

Растровая электронная микроскопия длинноволновых лазерных структур

© В.А. Соловьев, М.П. Михайлова, К.Д. Моисеев, М.В. Степанов, В.В. Шерстнев, Ю.П. Яковлев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Получена 3 марта 1998 г. Принята к печати 4 марта 1998 г.)

Сообщается о новых возможностях растровой электронной микроскопии для определения положения гетерограниц в длинноволновых лазерных структурах с использованием сигналов вторичных и отраженных электронов. Проведен анализ формирования указанных сигналов в структурах нового типа лазеров среднего инфракрасного диапазона на основе гетеропереходов II типа GaInAsSb/InGaAsSb, а также в традиционных гетероструктурах InAsSb/InAsSbP. Дано объяснение наблюдаемых особенностей формирования сигналов вторичных и отраженных электронов в этих структурах в сравнении с хорошо изученными структурами AlGaAs/GaAs. Полученные результаты необходимы для точного определения такого важного параметра лазеров, как положение p - n -перехода. Показано, что более предпочтительным является использование сигнала отраженных электронов.

Значительный интерес к диодным лазерам среднего инфракрасного (ИК) диапазона 3–5 мкм на основе узкозонных полупроводниковых соединений $A^{III}B^V$ обусловлен тем, что в данном спектральном диапазоне лежат полосы поглощения многих промышленных и природных газов. ИК лазеры, работающие при комнатной температуре, весьма важны для задач лазерной диодной спектроскопии, лазерной дальнометрии и экологического мониторинга [1]. Однако до настоящего времени максимальная рабочая температура традиционных диодных гетеролазеров на основе InAs и его твердых растворов не превышала в импульсном режиме 180–200 К, а для инжекционных лазеров на основе сверхрешетки GaInSb/InAs, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии, была достигнута температура 250 К [2,3]. В последние годы предлагаются также новые, нетрадиционные подходы к созданию лазеров среднего ИК диапазона с использованием гетеропереходов и квантово-размерных структур II типа на основе системы GaSb/InAs/AlSb. В таких структурах излучательная рекомбинация обусловлена главным образом непрямыми (туннельными) оптическими переходами на гетерогранице II типа и излучение возникает вблизи интерфейса [2–6]. Так, в работе [7] была предложена и реализована новая туннельно-инжекционная лазерная структура с разьединенным p - n -гетеропереходом II типа GaInAsSb/InGaAsSb в активной области, создания методом жидкофазной эпитаксии. Такая лазерная структура работала в импульсном режиме до $T = 205$ К. Таким образом, и традиционные и нетрадиционные длинноволновые лазеры на основе узкозонных соединений $A^{III}B^V$ к настоящему времени не могут работать при комнатной температуре. Исключение составляют лишь предложенные Капассо и др. так называемые квантово-каскадные униполярные лазеры [8]. Так, сообщалось о создании лазеров, работающих при комнатной температуре, для определенных длин волн 5.2 и 8 мкм [9]. Однако технология и конструкция таких лазеров достаточно сложна.

Дальнейшее улучшение характеристик инжекционных лазеров среднего ИК диапазона, выращенных методом жидкофазной эпитаксии (снижение порогового тока, повышение рабочей температуры), связано с созданием более совершенных многослойных лазерных структур с хорошим качеством гетерограниц и низкими токами утечки носителей. Это в свою очередь требует развития методов диагностики и, в частности, методов контроля параметров внутренней геометрии структуры (толщина эпитаксиальных слоев, резкость гетерограниц, положение p - n -перехода и др.). Последний из перечисленных параметров особенно важен, так как он оказывает значительное влияние на величину порогового тока в инжекционных гетеролазерах.

Широкое применение для исследования полупроводниковых лазеров, в том числе лазеров на основе субмикронных гетероструктур, получили методы растровой электронной микроскопии (РЭМ) [10]. Они обладают высоким пространственным разрешением и большой информативностью, благодаря возможности одновременной регистрации целого ряда сигналов: вторичных электронов, отраженных электронов, тока, индуцированного электронным зондом, микрокатодолюминесценции и др. [11]. Так, например, использование сигналов вторичных электронов или отраженных электронов позволяет идентифицировать слои с разным химическим составом, а также измерять их толщины. Путем компьютерного моделирования сигнала отраженных электронов предел измеряемой толщины слоя может быть снижен вплоть до нескольких нанометров [12]. Сигнал индуцированного тока эффективно используется для определения положения p - n -перехода в полупроводниковых структурах [13].

Попытка применения традиционных подходов растровой электронной микроскопии для исследования лазерных структур на основе узкозонных полупроводников GaSb, InAs и их твердых растворов наталкивается на ряд проблем. В частности, такие структуры имеют, как

правило, значительные токи утечки при температурах, близких к комнатной, что не позволяет в большинстве случаев регистрировать при данной температуре в них сигнал тока, индуцированного электронным зондом. Для преодоления этой проблемы нами было предложено в работе [14] проводить измерения при низких температурах, близких к температуре жидкого азота. Другая проблема заключается в следующем. В отличие от однородных p - n -структур, где достаточно знать глубину залегания p - n -перехода, т.е. его расстояние до поверхности, в случае многослойных гетероструктур важным становится точное определение положения p - n -перехода относительно определенных гетерограниц. С этой целью наиболее часто в РЭМ используется одновременная регистрация сигналов индуцированного тока и отраженных электронов (либо сигналов индуцированного тока и вторичных электронов). При этом для правильной интерпретации получаемых в эксперименте профилей того или иного сигнала необходимо изучить процесс формирования этих сигналов для исследуемой гетероструктуры. Формирование сигнала отраженных электронов для гетероструктур AlGaAs/GaAs, широко применяемых в оптоэлектронике, было подробно исследовано в работах [12,15]. Что касается гетероструктур на основе узкозонных полупроводников в системе GaSb/InAs, то нам неизвестны работы, в которых были бы проведены аналогичные исследования. Как будет показано далее, задача идентификации и точного определения положения гетерограниц в таких структурах с использованием РЭМ не является тривиальной.

Таким образом, целью данной работы являлось исследование особенностей формирования сигналов вторичных и отраженных электронов в лазерных структурах как новых на основе гетеропереходов II типа GaInAsSb/InGaAsSb, так и в традиционных двойных гетероструктурах InAsSb/InAsSbP, тем более что именно эти сигналы используются также для измерения толщин слоев с разным химическим составом.

Образцы и методика измерений

Были исследованы гетероструктуры на основе четверных твердых растворов $\text{Ga}_{0.83}\text{In}_{0.17}\text{As}_{0.22}\text{Sb}_{0.78}$ и $\text{Ga}_{0.17}\text{In}_{0.83}\text{As}_{0.8}\text{Sb}_{0.2}$, близких по составу к GaSb и InAs соответственно, (структуры типа А), а также двойные гетероструктуры на основе твердых растворов $\text{InAsSb}_{0.15}\text{P}_{0.30}$ и $\text{InAsSb}_{0.04}$ (структуры типа Б). Все структуры были выращены методом жидкофазной эпитаксии на подложках InAs (100). Часть структур типа А содержала дополнительно в качестве первого покрывающего слоя твердый раствор $\text{InAsSb}_{0.12}\text{P}_{0.26}$.

Линейные профили сигналов вторичных и отраженных электронов измерялись путем сканирования электронного зонда по плоскости скола исследуемого образца в направлении, перпендикулярном эпитаксиальным слоям. Особенности формирования сигналов вторичных

и отраженных электронов изучались на свежесколотых структурах до нанесения на них контактов, причем для этого выбирались близкие к кристаллографическим сколы с минимальным количеством дефектов. Эксперименты проводились на автоматизированной установке, созданной на базе растрового электронного микроскопа CamScan Series 4-88 DV100. Ускоряющее напряжение в наших экспериментах выбиралось $U = 10-15$ кВ, ток зонда $I_b = (1-5) \cdot 10^{-10}$ А. Повышение отношения сигнал/шум достигалось путем аналоговой фильтрации регистрируемых сигналов, а также за счет многократного (20-100) линейного сканирования электронного зонда вдоль выбранного участка образца с последующим усреднением данных.

Формирование сигналов вторичных и отраженных электронов

Структуры типа А (на основе гетеропереходов $\text{Ga}_{0.83}\text{InAsSb}_{0.78}/\text{Ga}_{0.17}\text{InAsSb}_{0.2}$).

Особенностью этого типа структур является то, что средние атомные номера (Z) для соседних эпитаксиальных слоев отличаются незначительно (для соединений GaSb и InAs они просто совпадают). Как известно, для отдельных химических элементов величина выхода отраженных электронов пропорциональна именно значению Z [11]. Таким образом, контраст между эпитаксиальными слоями с разным составом в режиме отраженных электронов должен отсутствовать. Однако экспериментально наблюдается контраст как в режиме вторичных электронов, так и в режиме отраженных электронов (рис. 1).

Было установлено, что контраст в режиме вторичных электронов не является стабильным. При однократном сканировании предварительно необлученного участка наблюдается сильный контраст, противоположный по знаку контрасту в режиме отраженных электронов (ср. кривые 1 и 2 на рис. 2). При многократном сканировании он уменьшается, изменяется по знаку и становится похожим на контраст в режиме отраженных электронов (рис. 2, кривая 3).

Такое поведение объясняется образованием контаминационной пленки на поверхности скола при облучении его электронным пучком [11]. По мере роста этой пленки теряется различие для слоев с разным составом в величине выхода собственно вторичных электронов, т.е. образуемых в процессе рассеяния первичных электронов. Такие вторичные электроны выходят из тонкой (~ 10 нм) приповерхностной области и их количество в облученной структуре будет определяться в основном материалом контаминационной пленки, а не эпитаксиальных слоев. Таким образом, на облученном участке увеличивается доля вторичных электронов, создаваемых отраженными электронами [11], и связанный с ними контраст.

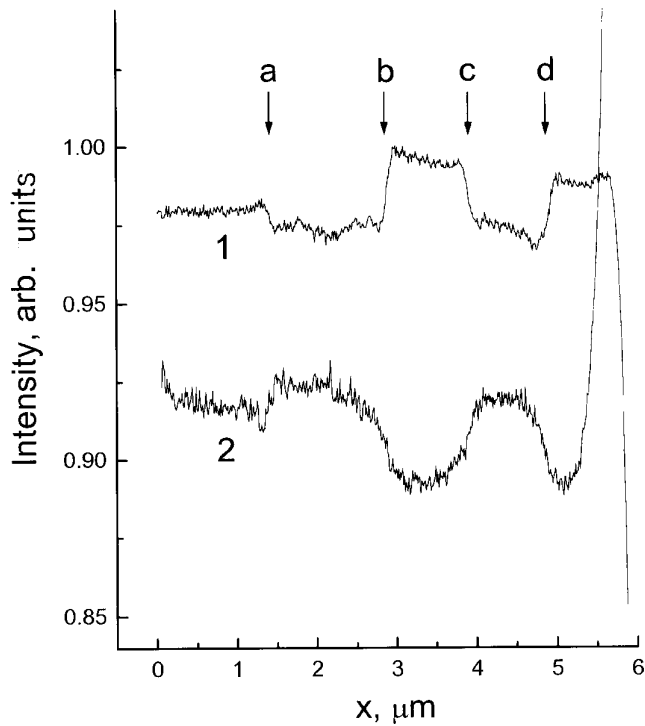


Рис. 1. Линейные профили сигналов отраженных (1) и вторичных (2) электронов для структуры МК-539 (типа А). Буквами отмечены гетеропереходы: *a* — InAs(подложка)/Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}; *b, d* — Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}/Ga_{0,17}InAsSb_{0,2}; *c* — Ga_{0,17}InAsSb_{0,2}/Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}.

В режиме вторичных электронов наблюдается также так называемый вольт-контраст, обусловленный наличием в структуре областей с различным типом легирования (переход *f* на рис. 2). Этот контраст можно использовать с целью определения положения *p-n*-перехода, однако лишь в том случае, если *p-n*-переход удален от гетерограниц на расстоянии ~ 0.5 мкм и более. В противном случае вольт-контраст сильно искажается и может исчезнуть совсем под влиянием контраста, связанного с изменением химического состава на гетерогранице. Например, в структуре, приведенной на рис. 1 (переход *d*), *p-n*-переход совпадает с гетеропереходом и вольт-контраст оказывается подавленным.

В отличие от режима вторичных электронов профиль сигнала в режиме отраженных электронов практически не изменяется при повторном сканировании скола исследуемой структуры. Как видно из рис. 1 и 2, коэффициент выхода отраженных электронов для слоев, близких по составу к InAs, больше по сравнению с коэффициентом выхода отраженных электронов для слоев, близких по составу к GaSb. При этом сигнал отраженных электронов изменяется немонотонно при сканировании данного типа гетеропереходов. Линейные профили отраженных электронов, аналогично случаю для гетеропереходов AlGaAs/GaAs [12], имеют максимум и минимум интенсивности по разные стороны от границы раздела, хотя

и менее выраженные. Наблюдаемая особенность обусловлена эффектом анизотропии энергетического спектра отраженных электронов на гетеропереходе. Этот эффект возникает в результате того, что вблизи гетероперехода часть отраженных электронов, созданных в материале с одним значением *Z*, движется к поверхности через соседний материал, отличающийся величиной *Z* и, соответственно, тормозной способностью для электронов. Для резкого гетероперехода координата максимума производной сигнала отраженных электронов соответствует положению этого гетероперехода (под резким гетеропереходом мы подразумеваем гетеропереход с шириной переходной области много меньшей диаметра электронного пучка, т.е. меньше 10 нм [15]).

Итак, режим отраженных электронов более предпочтительно использовать для точного определения положения гетерограниц в структурах типа А. Он является более стабильным по сравнению с режимом вторичных электронов, более прост в интерпретации и дает более резкие перепады интенсивности на границах раздела (ср. профили вторичных и отраженных электронов для гетеропереходов *a, b, c, d* на рис. 1 и для *c, d, e* на рис. 2). Следует отметить, что величина контраста отраженных электронов в исследованных структурах достаточно мала и не превышает 1.5 отн.%. Для сравнения, в структурах

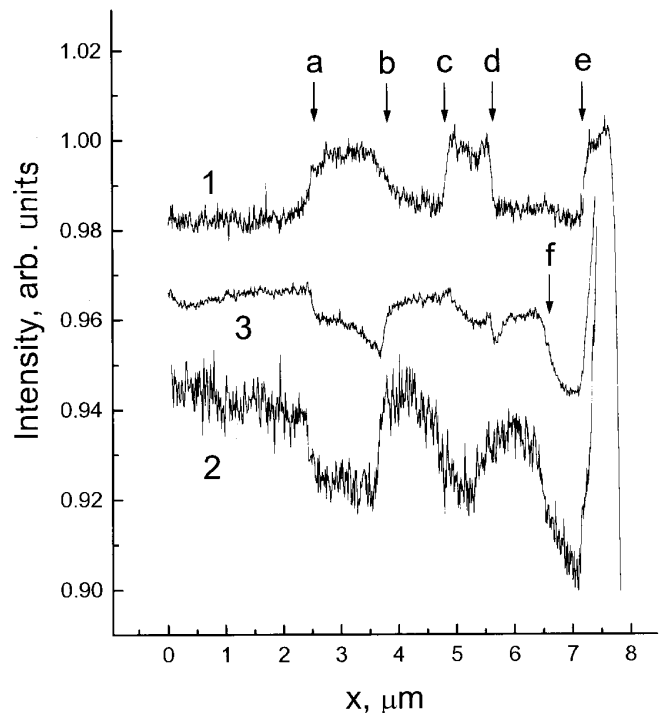


Рис. 2. Линейные профили сигналов отраженных (1) и вторичных (2, 3) электронов, полученных при однократном (2) и пятидесятикратном (3) сканировании, для структуры МК-542 (типа А). Буквами отмечены гетеропереходы: *a* — InAs (подложка)/InAsSb_{0,12}P_{0,26}; *b* — InAsSb_{0,12}P_{0,26}/Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}; *c, e* — Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}/Ga_{0,17}InAsSb_{0,2}; *d* — Ga_{0,17}InAsSb_{0,2}/Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}; *f* — *p*-Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}/*n*-Ga_{0,83}InAsSb_{0,78}.

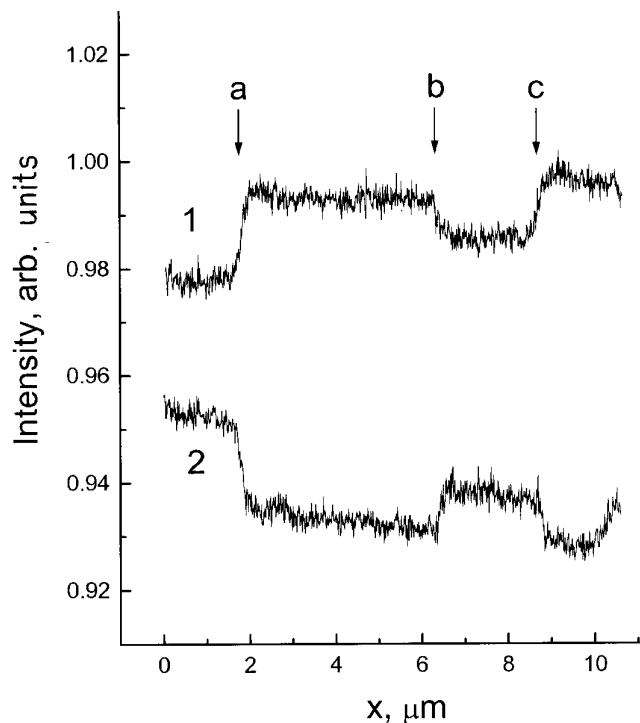


Рис. 3. Линейные профили сигналов отраженных (1) и вторичных (2) электронов для структуры S202 (типа Б). Буквами отмечены гетеропереходы: *a* — InAs (подложка)/InAsSb_{0.15}P_{0.30}; *b* — InAsSb_{0.15}P_{0.30}/InAsSb_{0.04}; *c* — InAsSb_{0.04}/InAsSb_{0.15}P_{0.30}.

Al_{0.4}Ga_{0.6}As/GaAs эта величина равна 5 отн.%. Таким образом, существенно возрастают требования к качеству поверхности скола. Для исключения артефактов и точного определения положения гетерограниц исследования должны проводиться на свежих качественных сколах, которые должны быть близкими к идеальной кристаллографической плоскости и не содержать дефектов.

Структуры типа Б (на основе гетеропереходов InAsSb_{0.15}P_{0.3}/InAsSb_{0.04}).

В структурах типа Б различие средних атомных номеров для соседних эпитаксиальных слоев также невелико, что обуславливает слабый контраст в режиме отраженных электронов (менее 1.5 отн.%). Так же как и для структур типа А, контраст в режиме вторичных электронов для структур типа Б не постоянен, а при однократном сканировании противоположен по знаку контрасту, наблюдаемому в режиме отраженных электронов (рис. 3). Коэффициент выхода отраженных электронов для слоев InAsSbP больше, чем для InAs или InAsSb. Однако профиль сигнала отраженных электронов, получаемый на резких гетеропереходах InAsSbP/InAsSb (или InAsSbP/InAs), значительно отличается от профилей отраженных электронов для системы GaInAsSb/InGaAsSb (рис. 1), а также для системы AlGaAs/GaAs [15], и имеет вид зигзагообразной кривой (рис. 4).

Для объяснения наблюдаемых особенностей проведем сравнительный анализ формирования сигнала отраженных электронов для упомянутых выше систем. В случае, когда электронный пучок приближается к гетеропереходу AlGaAs/GaAs со стороны GaAs (имеющего больший по сравнению с AlGaAs средний атомный номер и, соответственно, больший коэффициент выхода отраженных электронов), интенсивность сигнала отраженных электронов возрастает. Это происходит в результате того, что часть отраженных электронов, созданных в GaAs, движется к поверхности через AlGaAs, скорость потерь энергии электронов в котором меньше, чем в GaAs, а сигнал детектора определяется не только количеством отраженных электронов, но и их энергией [15].

Для системы InAsSbP/InAsSb в ситуации, аналогичной рассмотренной выше, картина прямо противоположна. При движении электронного зонда по слою твердого раствора InAsSbP, коэффициент выхода отраженных электронов в котором больше, чем в InAsSb, вначале наблюдается плавный спад сигнала отраженных электронов по мере приближения зонда к границе раздела (левая часть профиля отраженных электронов на рис. 4). Этот факт свидетельствует о том, что скорость потерь энергии электронами в InAsSb больше, чем в InAsSbP. Непосредственно вблизи гетероперехода имеется участок резкого возрастания сигнала отраженных электронов (он отмечен стрелками на рис. 4), который соответствует прохождению электронного пучка, имеющего гауссовый профиль распределения по сечению и характеризующийся

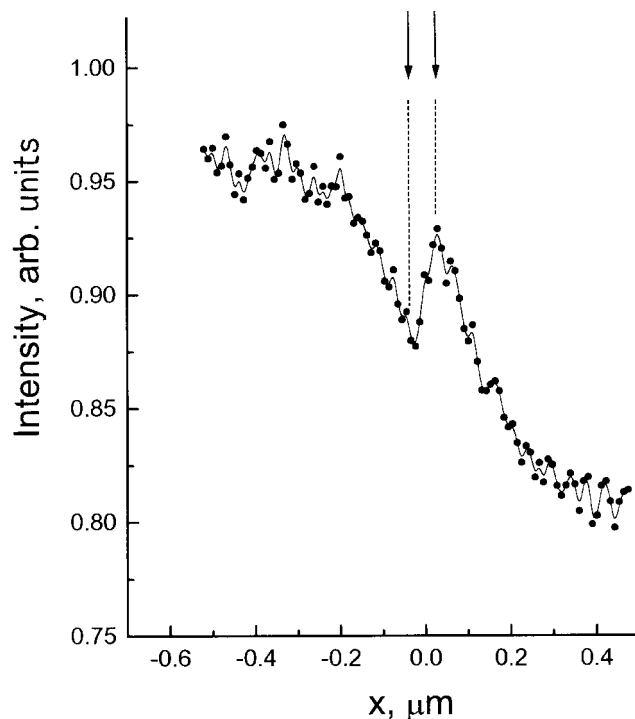


Рис. 4. Линейный профиль сигнала отраженных электронов вблизи гетероперехода InAsSb_{0.15}P_{0.30}/InAsSb_{0.04}, отмеченного буквой *b* на рис. 3.

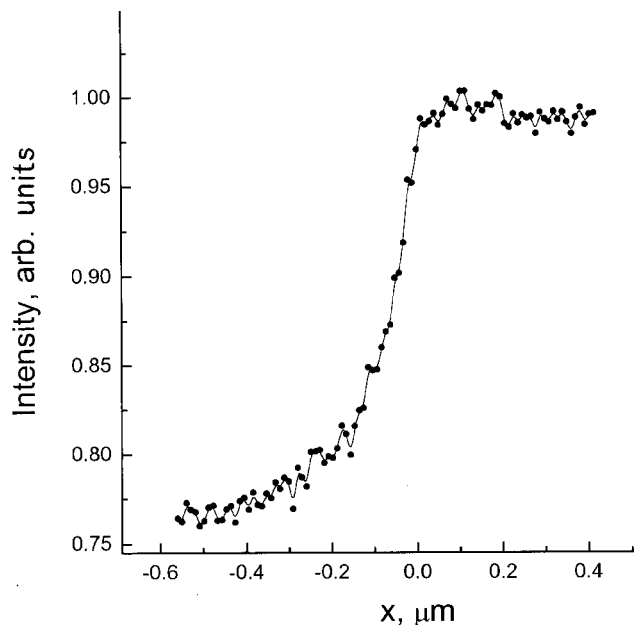


Рис. 5. Линейный профиль сигнала отраженных электронов вблизи гетероперехода InAs (подложка)/InAsSb_{0.15}P_{0.30}, отмеченного буквой *a* на рис. 3.

диаметром зонда $\sim 30\text{--}40$ нм для используемых в экспериментах токов $I_b = (1\text{--}5) \cdot 10^{-10}$ А, через границу раздела. Как известно, весь поток отраженных электронов состоит из истинно отраженных электронов, которые образуются в результате прямого рассеяния первичных электронов в непосредственной близости от точки падения электронного пучка, и отраженных электронов, выход которых определяется процессами многократного рассеяния, а область генерации составляет ~ 1 мкм [12]. Следовательно, наблюдаемый в сигнале отраженных электронов скачок на гетеропереходе свидетельствует об увеличении количества истинно отраженных электронов при переходе от слоя InAsSbP к слою InAsSb. Таким образом, несмотря на то что величина полного выхода отраженных электронов в InAsSbP больше, чем в InAsSb, доля истинно отраженных электронов в полном потоке отраженных электронов меньше по сравнению с InAsSb. Разумеется, все рассуждения и выводы справедливы и для гетеропереходов InAsSbP/InAs.

Следует отметить, что зигзагообразный вид профиля отраженных электронов со скачком на гетеропереходе характерен для достаточно резких границ раздела (с шириной переходной области менее 10 нм). Чем менее резкий гетеропереход, тем меньше и положе наблюдаемый в сигнале отраженных электронов скачок. Для плавных (диффузионных) гетеропереходов с шириной переходной области более 100 нм он вообще отсутствует (рис. 5).

В работе [16] сигнал отраженных электронов использовался для восстановления профилей асимметричных диффузионных гетеропереходов CdHgTe/CdTe. В этой работе было показано, что эффекты дисторсии аналогич-

ные наблюдаемым в AlGaAs/GaAs (в виде минимумов и максимумов сигнала отраженных электронов вблизи гетерограницы), исчезают со стороны слоя, имеющего диффузионный профиль по составу. Основываясь на этих результатах, можно утверждать, что гетеропереход на рис. 5 является также асимметричным, причем диффузионный профиль находится со стороны слоя InAsSbP.

Заключение

Таким образом, в данной работе были рассмотрены возможности использования растровой электронной микроскопии в режиме сигналов вторичных и отраженных электронов с целью решения задачи определения положения гетерограниц в длинноволновых лазерных структурах. Проведен анализ формирования указанных сигналов в структурах нового типа лазеров среднего ИК диапазона на основе гетеропереходов II типа GaInAsSb/InGaAsSb, а также в традиционных гетероструктурах InAsSb/InAsSbP. Дано объяснение наблюдаемых особенностей формирования сигналов вторичных и отраженных электронов в этих структурах в сравнении с хорошо изученными структурами AlGaAs/GaAs. Показано, что более предпочтительным является использование сигнала отраженных электронов.

Работа выполнена при частичной поддержке Министерства науки России в рамках программы "Физика твердотельных наноструктур", проект № 96-1010, Российского фонда фундаментальных исследований, проект № 96-02-17841а, а также программой ЕС INCO contract IC15-CT97-0802.

Список литературы

- [1] Т.Н. Данилова, О.Г. Ершов, А.Н. Именков, М.В. Степанов, В.В. Шерстнев, Ю.П. Яковлев. ФТП, **30**, 1265 (1995).
- [2] H.K. Choi, G.W. Turner, Z.L. Liao. Appl. Phys. Lett., **65**, 2251 (1995).
- [3] D.H. Show, R.H. Miles, T.C. Hasenberg, A.R. Cost, Y.-H. Zang, H.L. Dunlap, L. Wwst. Appl. Phys. Lett., **64**, 3700 (1995).
- [4] J. Faist, F. Capasso, C. Sirtori, D.L. Sivco, J.N. Baillargeon, A.L. Hutchinson, S.N.G. Chu, A.J. Cho. Appl. Phys. Lett., **68**, 3680 (1996).
- [5] A.I. Nadezhdinski, A.M. Prokhorov. Proc. SPIE, **1724**, 2 (1992).
- [6] К.Д. Моисеев, М.П. Михайлова, О.Г. Ершов, Ю.П. Яковлев. ФТП, **30**, 399 (1996).
- [7] К.Д. Моисеев, М.П. Михайлова, О.Г. Ершов, Ю.П. Яковлев. Письма ЖТФ, **23**(2), 55 (1997).
- [8] J. Faist, F. Capasso, D.L. Sivco, C. Sirtori, A. Hutchinson, A. Cho. Science, **264**, 553 (1994).
- [9] J. Faist, C. Sirtori, F. Capasso, D.L. Sivco, J. Baillargeon, A. Hutchinson, S.-N. Chu, A. Cho. CLEO-96, Anaheim, California, June 2-7, 1996, CPD9-2.
- [10] С.Г. Конников. В кн.: Полупроводниковые гетероструктуры, под ред. Ж.И. Алферова (М., Мир, 1989).

- [11] Дж. Гоулдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин, Д. Джой, Ч. Фиори, Э. Лифшин. *Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ* (М., Мир, 1984), кн. 1.
- [12] В.А. Соловьев, С.А. Соловьев, В.Е. Уманский. *Изв. АН СССР. Сер. физ.*, **54**, 232 (1990).
- [13] С.Г. Конников, В.А. Соловьев, В.Е. Уманский, А.А. Хусаинов, В.М. Чистяков, И.Н. Ясневич. *ФТП*, **21**, 1648 (1987).
- [14] В.А. Соловьев, М.В. Степанов, В.В. Шерстнев, Ю.П. Яковлев. *Письма ЖТФ*, **23**(3), 233 (1997).
- [15] Л.А. Бакалейников, С.Г. Конников, В.А. Соловьев, В.Е. Уманский. *Изв. АН СССР. Сер. физ.*, **51**, 458 (1987).
- [16] A. Konkol, P.R. Wilshow, G.R. Booker. *Ultramicroscopy*, **55**, 183 (1994).

Редактор В.В. Чалдышев

Scanning electron microscopy of the long wavelength laser structures

V.A. Solov'ev, M.P. Mikhailova, K.D. Moiseev,
M.V. Stepanov, V.V. Sherstnev, Yu.P. Yakovlev

A.F. Ioffe Physicotechnical Institute,
Russian Academy of Sciences,
194021 St.Petersburg, Russia

Abstract We report on new possibilities of measuring heteroboundary location by scanning electron microscopy in long wavelength laser structures, using the secondary electron and backscattered electron modes. An analysis of the above mentioned signal generation has been carried out both for new mid-infrared lasers based on type II broken-gap GaInAsSb/InGaAsSb heterojunctions and for conventional InAsSb/InAsSbP structures. The explanation of features peculiar to secondary electron and backscattered electron signal generation in these structures is given by comparison against previously studied AlGaAs/GaAs structures. The results obtained are necessary for precise measuring such important laser parameter as the $p-n$ junction location. We also demonstrated the preference of using backscattered electron mode.

E-mail: vasol@beam.ioffe.rssi.ru (Dr. V.Solov'ev)