

Studi Struktur Kristal Film Tipis Galliumantimony yang Ditumbuhkan dengan MOCVD Reaktor Vertikal

Zulirfan¹⁾, Euis Sustini²⁾, dan Maman Budiman²⁾

1) Program Studi Pendidikan Fisika FKIP UNRI Pekanbaru

2) Departemen Fisika ITB, Jl. Ganesa 10 Bandung
e-mail : euis@fi.itb.ac.id

Abstract

GaSb thin films have been grown by using vertical reactor MOCVD on (100) SI-GaAs substrates. TMGa and TDMASb were used as a precursor of group III and V respectively, with H₂ as gas carrier. Films were grown at the growth temperatures 520^oC and 540^oC as a function of V/III ratio. The range of V/III ratio were 0,4 - 3,1. The ex-situ characterization, XRD and SEM were used to examine the crystal structure and the morphology of the films, respectively. EDS characterization were used to find the composition of Ga and Sb atoms in the films. The increased of V/III ratio were found to have a significant effect on the both properties. Film grown at the lowest V/III ratio (0,4) shows a polycrystal structure with several peaks of GaSb crystal's orientation, and bad surface morphology. Films grown at V/III ratio ranged about 1.0 to 3.1 show the same crystal's orientation of GaSb, of (200) and (400). The better surface morphology were found at the growth temperature 540^oC with V/III ratio 2,0.

Keywords : GaSb, V/III ratio, MOCVD, crystal structure, film morphology.

Abstrak

Film tipis GaSb telah ditumbuhkan menggunakan MOCVD reaktor vertikal, diatas substrat SI-GaAs (100). TMGa dan TDMASb masing-masing digunakan sebagai sumber group III dan V, dengan H₂ sebagai gas pembawa. Film ditumbuhkan pada temperatur penumbuhan 520^oC dan 540^oC sebagai fungsi rasio V/III. Range rasio V/III : 0,4 - 3,1. Karakterisasi ex-situ, XRD dan SEM masing-masing digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan morfologi film. Karakterisasi EDS juga dilakukan untuk mengetahui komposisi atom-atom Ga dan Sb dalam film. Penambahan rasio V/III ternyata mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap kedua sifat film tersebut. Film yang ditumbuhkan pada rasio V/III yang rendah (0,4) memperlihatkan struktur polikristal dengan banyak peak orientasi kristal GaSb dan morfologi permukaan yang buruk. Film yang ditumbuhkan pada range rasio V/III: 1,0 - 3,1 menunjukkan orientasi kristal GaSb yang sama, yaitu (200) dan (400). Morfologi permukaan yang baik dengan laju penumbuhan 1,7 $\mu\text{m}/\text{jam}$, didapat pada kondisi dengan temperatur penumbuhan 540^oC dan rasio V/III 2,0.

Kata kunci : GaSb, rasio V/III, MOCVD, struktur kristal, morfologi film.

1. Pendahuluan

Galliumantimony, GaSb adalah semikonduktor paduan III-V yang mempunyai struktur kisi kubik zincblende. Parameter kisi kristal GaSb 6,095 Å pada temperatur 25,12^oC¹⁾. GaSb memiliki celah pita langsung (*direct band gap*) dengan lebar celah pita 0,72 eV pada temperatur kamar dan 0,81 eV pada temperatur 35 K¹⁾. Semikonduktor paduan berbasis antimony pada umumnya mempunyai sifat-sifat seperti : celah pita langsung, lebar celah pita yang sempit dan mobilitas *carrier* yang relatif tinggi. Dengan sifat-sifat yang demikian, maka bahan ini menarik diterapkan dalam devais elektronik maupun optoelektronik seperti: laser dan detektor inframerah, sensor magnetik²⁾, serta alat-alat *switch* berkecepatan tinggi³⁾. GaSb juga menarik sebagai material substrat, karena mempunyai

parameter kisi yang *matches* terhadap *ternary* maupaun *quarternary* semikonduktor paduan III-V yang mempunyai lebar celah pita 0,35 eV sampai 1,58 eV⁴⁾.

Film tipis GaSb telah berhasil ditumbuhkan dengan berbagai metode seperti LPE (*Liquid Phase Epitaxy*), MBE (*Molecular Beam Epitaxy*) dan MOCVD (*Metal Organic Chemical Vapor Deposition*). Film tipis yang ditumbuhkan pada umumnya memiliki konduktivitas bertipe-p. Alasan utama penyebab terjadinya konduktivitas tipe-p ini adalah karena adanya cacat alami yang terjadi selama proses penumbuhan berupa *Ga vacancy* dan *Ga antisites*^{1,5)}. Film tipis GaSb yang ditumbuhkan dengan MOCVD dan MBE mempunyai konsentrasi hole dalam orde 10¹⁶ cm⁻³ dengan mobilitas 400 cm²/V.s sampai 1000 cm²/V.s⁶⁾.

Teknik penumbuhan MOCVD atau juga dikenal dengan OMVPE (*Organo-Metallic Vapor Phase Epitaxy*) berkembang lebih pesat karena dapat memproduksi lapisan tipis yang mudah dikontrol ketebalan, komposisi dan konsentrasi dopingnya^{5,7)}. Disamping itu, MOCVD dapat beroperasi pada tekanan atmosfer⁸⁾. MOCVD merupakan metode yang potensial untuk menumbuhkan struktur *multilayer* yang kompleks¹⁾.

Pada umumnya para peneliti menumbuhkan film tipis GaSb dengan MOCVD menggunakan sistem reaktor horizontal. Sumber *metal-organic* yang biasa digunakan adalah TMGa (trimethylgallium) untuk sumber Ga dan TMSb (trimethylantimony) sebagai sumber Sb. J.Shin, dkk.⁹⁾ mencoba menggunakan sumber Sb "baru" yaitu TDMASb (tridimethyl-aminoantimony). Mereka berhasil menumbuhkan film tipis GaSb dengan range rasio V/III optimum: 0,7 - 1,7 dan range temperatur penumbuhan 475°C - 600 °C.

Pada penelitian ini film tipis GaSb ditumbuhkan dengan menggunakan metode MOCVD dengan sistem reaktor vertikal. Sebagai sumber Ga digunakan TMGa dan TDMASb digunakan sebagai sumber Sb. Film tipis GaSb ditumbuhkan diatas substrat SI-GaAs (semi insulating gallium arsenide) orientasi (100), dengan *lattice mismatch* sekitar 7,6%, tanpa memberikan *buffer layer*. Rasio V/III bervariasi antara 0,4 sampai 3,1 pada temperatur penumbuhan 520 °C dan 540 °C. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh informasi pengaruh kedua parameter MOCVD, yaitu rasio V/III dan temperatur penumbuhan terhadap struktur kristal, morfologi permukaan dan laju penumbuhan film tipis GaSb.

2. Eksperimen

Film tipis GaSb ditumbuhkan menggunakan TMGa dan TDMASb sebagai sumber Ga dan Sb. Penumbuhan dilakukan dengan metode MOCVD reaktor vertikal pada tekanan reaktor sekitar 50 Torr. Gas hidrogen yang telah dimurnikan melalui *hydrogen purifier* digunakan untuk membawa sumber dari *bubler* menuju ruang reaktor melewati pipa-pipa

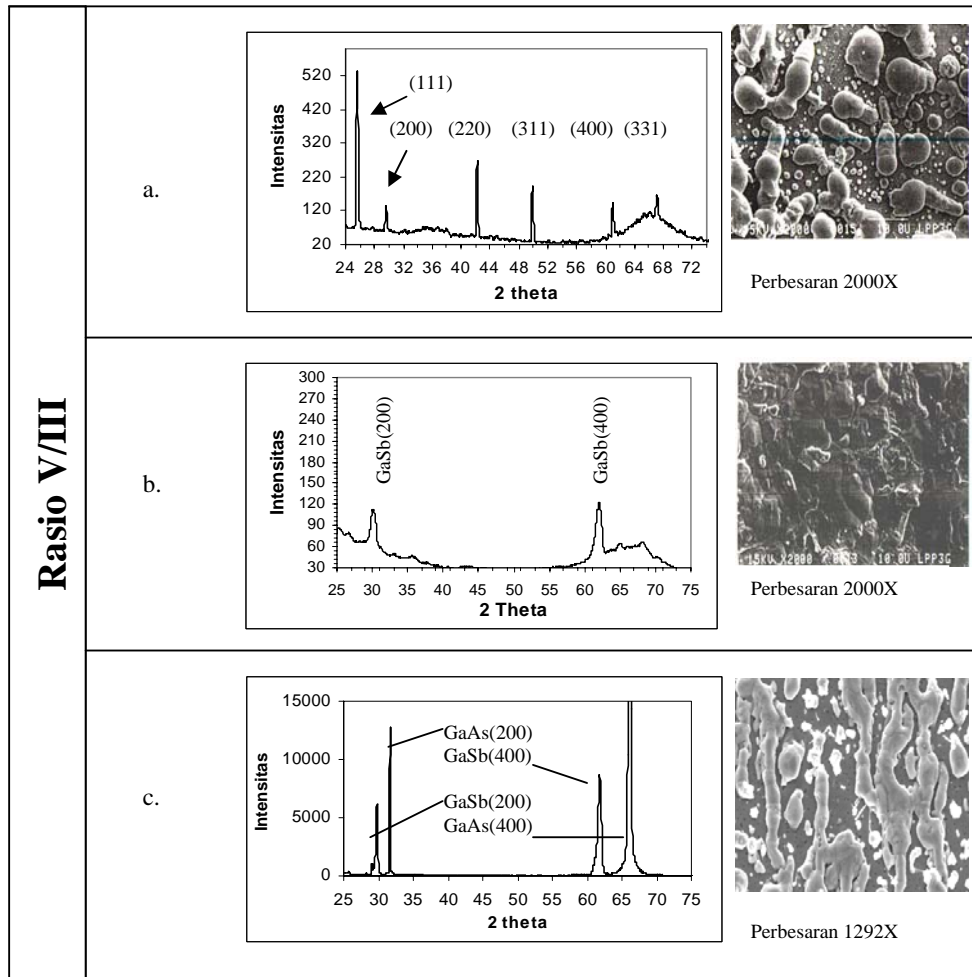
stainless steel untuk menghindari kontaminasi. Laju aliran gas dikontrol dengan MFC (*Mass Flow Controller*). Gas hidrogen dan nitrogen juga digunakan untuk mendorong reaktan dalam ruang reaktor. Temperatur *bubler* TMGa dikontrol pada -10 °C, sedangkan *bubler* TDMASb dibiarkan bertemperatur ruang. Laju gas H₂ yang dialirkan ke *bubler* TMGa 4 sccm sampai 10 sccm dan tekanan *bublernya* 10 psi sampai 11 psi. Laju gas H₂ yang dialirkan ke *bubler* TDMASb 40 sccm sampai 140 sccm dan tekanan *bublernya* 7 psi sampai 11 psi. Kombinasi nilai parameter diatas menghasilkan rasio V/III 0,4 sampai 3,1.

Sebagai material substrat digunakan SI-GaAs (100). Sebelum dilakukan penumbuhan, substrat terlebih dahulu dipersiapkan dengan cara *mendegreas* dalam larutan acetone kemudian metanol masing-masing selama 10 menit. Selanjutnya substrat dietsa dalam larutan H₂SO₄ : H₂O₂ : H₂O = 3 : 1 : 1, selama 2 menit pada temperatur 60 °C. Akhirnya substrat dibilas dalam *DI-water* dan dikeringkan dengan menyemprotkan gas nitrogen, lalu dengan cepat dimasukkan ke ruang reaktor (ruang deposisi). Sebelum sumber dan gas dialirkan (proses deposisi) terlebih dahulu dilakukan *purge* N₂ dan *thermal cleaning* untuk membersihkan ruang reaktor dari sisa-sisa oksida atau kotoran lain yang dapat mengganggu reaksi pembentukan film.

Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal, sedangkan morfologi permukaan dan ketebalan film dikarakterisasi dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Kami juga melakukan karakterisasi EDS (*Energy Dispersif Spectroscopy*) dilakukan untuk mengetahui komposisi Ga dan Sb dalam film. Laju penumbuhan dapat dihitung dengan mengetahui ketebalan dan lamanya penumbuhan. Ketebalan film dapat dihitung langsung dari foto SEM terhadap penampang lintang film dan substrat.

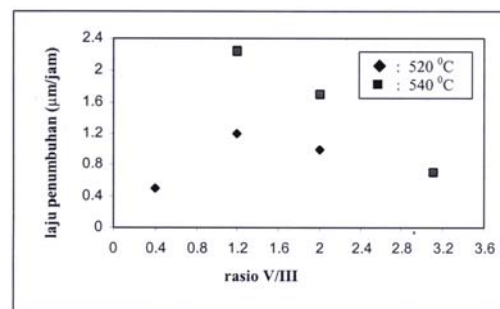
3. Hasil dan Pembahasan

Hasil karakterisasi XRD dan SEM film tipis GaSb yang ditumbuhkan pada temperatur 520 °C ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum XRD dan foto SEM permukaan film tipis GaSb yang ditumbuhkan pada temperatur 520 °C dengan perbandingan V/III a. 0,4 ; b. 1,2; dan c.2,0.

Dari Gambar 1.a terlihat bahwa spektrum XRD film yang ditumbuhkan pada rasio V/III=0,4 memperlihatkan munculnya banyak *peak* orientasi GaSb yakni: (111), (200), (220), (311), (400) dan (331). Struktur polikristal ini diperkirakan disebabkan oleh kondisi dengan laju Ga yang lebih besar dari laju Sb, akibatnya fluks Ga dan Sb yang jatuh ke permukaan substrat dan membentuk film tidak seimbang. Kondisi ini juga mempengaruhi morfologi permukaan film, terlihat struktur permukaan film yang buruk, seperti ditunjukkan pada foto SEM Gambar 1.a. Alasan diatas juga diperkirakan sebagai salahsatu penyebab laju penumbuhan yang rendah, yaitu 0,5 $\mu\text{m}/\text{jam}$, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.



Gambar 2. Laju penumbuhan film tipis GaSb yang ditumbuhkan pada temperatur 520 °C (◆) dan 540 °C (■).

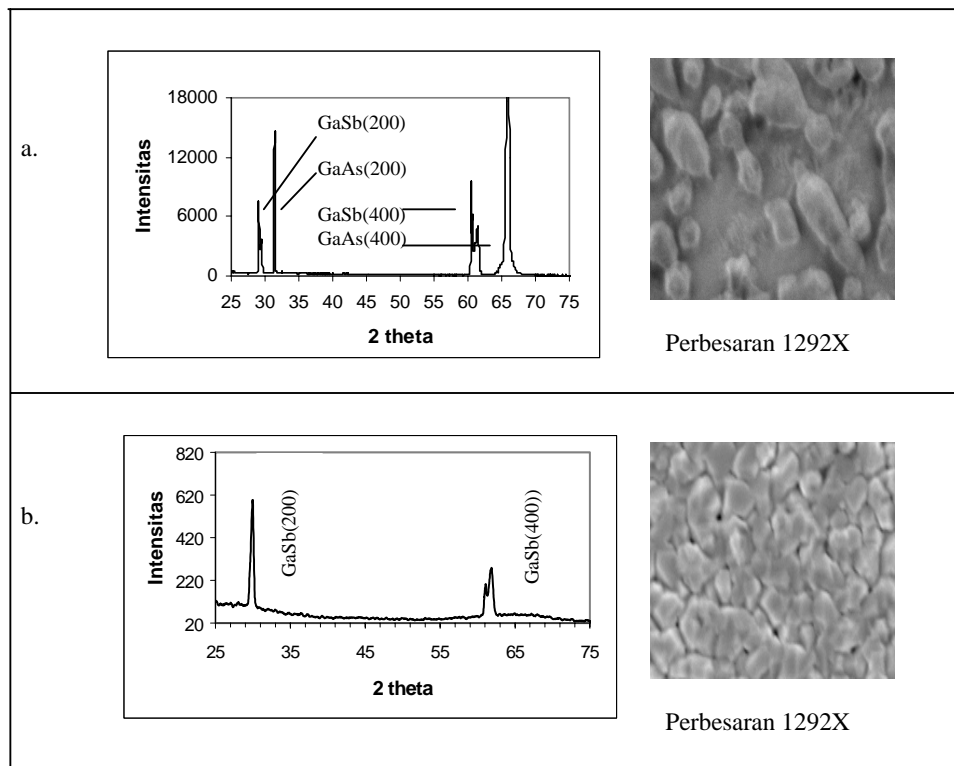
Penambahan rasio V/III menjadi 1,2 ternyata mengurangi jumlah orientasi kristal GaSb, dimana yang muncul hanya orientasi (200)

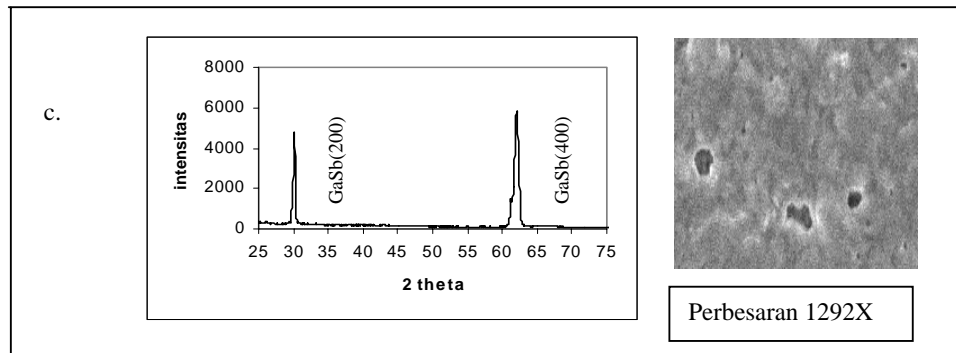
dan (400), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.b. Intensitas *peak* yang rendah dan FWHM (*Full Width at Half Maximum*) yang lebar yakni $1,3^\circ$ dan $1,0^\circ$ untuk masing-masing *peak* GaSb (200) dan (400), menyatakan bahwa kualitas kristal film masih rendah. Ditinjau dari foto SEM pada Gambar 1.b, permukaan film yang ditumbuhkan pada kondisi ini lebih rapat dari sebelumnya. Diperkirakan fluks Ga dan Sb yang jatuh ke permukaan substrat lebih seimbang pada kondisi ini. Hal ini didukung oleh laju penumbuhan yang lebih tinggi, yakni $1,2 \mu\text{m/jam}$, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2¹⁰.

Spektrum XRD film yang ditumbuhkan pada kondisi dengan rasio V/III yang lebih tinggi, yaitu 2,0 memperlihatkan munculnya *peak-peak* GaSb di (200) dan (400). Disamping itu muncul juga *peak* substrat GaAs (200) dan (400) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.c. Intensitas spektrum masing-masing *peak* kuat dan tajam dengan FWHM masing-masing *peak* GaSb $0,25^\circ$ dan $0,56^\circ$. Hal ini mengindikasikan bahwa kualitas struktur kristal sudah semakin membaik. Meskipun demikian, foto SEM memperlihatkan

bahwa struktur permukaan film kembali memburuk, berbentuk pola-pola memanjang yang jarang. Hasil analisa EDS memperlihatkan bahwa komposisi Ga dan Sb dalam film adalah sekitar 1 : 2,8. Hal ini menyatakan bahwa penumbuhan berada dalam kondisi kelebihan Sb. Kondisi kelebihan ini diperkirakan sebagai salahsatu penyebab buruknya permukaan film, disamping itu juga dapat mempengaruhi laju penumbuhan film, terlihat dari laju penumbuhan kembali rendah, yaitu $1,0 \mu\text{m/jam}$. Dari analisa diatas kami menduga bahwa kondisi penumbuhan optimum, dimana struktur kristal dan morfologi permukaan film tipis GaSb yang baik terletak pada interval $1,2 < \text{rasio V/III} < 2,0$ untuk temperatur penumbuhan 520°C .

Dalam rangka memperoleh kualitas film tipis GaSb yang lebih baik, maka dilakukan penumbuhan pada temperatur penumbuhan yang lebih tinggi, yaitu 540°C . Rasio V/III dibuat lebih tinggi dari sebelumnya, yaitu 1,2 sampai 3,1. Hasil karakterisasi XRD dan SEM untuk film tipis GaSb yang ditumbuhkan pada temperatur penumbuhan 540°C , ditunjukkan pada Gambar 3.





Gambar 3. Spektrum XRD dan foto SEM permukaan film tipis GaSb yang ditumbuhkan pada temperatur 540 °C dengan perbandingan V/III : a. 1,2 ; b. 2,0 dan c. 3,1.

Dari spektrum XRD pada Gambar 3, terlihat bahwa ketiga film yang ditumbuhkan pada rasio V/III yang berbeda memiliki orientasi kristal GaSb yang sama, yaitu GaSb(200) dan GaSb(400). Film yang ditumbuhkan pada rasio V/III=1,2 mempunyai kualitas kristal yang lebih baik dari yang lainnya, terlihat dari spektrum *peak-peak* yang kuat dan tajam. FWHM masing-masing *peak* GaSb relatif sempit, yaitu 0,16° dan 0,15° seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.a. Dari foto SEM terlihat bahwa struktur permukaan film masih buruk. Hal ini berkemungkinan disebabkan oleh kondisi kelebihan Ga yang terbukti melalui analisa EDS, yang menunjukkan perbandingan Ga dan Sb dalam film adalah sekitar 1,8 : 1. Disamping itu laju penumbuhan yang relatif tinggi, yakni 2,25 µm/jam seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2, diperkirakan juga ikut menyebabkan terjadinya tumpukan-tumpukan diatas permukaan substrat.

Ketika rasio V/III ditingkatkan menjadi 2,0, film yang dihasilkan mempunyai struktur permukaan yang lebih rapat dan rata, seperti yang diperlihatkan pada Gambar 3.b. Hasil analisa EDS menunjukkan perbandingan Ga dan Sb dalam film sekitar 1:1. Dapat disimpulkan bahwa pada kondisi ini dekomposisi termal dari sumber menghasilkan Ga dan Sb dalam jumlah yang seimbang. Kenyataan ini didukung pula oleh laju penumbuhan yang relatif tinggi, yaitu 1,7 µm/jam. Meskipun permukaannya membaik tetapi kualitas kristal memburuk, terlihat dari intensitas spektrum *peak-peak* GaSb yang lemah dan FWHM-nya yang relatif lebar, yaitu masing-masing 0,4° dan 0,7°.

Pada rasio V/III tertinggi dalam eksperimen ini, yaitu 3,1, spektrum XRD-nya memperlihatkan *peak-peak* GaSb dengan intensitas yang lebih tinggi dengan FWHM 0,3°

dan 0,6° untuk masing-masing *peak* GaSb. Dari segi kualitas kristal, film yang ditumbuhkan pada kondisi ini tidak lebih baik dari film yang ditumbuhkan pada rasio V/III=1,2. Meskipun demikian, struktur permukaan film ini lebih rapat dengan perbandingan Ga dan Sb dalam film sekitar 1 : 1,2 dan laju penumbuhan 0,7 µm/jam. Pada beberapa tempat dipermukaan film terdapat tumpukan “hitam” yang diperkirakan *hillocks antimony* akibat kelebihan Sb. Dengan demikian rasio V/III=3,1 diperkirakan sebagai batas tertinggi nilai parameter rasio V/III untuk temperatur penumbuhan 540 °C.

4. Kesimpulan

Film tipis GaSb telah berhasil ditumbuhkan dengan MOCVD reaktor vertikal menggunakan sumber TMGa dan TDMASb diatas substrat SI-GaAs (100). Pengaruh rasio V/III dan temperatur penumbuhan terhadap struktur kristal dan morfologi permukaan film sangat signifikan. Disamping itu, kedua parameter MOCVD tersebut juga sangat menentukan komposisi atom-atom Ga dan Sb dalam film. Film tipis GaSb yang ditumbuhkan pada range rasio V/III : 1,2 sampai 3,1 memperlihatkan struktur kristal yang sama dengan orientasi kristal (200) dan (400), sedangkan pada rasio V/III yang rendah (0,4) film tipis GaSb mempunyai struktur polikristal dengan orientasi kristal GaSb yang lebih banyak. Morfologi permukaan film tipis GaSb relatif baik dengan laju penumbuhan yang relatif tinggi diperoleh pada kondisi temperatur penumbuhan 540 °C dengan rasio V/III=2,0.

Disamping kedua parameter MOCVD tersebut yang mempengaruhi struktur kristal dan morfologi film tipis GaSb, terdapat beberapa parameter MOCVD lain yang perlu dioptimasi, misalnya tekanan reaktor, laju aliran gas dan

sumber, *dilute* H₂ dan bahkan geometri reaktor. Mekanisme reaksi dan transpor massa dalam ruang reaktor pada saat penumbuhan kristal yang belum secara detil dipahami menyebabkan kondisi penumbuhan optimum sulit diprediksi dengan tepat.

Daftar Pustaka

1. A.G. Milnes and A.Y. Polyakov, *Solid State Electronics*, vol.36 no.6 (1992), 803-806.
2. A.C Jones and Paul O'Brien, *CVD Compound Semiconductors*, VCH 1997.
3. Euis Sustini, Sugianto, R.A. Sani, M. Barmawi, Pepen Arifin, *Proceeding of Industrial Electronic Seminar* 1999.
4. Paulus Lobo Gareso, *Properties of p-GaSb/n-GaAs Interface*, Macquarie University, Sidney 1999.
5. T. Koljonen, M. Sopanen, H. Lipsanen and T. Tuomi, *Journal of Electronic Material*, vol.24 (1995), 1691-1695.
6. F.S.Juang, Y.K.Su, N.Y.Li and K.J.Gan, *Journal of Applied Physic*, vol.68 no.12 (1990), 6383.
7. G.B. Stringfellow, *Organometallic Vapor Phase Epitaxy Theory and Practice*, Academic Press Inc. Boston, San Diego, New York, 1996.
8. A. Subekti, E.M.Goldys, Mellissa J Peterson, K. Drozdowicz Tomsia and T.L.Tansley, *Journal of Material Research*, vol. 14 no.4 (1999), 1238.
9. Powder Diffraction File, Inorganic Volume, no. PDIS-18iRB, Joint Comitte on Powder Diffraction Standards, Philadephia, 1974, 7-215 : GaSb, 14-450 : GaAs.
10. Shin, A. Verma, G.B. Stringfellow, R.W. Gedridge, *Journal of Crystal Growth*, vol.151 (1995), 1-8.