно не изменяет скорость травления GaAs, так как основной вклад идет за счет химического травления. Отношение $[BCl_3]/[Ar] = 1/1$ в смеси газов при неизменных других параметрах позволяет формировать гребневый мезаполосок с вертикальными стенками при скорости травления 0.7 мкм/мин, что является оптимальным для контролируемого травления на глубину ~ 10 мкм (рис. 5, *d*). Стоит отметить, что в результате сухого травления стенки гребневых мезаполосков имеют узкие „плечи“ вблизи дна. Это упрощает раскалывание гребневых мезаполосков для создания резонатора Фабри–Перо.

На основе выбранного режима сухого травления были изготовлены гребневые мезаполоски ТГц ККЛ шириной 50 и 100 мкм (рис. 6). Для улучшения качества сколов необходимо утончить подложку n^+ -GaAs до толщин ~ 150 мкм. Также для уменьшения сопротивления контакта необходимо напылить на обратную сторону подложки n^+ -GaAs металлические слои Ti/Au. Результаты исследования характеристик полученных ТГц ККЛ будут опубликованы в отдельной работе.

4. Заключение

В работе проведено исследование процессов постро-
стойкой обработки МГ GaAs/AlGaAs, включающих в себя

термокомпрессионное соединение МГ с легированной подложкой n^+ -GaAs на основе In–Au, механическое утончение подложки МГ до толщины $\sim (50–100)$ мкм, селективное жидкостное травление подложки МГ в $NH_4OH:H_2O_2$ до стоп-слоя $Al_{0.8}Ga_{0.2}As$ и последующее травление стоп-слоя в $NF:H_2O$, сухое травление гребневых мезаполосков ТГц ККЛ через маску металлизации Ti/Au с шириной 50 и 100 мкм. Подобранные режимы реактивного ионного травления с источником индуктивно-связанной плазмы в смеси газов $[BCl_3]/[Ar]$ для получения вертикальных стенок гребневых мезаполосков ТГц ККЛ и минимального распыления маски Ti/Au. Таким образом были изготовлены гребневые мезаполоски ТГц ККЛ, в которых активная область толщиной 8.5 и 10 мкм заключена между верхним электродом Ti/Au и „нижним металлом“ In/Au, что представляет собой двойной металлический волновод для терагерцового излучения.

Исследование выполнено при финансовой поддержке грантов Президента РФ № 14.W01.16.6081-МК и РФФИ № 15-07-00110 А, а также Программы фундаментальных исследований Президиума РАН „Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий“.

Список литературы

- [1] M.A. Belkin, F. Capasso. Phys. Scripta, **90**, 118002 (2015).
- [2] C. Sirtori, S. Barbieri, R. Colombelli. Nature Photon., **7**, 691 (2013).
- [3] S. Fatholouloumi, E. Dupont, C.W.I. Chan, Z.R. Wasilewski, S.R. Laframboise, D. Ban, A. Matyas, C. Jirauschek, Q. Hu, H.C. Liu. Opt. Express, **20** (4), 3866 (2012).
- [4] M.A. Belkin, J.A. Fan, S. Hormoz, F. Capasso, S.P. Khanna, M. Lachab, A.G. Davies, E.H. Linfield. Opt. Express, **16** (5), 3242 (2008).
- [5] S. Kumar, B.S. Williams, Q. Qin, A.W.M. Lee, Q. Hu. Opt. Express, **15** (1), 113 (2007).
- [6] S. Barbieri, M. Ravaro, P. Gellie, G. Santarelli, C. Manquest, C. Sirtori, S.P. Khanna, E.H. Linfield, A.G. Davies. Nature Photon., **5**, 306 (2011).
- [7] M. Rosch, G. Scalari, M. Beck, J. Faist. Nature Photon., **9**, 42 (2015).
- [8] D. Burghoff, T.Y. Kao, N. Han, C.W.I. Chan, X. Cai, Y. Yang, D.J. Hayton, J.R. Gao, J.L. Reno, Q. Hu. Nature Photon., **8**, 462 (2014).
- [9] В.В. Мамутин, Н.Д. Ильинская, Д.А. Бедарев, Р.В. Левин, Б.В. Пушный. ФТП, **48** (8), 1132 (2014).
- [10] A. Szerling, K. Kosiel, M. Szymański, Z. Wasilewski, K. Gołaszewska, A. Laszcz, M. Pluska, A. Trajnerowicz, M. Sakowicz, M. Walczakowski, N. Palka, R. Jakiela, A. Piotrowska. J. Nanophoton., **9** (1), 093079 (2015).
- [11] А.Е. Жуков, Г.Э. Цырлин, Р.Р. Резник, Ю.Б. Самсоненко, А.И. Хребтов, М.А. Калитеевский, К.А. Иванов, Н.В. Крыжановская, М.В. Максимов, Ж.И. Алфёров. ФТП, **50** (5), 674 (2016).
- [12] Д.В. Лаврухин, А.Э. Ячменев, Р.Р. Галиев, Р.А. Хабибуллин, Д.С. Пономарев, Ю.В. Федоров, П.П. Мальцев. ФТП, **48** (1), 73 (2014).
- [13] D.V. Lavrukhin, A.E. Yachmenev, R.R. Galiev, A.S. Bugaev, Y.V. Fedorov, R.A. Khabibullin, D.S. Ponomarev, P.P. Maltsev. Int. J. High Speed Electron. Syst., **24** (1&2), 1520001 (2015).

- [14] Р.Р. Галиев, А.Э. Ячменев, А.С. Бугаев, Г.Б. Галиев, Ю.В. Федоров, Е.А. Климов, Р.А. Хабибуллин, Д.С. Пономарев, П.П. Мальцев. Изв. РАН. Сер. физ., **80** (4), 523 (2016).

Редактор Л.В. Шаронова

Fabrication of terahertz quantum cascade laser with double metal waveguide based on multilayer GaAs/AlGaAs heterostructures

*R.A. Khabibullin**, *N.V. Shchavruk**, *A.Yu. Pavlov**,
*D.S. Ponomarev**, *K.N. Tomosh**, *R.R. Galiev**,
*P.P. Maltsev**, *A.E. Zhukov^{+•}*, *G.E. Cirlin^{+•}*,
F.I. Zubov⁺, *Zh.I. Alferov^{+•}*

* Institute of Ultra High Frequency
Semiconductor Electronics,
Russian Academy of Sciences,
123456 Moscow, Russia

+ St. Petersburg National Research Academic
University, Russian Academy of Sciences,
194021 St. Petersburg, Russia

• St. Petersburg Scientific Center,
Russian Academy of Sciences,
199034 St. Petersburg, Russia

Abstract We have investigated post-growth processing of multilayer heterostructures GaAs/AlGaAs for terahertz quantum cascade lasers (QCL). The post-growth processing includes In–Au bonding of the QCL on n^+ -GaAs wafer, mechanical lapping and selective wet etching of the wafer, and dry etching of the ridge structures using 50- μm -wide and 100- μm -wide Ti/Au contacts as self aligned etch masks. The inductively coupled plasma reactive ion etching regime has been optimized in BCl_3/Ar for vertical sidewalls of the ridge structure with the minimum of Ti/Au mask destruction.