

ДИАГНОСТИКА ГЕТЕРОСТРУКТУР РЕЗОНАНСНО-ТУННЕЛЬНЫХ ДИОДОВ В ПРОЦЕССЕ ЭПИТАКСИАЛЬНОГО РОСТА.

II. МЕТОДИКИ КОНТРОЛЯ НА ОСНОВЕ МЕТОДА ОТРАЖЕНИЯ

И. П. Казаков, М. А. Базалевский, В. В. Капаев, В. И. Цехош

*Показано, что методы отражения и, в особенности, анизотропного отражения, могут эффективно применяться для *in situ* исследования и контроля процесса выращивания гетероструктур с толщиной слоёв менее 10 монослоёв. Методом анизотропного отражения зарегистрировано изменение состава слоёв на прямых гетерограницах GaAs/AlAs активной области резонансно-туннельного диода с разрешением по толщине ~ 1 монослой непосредственно в процессе выращивания. Для оценки качества сформированной активной области резонансно-туннельного диода применён метод сравнительной спектроскопии анизотропного отражения.*

Ключевые слова: резонансно-туннельный диод, гетероструктура, молекулярно-пучковая эпитаксия, спектроскопия анизотропного отражения, монослойное разрешение.

Введение. В последние 20 лет для исследований и контроля процессов эпитаксиального выращивания полупроводниковых гетероструктур (ГС) *in situ* всё большее распространение получают оптические методы. К ним относятся спектроскопия анизотропного отражения (АО или RAS – reflection anisotropy spectroscopy) [1, 2], рассеивание лазерного излучения, поверхностная фотоабсорбция, эллипсометрия, генерация второй гармоники, различные разновидности ИК-спектроскопии [3]. Однако все перечисленные методы, кроме АО, не могут использоваться в исследовании собственно поверхностных слоёв из-за слабого взаимодействия фотонов с веществом, которое приводит к низкой

поверхностной чувствительности. Метод АО развивается особенно интенсивно в основном благодаря более высокой чувствительности к свойствам поверхности по сравнению с эллипсометрией. Для метода АО характерна хорошая аппаратная совместимость с установками эпитаксиального выращивания, т. к. как для проведения измерений требуется только одно оптическое окно в реакторе, расположенное под прямым углом зрения к поверхности подложки.

В технологии молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) метод АО хорошо дополняет широко используемый метод дифракции быстрых электронов (ДБЭ) благодаря следующим преимуществам:

- субмонослойная чувствительность к химическим связям,
- неразрушающее воздействие на поверхность,
- большая глубина зондирования,
- электромагнитная помехоустойчивость.

Имеются сообщения о наблюдении монослойных (МС, у GaAs $1 \text{ МС} = 2.83 \text{ \AA}$) осцилляций сигнала АО, аналогичных осцилляциям интенсивности рефлексов ДБЭ [4]. Однако в целом метод АО применительно к выращиванию гетероструктур с ультратонкими слоями толщиной в несколько МС таких, как, например, гетероструктуры резонансно-туннельных диодов (РТД), освоен недостаточно хорошо.

В настоящей работе методами оптического нормального отражения (НО) и АО исследовался процесс выращивания гетероструктур РТД на основе системы GaAs/AlAs. Как показано в данной работе (часть I [5]), прецизионный контроль в процессе формирования активной области РТД чрезвычайно важен, поскольку, например, отклонение толщины барьерного слоя AlAs на один МС приводит к изменению плотности пикового тока на вольт-амперных характеристиках (ВАХ) в 2–3 раза.

Эксперимент. Гетероструктуры РТД (табл. 1) выращивались на подложках GaAs (001) методом МПЭ на установке Цна-25 (НИТИ, г. Рязань). Скорости роста слоёв GaAs и AlAs равнялись 0.19 и 0.18 нм/с, соответственно.

На оптический порт установки Цна-25, к которому в процессе выращивания рабочая поверхность подложки располагалась фронтально, был установлен спектрометр EpiRAS IR TT фирмы LayTec. С помощью спектрометра EpiRAS IR TT регистрировались временные зависимости и спектры сигналов НО и АО от поверхности подложки в течение процесса выращивания гетероструктур РТД. Сигнал АО представлял собой относительную разность $\Delta r/r$ сигналов отражения $r_{[-110]}$ и $r_{[110]}$ с линейной поляризацией

в двух направлениях кристаллической решётки $[-110]$ и $[110]$, соответственно:

$$\Delta r/r = 2(r_{[-110]} - r_{[110]})/(r_{[-110]} + r_{[110]}). \quad (1)$$

Диаметр зондирующего светового пучка на подложке был около 6 мм. Температура поверхности измерялась в области падения зондирующего светового пучка пирометром, встроенным в спектрометр EpiRAS IR TT. Структура поверхности гетероструктур контролировалась также по картинам ДБЭ.

Т а б л и ц а 1

Конфигурация гетероструктуры РТД. Выделена активная область

Номер слоя	Состав слоя	Толщина, нм	Концентрация электронов, 10^{18} см^{-3}
7	GaAs	500	1
6	GaAs	40	не легированный
5	AlAs	2.0	не легированный
4	GaAs	4.5	не легированный
3	AlAs	2.3	не легированный
2	GaAs	10	не легированный
1	GaAs	1000	1
Подложка GaAs (001)			

Исследования структуры поверхности образцов после выращивания проводились на атомно-силовом микроскопе Solver P47 фирмы NT-MDT. Измерения ВАХ проводились с помощью анализатора параметров полупроводников 4155C (4155C Semiconductor Parameter Analyzer) фирмы Agilent на образцах с вытравленными мезоструктурами площадью $6 \times 6 \text{ мкм}^2$ и контактными площадками.

Экспериментальные результаты. Выращивание активной области РТД контролировалось по временной зависимости сигнала отражения на длине волны $\lambda = 500 \text{ нм}$ (рис. 1). На рис. 1 видно, что гетерограницы между слоями GaAs и AlAs хорошо различимы – им соответствуют изломы на кривых. Наклон отрезков графиков, соответствующих различным слоям ГС, даёт информацию о скорости их роста. Видно, что наклон участка кривой второго барьера AlAs больше, чем первого.

На рис. 1 представлено семейство кривых отражения, рассчитанных для данных условий роста с помощью программы Analiz-R (фирма LayTec), где скорость роста первого барьера задавалась по калибровочным данным, полученным из измерений слоёв

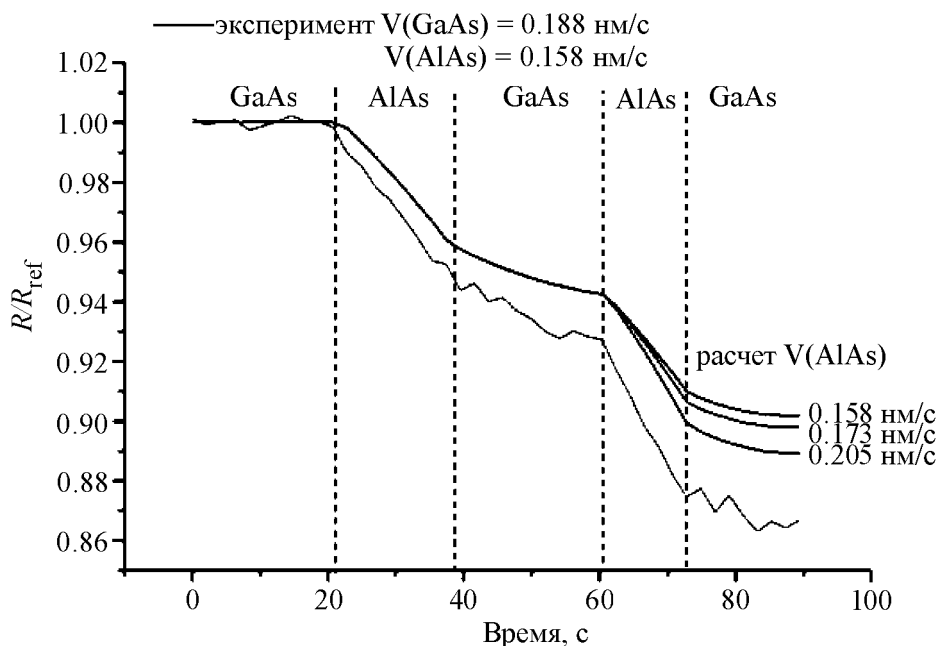


Рис. 1: Сигнал отражения ($\lambda = 500$ нм) в процессе выращивания активной области ГС РТД № 415 (нижняя кривая) и результаты компьютерного моделирования (семейство верхних кривых сдвинуто для ясности вправо; на левом интервале "AlAs" все кривые совпадают).

AlAs толщиной 300 нм, и составляла 0.158 нм/с, а скорость роста второго барьера варьировалась в сторону увеличения. Программа Analiz-R основана на моделях дисперсии и отражения для многослойных структур и использует широкую базу данных оптических констант для различных полупроводниковых соединений. Сравнение экспериментальных и расчётных данных показывает, что скорость роста второго барьера составляет около 0.2 нм/с, т.е. увеличилась на 27% по сравнению со скоростью роста первого барьера. Это изменение скорости роста мы связываем с переходным процессом в работе источника Al, возникающим в результате открывания заслонки при выращивании первого барьера AlAs. Реакция регулятора температуры источника Al, направленная на компенсацию увеличения теплоотдачи излучением из-за открывания заслонки, происходит с задержкой по времени и повышение тока нагревателя происходит при росте КЯ и второго барьера РТД. Т.к. программа роста структуры задавалась по времени в предположении неизменной скорости роста слоёв, получалось, что толщина второго барьера была приблизительно на два монослоя больше задаваемой в программе. Скорость роста КЯ также не соответствует полученной при калибровках. Это является

хорошей иллюстрацией того, что метод отражения, позволяющий измерять мгновенные скорости роста ультратонких слоёв толщиной в несколько монослоёв, является весьма востребованным в технологии таких чувствительных к размерам структур, как РТД.

Рост активной области РТД (слои 3–5, табл. 1) контролировался и методом АО. На рис. 2 видно, что на кривой временной зависимости сигнала АО на гетерограницах наблюдаются скачки, которые вызваны изменением анизотропии при смене элемента третьей группы в составе слоёв: Ga→Al→Ga. Гетерограницы GaAs/AlAs чётко разрешаются на кривых АО, несмотря на малую толщину слоёв активной области, составляющую единицы МС.

По наблюдениям картин ДБЭ реконструкция поверхности типа (2×4) оставалась неизменной при переходах GaAs→AlAs→GaAs. Т.к. симметрия поверхности от слоя к слою не менялась, наиболее вероятной причиной возникновения наблюдаемых скачков сигнала АО следует считать изменение состава на гетерограницах.

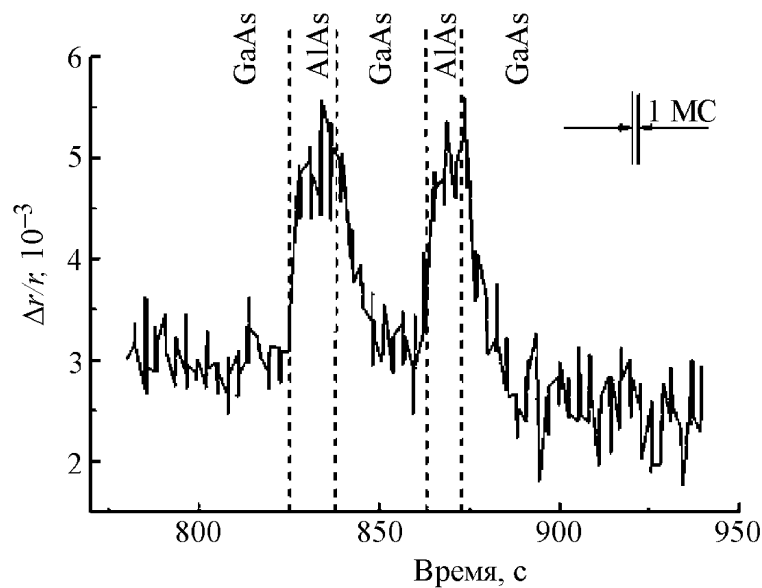


Рис. 2: Сигнал АО ($\lambda = 500$ нм) в процессе выращивания активной области РТД (табл. 1).

Как следует из рис. 2, скачок сигнала АО на прямых гетерограницах GaAs/AlAs происходил на толщине, равной 1–2 МС, что укладывается в представление об атомарно-гладкой поверхности раздела. Данные атомно-силовой микроскопии (рис. 3(а), (б)) также подтверждают, что поверхность слоёв GaAs в процессе выращивания гетероструктуры была атомарно-гладкой.

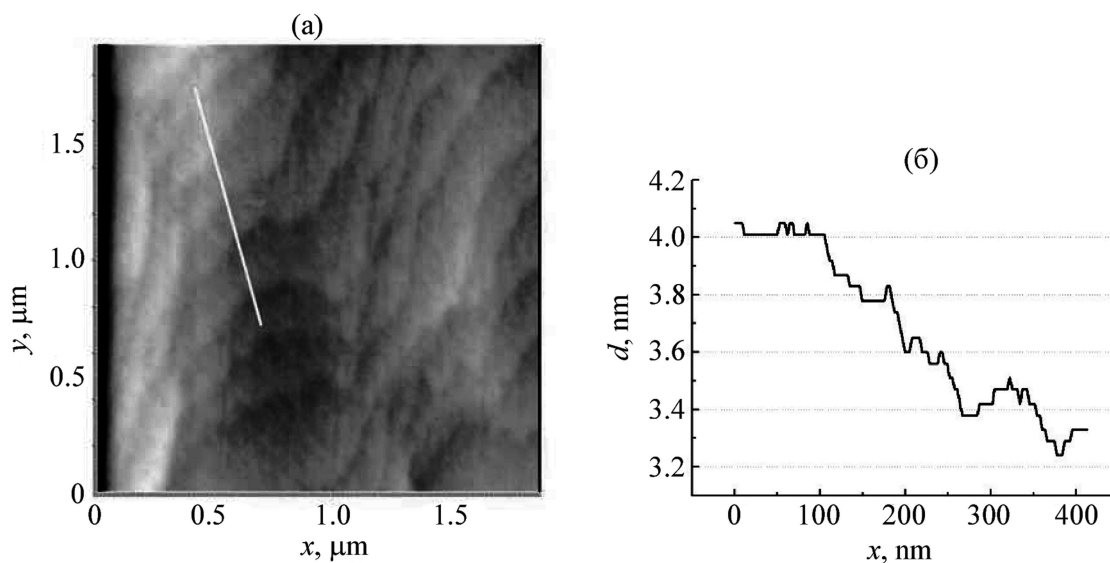


Рис. 3: Изображение монослойных ростовых ступеней на поверхности ГС РТД, полученное на атомно-силовом микроскопе (а) и профиль поверхности (б), полученный при сканировании вдоль показанной линии.

Спад сигнала АО на обратных гетерограницах AlAs/GaAs гораздо более пологий, что не удаётся объяснить только увеличением их шероховатости. Необходимо учитывать два обстоятельства. Во-первых, возникает так называемая поверхностная КЯ GaAs, заключенная между границей раздела “поверхность – вакуум” и барьером AlAs. Как показано в работе [6] состояния в КЯ модифицируются под воздействием деформации, возникающей в результате реконструкции поверхности [7], что даёт вклад в анизотропию. В более тонких поверхностных КЯ эта модификация проявляется сильнее, т.к. влияние поверхности возрастает. С увеличением толщины КЯ эффект ослабевает. Такое изменение анизотропии в процессе роста слоёв 4 и 6 (табл. 1) как раз и может происходить.

Во-вторых, сигнал АО во время роста слоя AlAs имеет составляющую от, по крайней мере, ещё одной гетерограницы GaAs/AlAs, т.к. расстояние между ними меньше глубины проникновения света, равной в GaAs примерно 100 нм при $\lambda = 500$ нм. Влияние этого фактора, по-видимому, не слишком велико, т.к. формы сигналов АО от первого и второго барьеров AlAs в целом достаточно схожи.

Следует подчеркнуть, что поверхностные КЯ мало исследовались методом АО. Эксперименты в основном проводились в статических условиях [6], когда рост структуры остановлен, а её температура снижена до комнатной. В единственной работе [8], кото-

рую удалось найти, исследовалось АО от поверхностной КЯ ямы AlAs/GaAs во время роста. В диапазоне энергий 2.4–2.6 эВ, что соответствует нашей длине волны $\lambda = 500$ нм, наблюдался примерно такой же затянутый спад сигнала (~ 7 МС) в процессе роста слоя КЯ GaAs, как и в наших экспериментах (~ 10 МС). Понятно, что по спаду сигнала АО резкость гетерограницы AlAs/GaAs можно будет оценить только после того, как вклад указанных выше факторов удастся вычленить [9].

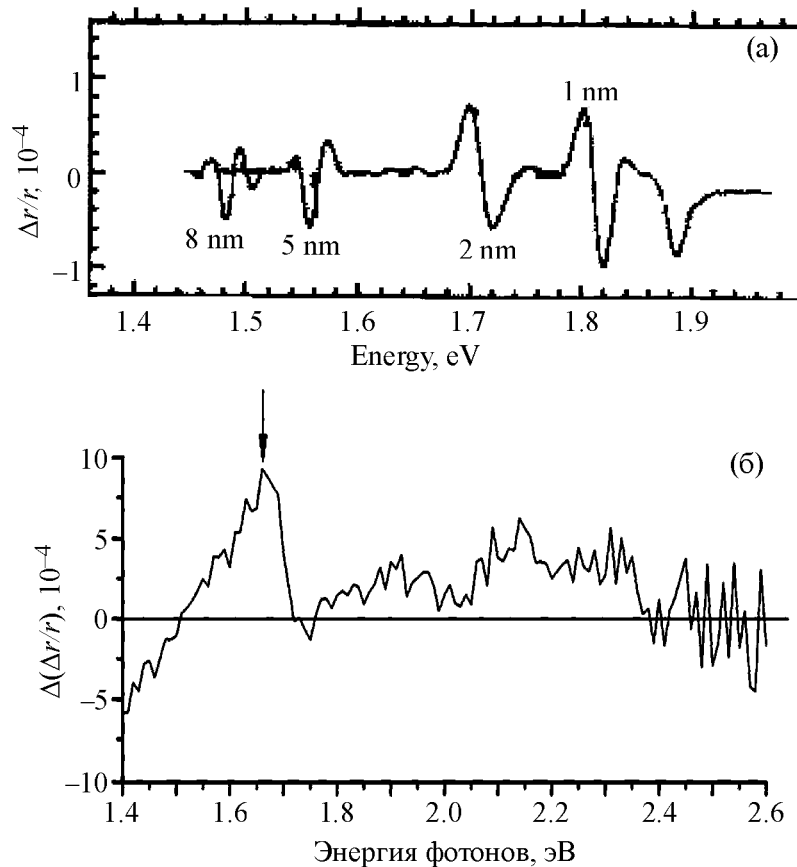


Рис. 4: Спектры анизотропного отражения ГС с одиночными КЯ на основе GaAs/Al_{0.3}Ga_{0.7}As различной ширины [10] (здесь r – сигнал отражения) (а) и разностный спектр АО, полученный нами в процессе выращивания РТД при $T = 600$ °С (б). Стрелкой отмечена особенность, возникшая в результате формирования активной области РТД.

Таким образом, можно заключить, что используемый метод оптического мониторинга позволяет регистрировать изменение состава на прямой гетерогранице GaAs/AlAs с разрешением по толщине около 1 МС. Причины уширения области изменения сигнала

АО при формировании обратной гетерограницы AlAs/GaAs в гетероструктурах типа РТД требуют дальнейшего изучения.

Как мы уже обсуждали, в структуре с КЯ анизотропия диэлектрической проницаемости на гетерогранице GaAs/AlAs со стороны КЯ не компенсируется анизотропией от гетерограницы “подложка GaAs/AlAs” из-за модификации состояний на гетерогранице в КЯ. Поэтому сформированная ГС с КЯ может проявлять оптическую анизотропию, причём зависящую от степени ограничения, т.е. от ширины КЯ. Такие исследования были проведены в работе [10]. Как видно из рис. 4(а) положение спектральных особенностей АО сдвигается по энергии в зависимости от ширины КЯ.

Амплитуда сигнала отражает величину анизотропии, которая, помимо причины, указанной выше, определяется ещё и разным строением прямой и обратной гетерограниц и их качеством. Таким образом спектры АО содержат важную информацию о структуре КЯ, что мы планируем использовать в дальнейшей разработке методики мониторинга процесса выращивания гетероструктур РТД.

Нами проведены предварительные эксперименты, в которых в процессе выращивания РТД снимались спектры АО (рис. 4(б)). Измерения проводились без остановки процесса МПЭ перед началом формирования активной области РТД (спектр 1) и сразу после её выращивания при температуре подложки 600 °С (спектр 2). На рис. 4(б) показан разностный спектр АО, полученный вычитанием спектра 2 из спектра 1. Видно, что в области 1.7 эВ на разностном спектре имеется особенность, которую можно трактовать как результат формирования активной области РТД. Такого рода спектры помогут сделать необходимые выводы о качестве получаемой ГС при наличии необходимой базы экспериментальных данных. Очень важно, что данная информация поступает непосредственно в ходе технологического процесса МПЭ. При отработке технологии выращивания можно вырастить на одной подложке много ГС РТД, просто заращая предыдущую ГС слоем GaAs, превышающим по толщине глубину проникновения зондирующего света.

Качество изготовленных из полученных ГС образцов РТД с мезами площадью 6×6 мкм² было достаточно высоким. При комнатной температуре они обладали хорошо выраженной N-образной ВАХ. Отношение “пик–долина” и плотность пикового тока достигали значений 3.3 и $6.6 \cdot 10^4$ А/см², соответственно [11], что вполне достаточно для практических применений и соответствует лучшим мировым достижениям для РТД на основе GaAs/AlAs.

Заключение. Показано, что методы отражения, и в особенности АО, могут эффективно применяться для *in situ* исследования и контроля процесса выращивания ГС с толщиной слоёв менее 10 МС таких, как, например, РТД. Методом АО зарегистрировано изменение состава слоёв на прямых гетерограницах GaAs/AlAs активной области РТД с разрешением по толщине ~ 1 МС непосредственно в процессе выращивания. Продемонстрирована возможность оценки качества активной области РТД после завершения её формирования методом сравнительной спектроскопии АО. По временным зависимостям сигнала НО определены реальные скорости роста слоёв активной области РТД.

Сообщение о результатах данной работы опубликовано в ежемесячном электронном бюллетене компании LayTec с важнейшими достижениями, полученными на аппаратуре производства LayTec [12], что свидетельствует о мировом уровне полученных результатов.

Работа выполнена в рамках ФЦП (ГК № 16.513.11.3079) и при поддержке РФФИ (гранты № 11-02-00432-а, 11-02-12133-офи-м).

Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] В. Л. Берковиц, Л. Ф. Иванцов, В. А. Киселёв, И. В. Макаренко, Письма в ЖЭТФ **41**(11), 453 (1985).
- [2] D. E. Aspnes, A. A. Studna, Phys. Rev. Lett. **54**, 1956 (1985).
- [3] *Optical Characterization of epitaxial semiconductor layers*, edited by G. Bauer and W. Richter (Heidelberg, Springer-Verlag, 1996).
- [4] J. P. Harbison, D. E. Aspnes, A. A. Studna, et al., Appl. Phys. Lett. **52**(24), 2046 (1988).
- [5] И. П. Казаков, М. А. Базалевский, В. В. Капаев, В. И. Цехош, Краткие сообщения по физике ФИАН **39**(10), 14 (2012).
- [6] L. F. Lastras-Martinez, D. Ronnow, P. V. Santos, et al., Phys. Rev. B **64**, 245303 (2001).
- [7] J. P. Silveira, F. Briones, J. Cryst. Growth **201/202**, 113 (1999).
- [8] D. E. Aspnes, J. P. Harbison, A. A. Studna, et al., J. Vac. Sci. Technol. B **6**(4), 1127 (1988).
- [9] O. Hunderli, J.-T. Zettler, K. Haberland, Thin solid films **472**(1-2), 261 (2005).
- [10] Ye Xiaoling, Y. Chen, Xu Bo, et al., Journal of Applied Physics **27**, 297 (2004).
- [11] И. П. Казаков, Е. В. Глазырин, С. А. Савинов и др., ФТП **44**(11), 1489 (2010).
- [12] Lay Tec, Newsletter No 75, March 2011 (Lay Tec, Berlin, 2011); www.laytec.de.

Поступила в редакцию 29 мая 2012 г.