

# Исследование ультратонких слоев $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ методом эллипсометрии

© М.В. Сухорукова<sup>¶</sup>, И.А. Скороходова, В.П. Хвостиков\*

Санкт-Петербургский государственный институт точной механики и оптики (Технический университет),  
197101 Санкт-Петербург, Россия

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

(Получена 8 апреля 1999 г. Принята к печати 20 апреля 1999 г.)

Предложена экспресс-методика контроля тонкослойных полупроводниковых структур методом эллипсометрии. Приведены результаты исследования распределения толщины и состава в слоях  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ , выращенных методом низкотемпературной жидкофазной эпитаксии. Данные эллипсометрии сравниваются с данными, полученными с помощью спектров комбинационного рассеяния

Использование гетероструктур (ГС) с ультратонкими ( $50 \div 500 \text{ \AA}$ ) слоями позволяет значительно улучшить основные характеристики целого класса полупроводниковых приборов: лазеров, фотоприемников, транзисторов и т. п. Немаловажной задачей при разработке и совершенствовании технологий выращивания подобных структур является развитие соответствующих способов контроля параметров кристаллизуемых слоев. Одним из эффективных методов исследования различных тонкослойных структур является эллипсометрия [1], обеспечивающая высокую чувствительность при бесконтактном неразрушающем характере измерений.

В данной работе предложена экспресс-методика для исследования особенностей роста квантово-размерных слоев  $\text{AlGaAs}$  методом эллипсометрии, позволяющая быстро получать наглядные диаграммы распределения контролируемых параметров (толщина, состав твердого раствора  $\text{AlGaAs}$ ) по площади образца.

Эллипсометрические исследования проводились на длине волны излучения  $\lambda = 632.8 \text{ нм}$  при угле падения излучения  $\varphi = 70^\circ$  на автоматизированном эллипсометре Rudolf Research Auto EL-III и автоматизированном Стокс-эллипсометре, созданном в Институте точной механики и оптики (ИТМО) на базе серийного ручного эллипсометра ЛЭФ-3М-1. Значение угла  $\varphi = 70^\circ$  выбирали исходя из соображений близости к значению псевдоугла Брюстера  $\varphi_B$  для  $\text{AlGaAs}$  ( $\varphi < \varphi_B$ ) с целью получения высокой чувствительности измерений [2].

Образцы представляли собой выращенные методом низкотемпературной жидкофазной эпитаксии (при температурах  $T_g = 580 \div 620^\circ\text{C}$ ) на подложках GaAs (концентрация электронов  $n \sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ) с ориентацией  $\langle 100 \rangle$  размером  $20 \times 32 \text{ мм}^2$  слои  $n\text{-GaAs}$  и  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  с различным составом ( $x > 0.7$ ) и толщиной ( $d_x = 250 \div 750 \text{ \AA}$ ). Слой  $n\text{-GaAs}$  (толщиной  $d \simeq 5 \div 7 \text{ мкм}$ ) выращивался на подложке GaAs(Sn) в качестве буферного слоя перед кристаллизацией твердого раствора  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ . Время роста слоев  $\text{AlGaAs}$  ( $\tau$ ) варьировалось в пределах от 0.5 до 60 с. Все структуры выращивались в кассете "поршневого" типа. Толщина

слоя  $n\text{-GaAs}$  представляет собой величину, существенно большую, чем глубина проникновения излучения ультрафиолетового и видимого диапазонов, поэтому для  $\lambda = 632.8 \text{ нм}$  его можно считать полубесконечной подложкой.

При данной технологии получения образцов на границе слоев GaAs и  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  возникает градиент состава (переходный слой). Это подтверждают профили распределения AlAs по толщине ГС для ряда образцов, приведенные на рис. 1. Методика их определения состояла в анализе спектров комбинационного рассеяния (КР) при послойном стравливании [3]. Для послойного прецизионного уменьшения толщины образца применялось анодное окисление, при этом приповерхностная часть ГС переводится в окисел, толщина которого пропорциональна приложенному анодному напряжению. Затем окисел стравливается химическим путем. После каждого такого удаления слоя  $\text{AlGaAs}$  ( $50 \div 100 \text{ \AA}$  за один шаг) снимался спектр КР света, из анализа которого определялся состав данного твердого раствора. Спектры КР регистрировались на автоматическом спектрометре ДФС-52 при возбуждении линией аргонового лазера (2.41 эВ).

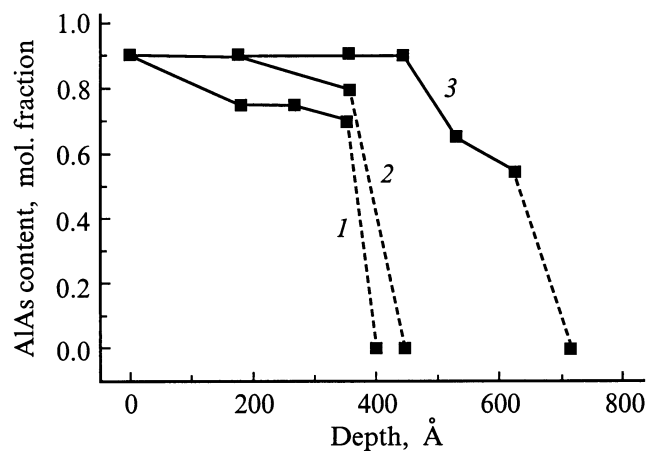
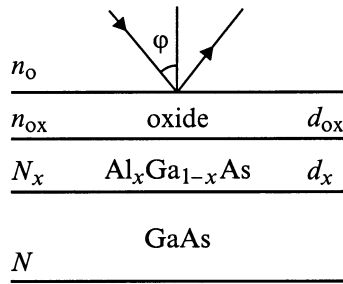


Рис. 1. Профили распределения AlAs по толщине гетероструктуры по данным КР. 1 — образец 5 ( $\tau = 60 \text{ с}$ ), 2 — образец 2 ( $\tau = 2 \text{ с}$ ), 3 — образец 6 ( $\tau = 4 \text{ с}$ ),  $\tau$  — время кристаллизации твердого раствора.

<sup>¶</sup> E-mail: ms@mail.wpl.us.net



**Рис. 2.** Модельная структура "подложка GaAs–слой твердого раствора  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ –слой окисла–внешняя среда".

Структуры AlGaAs с большим содержанием Al, находящиеся в условиях реальной атмосферы, подвергаются быстрому неконтролируемому окислению поверхностного слоя. Поэтому при моделировании таких систем необходим учет естественного окисла. Естественный окисел на поверхности AlGaAs представляет собой смесь из  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{As}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ , оптические свойства которых полностью не изучены. По этой причине при рассмотрении ограничиваются лишь  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , а переход "слой AlGaAs–внешняя среда" может быть описан четырехфазной моделью: "слой AlGaAs–смешанный слой ( $\text{AlGaAs} + \text{Al}_2\text{O}_3$ )– $\text{Al}_2\text{O}_3$ –внешняя среда" [4]. В данном случае мы остаемся в рамках модели с резким переходом, поскольку при исследовании толщины и состава слоев AlGaAs для нас интерес представляет прежде всего изменение (градиент) этих величин в плоскости образца, так как необходимым условием получения приборов с хорошими характеристиками является неизменность, однородность исследуемых параметров в плоскости выращенных ГС. Сами значения толщин и химический состав, найденные в рамках модели с резкими переходами между слоями, хорошо соответствуют ожидаемым для данных технологических условий выращивания.

Таким образом, в рамках поставленной задачи структуры GaAs– $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  могут удовлетворительно описываться с использованием "2-слойной" модели для эпитаксиального слоя твердого раствора "подложка–слой твердого раствора–слой естественного окисла–внешняя среда" с резкими границами без учета переходных слоев на поверхности структуры и на границе с подложкой (рис. 2).

Для предложенной модели функциональную зависимость эллипсометрических углов  $\Psi$  и  $\Delta$  от условий эксперимента ( $\lambda$ ,  $\varphi$ ) и параметров системы можно записать в виде

$$\text{tg } \Psi \exp(i\Delta) \equiv \rho(N_0, N_{\text{ox}}, N_x, N, d_{\text{ox}}, d_x, \lambda, \varphi). \quad (1)$$

В общем случае, считая известным показатель преломления среды  $n_0$ , мы имеем семь неизвестных параметров — показатель преломления окисла  $n_{\text{ox}}$ , толщина окисла  $d_{\text{ox}}$ , комплексный показатель преломления твердого раствора  $N_x = n_x - ik_x$ , его толщина  $d_x$ , комплексный показатель преломления подложки  $N = n - ik$ .

При решении задачи контроля параметров слоев твердого раствора делался выбор начальных приближений для неизвестных параметров системы путем анализа данных из различных литературных источников. Существующие на сегодняшний день в научных публикациях данные экспериментальных значений комплексного показателя преломления для GaAs и  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  с различным составом имеют довольно значительный разброс [4–8]. Он вряд ли обусловлен особенностями самого материала, а связан, скорее всего, с ошибками при моделировании поверхности измеряемых образцов. Основная трудность заключается в правильном учете естественного окисла. В связи с этим результаты работы [4], где  $n$ ,  $k$  для GaAs и  $n_x$ ,  $k_x$  для  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  различного состава измерены в широком спектральном диапазоне на тщательно очищенной поверхности, представляются наиболее достоверными. Для GaAs на длине волны  $\lambda = 632.8$  нм  $n = 3.856$ ,  $k = 0.198$ , что и было использовано в дальнейших расчетах.

Особое внимание в настоящем исследовании было уделено влиянию естественного окисла, так как ошибки в определении параметров окисла приводят к существенным ошибкам в определении параметров слоя, лежащего под ним. Для оценки параметров окисла были проведены предварительные измерения и расчеты, которые позволили установить, что для данной технологии изготовления образцов толщина естественного окисла  $d_{\text{ox}}$  лежит в пределах  $5 \div 60$  Å. Как показали расчеты, в данном диапазоне толщин окисла неоднозначность показателя преломления окисла  $n_{\text{ox}}$  в пределах  $1.6 \div 2.2$  практически не влияет на зависимость эллипсометрических углов от параметров исследуемого слоя, так что можно не стремиться к точному значению  $n_{\text{ox}}$  и принять  $n_{\text{ox}} = 1.8$ .

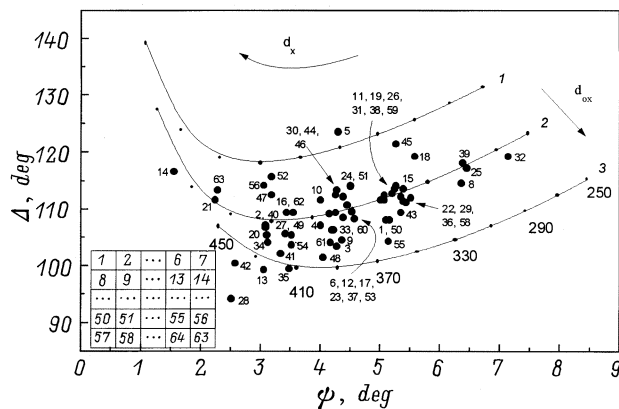
На основе выбранных "2-слойной" модели и начальных приближений рассчитывались номограммы в  $\Psi$ – $\Delta$ -плоскости (прямая задача эллипсометрии), на которые наносились экспериментально найденные значения углов  $\Psi$  и  $\Delta$ . По совпадению экспериментальных точек и линий расчетной  $\Psi$ – $\Delta$ -номограммы для различных углов падения можно сделать выводы о корректности модели и начальных приближений.

Таким образом, задача контроля параметров "2-слойной" модели может быть сведена к экспресс-методике с применением  $\Psi$ – $\Delta$ -номограммы, связывающей два параметра системы, именно  $d_{\text{ox}}$ ,  $d_x$  — при контроле распределения толщины твердого раствора  $d_x$  или  $x$ ,  $d_x$  — при контроле однородности химического состава, т.е.  $x$ , (при фиксированных остальных параметрах) с углами  $\Psi$  и  $\Delta$ :

$$\text{tg } \Psi \exp(i\Delta) \sim f(d_x, d_{\text{ox}}) \quad \text{при фиксированной} \\ \text{величине } x, \quad (2)$$

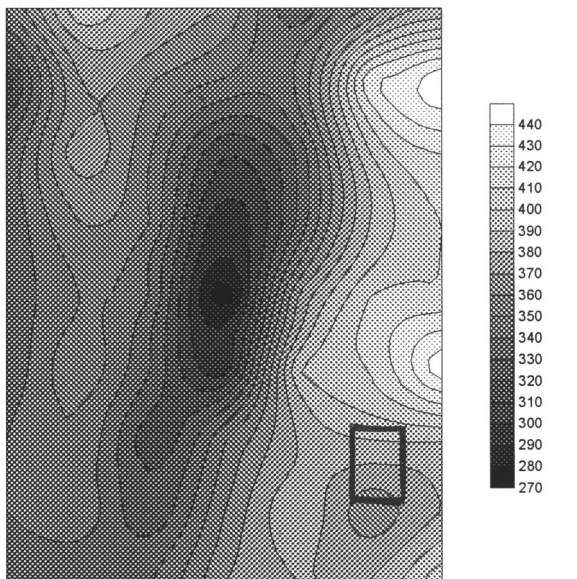
$$\text{tg } \Psi \exp(i\Delta) \sim f(x, d_x) \quad \text{при фиксированной} \\ \text{величине } d_{\text{ox}}. \quad (3)$$

Поскольку нас интересует планарность, т.е. относительное распределение толщины и состава в плоскости слоя, такое поочередное фиксирование одного из параметров вполне допустимо. С учетом предварительных



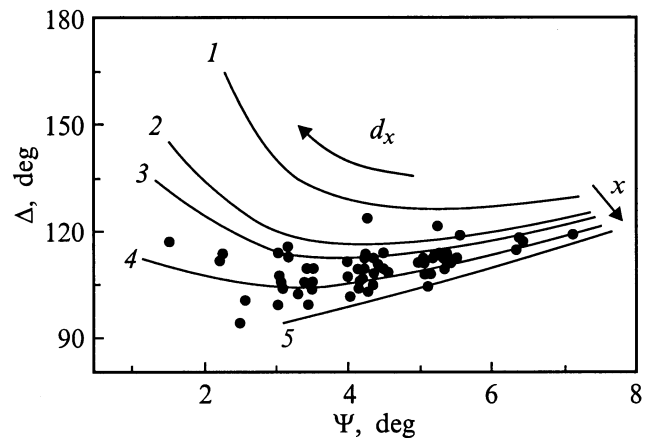
**Рис. 3.**  $\Psi$ – $\Delta$ -номограмма, связывающая эллипсометрические параметры  $\Psi$  и  $\Delta$  с толщиной окисла  $d_{ox}$  и толщиной слоя  $AlGaAs$   $d_x$ ;  $\varphi = 70^\circ$ . Сплошные линии — расчет в рамках "2-слойной" модели для показателя преломления  $AlGaAs$   $N_x = 3.321 - i0.0$  ( $x = 0.73$ ),  $n_{ox} = 1.8$ ;  $d_{ox}, \text{\AA}$ : 1 — 5, 2 — 30, 3 — 60; поставлены метки  $d_x = 250 \div 450 \text{\AA}$ . Точки — данные эксперимента для образца 5 ( $\tau = 60$  с); нумерация соответствует диаграмме расположения точек измерения по поверхности образца (вставка).

исследований по данной методике на серии образцов с различным временем роста  $\tau$  было проведено измерение толщин и химического состава поверхностных слоев  $Al_xGa_{1-x}As$ . Экспериментально измеренные эллипсометрические углы  $\Psi$  и  $\Delta$  для различных точек на поверхности образца наносились на номограмму, связывающую величины  $\Psi$  и  $\Delta$  с толщиной  $d_x$  и составом ( $x$ ) слоя твердого раствора  $Al_xGa_{1-x}As$ , рассчитанную для 2-слойной модели, помещенной между полубесконечной подложкой и внешней средой.

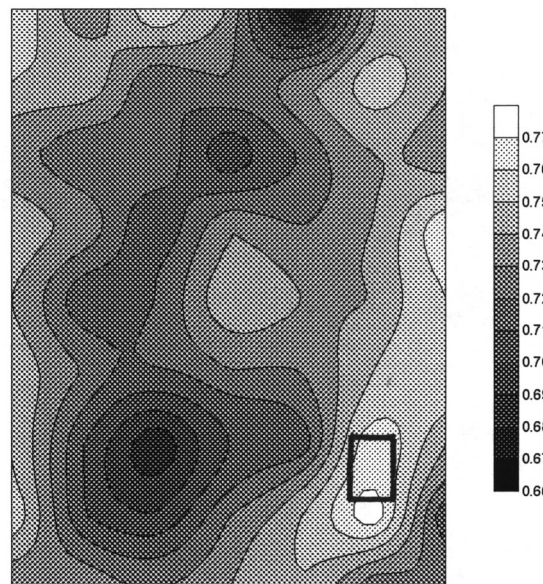


**Рис. 4.** Значения толщины твердого раствора  $AlGaAs$  (в  $\text{\AA}$ ) в точках измерения по поверхности образца 5 ( $\tau = 60$  с). Выделена область, контролирувавшаяся с помощью спектров КР.

На рис. 3 представлена расчетная номограмма для определения толщины слоя твердого раствора  $Al_xGa_{1-x}As$ , где варьируемыми параметрами являются толщина окисла  $d_{ox}$  и толщина слоя  $Al_xGa_{1-x}As$   $d_x$ . Точки на номограмме соответствуют экспериментально измеренным параметрам  $\Psi$  и  $\Delta$  для образца 5 ( $\tau = 60$  с), а их нумерация — диаграмме, отражающей характер расположения точек измерения на поверхности образца. По разбросу экспериментальных точек вдоль направлений изменения толщины  $d_x$  можно судить о степени непланарности слоя  $Al_xGa_{1-x}As$ . Анализ рис. 3 позволяет проследить закономерность



**Рис. 5.**  $\Psi$ – $\Delta$ -номограмма, связывающая эллипсометрические параметры  $\Psi$  и  $\Delta$  с толщиной окисла  $d_x$  и химическим составом ( $x$ ) слоя  $Al_xGa_{1-x}As$ .  $\varphi = 70^\circ$ .  $x$ : 1 — 0.65, 2 — 0.70, 3 — 0.72, 4 — 0.75, 5 — 0.78; сплошные линии — расчет в рамках "2-слойной" модели, точки — данные эксперимента для образца 5 ( $\tau = 60$  с).



**Рис. 6.** Содержание  $AlAs$   $x$  в твердом растворе  $Al_xGa_{1-x}As$  в точках измерения по поверхности образца 5 ( $\tau = 60$  с). Выделена область, контролирувавшаяся с помощью спектров КР.

**Таблица 1.** Параметры слоев  $Al_xGa_{1-x}As$ 

№ образца	Время кристаллизации $\tau$ , с	Содержание AlAs, $x$	Толщина слоя $d_x$ , Å
1	0.5	$0.87 \pm 4.6\%$	$360 \pm 80$
2	2.0	0.8	$520 \pm 120$
3	1.0	0.75	$590 \pm 160$
4	60.0	$0.80 \pm 12.5\%$	$350 \pm 50$
5	60.0	$0.73 \pm 6.8\%$	$360 \pm 90$
6	4.0	0.7	$540 \pm 160$
7	1.0	0.7	$520 \pm 100$
8	60.0	0.7	$550 \pm 150$
9	1.0	0.77	$590 \pm 130$

изменения толщины твердого раствора при движении по поверхности образца во взаимно перпендикулярных направлениях, она отражена на рис. 4. Для данного образца разброс толщины твердого раствора  $d_x$  по пло-

**Таблица 2.** Параметры слоев  $Al_xGa_{1-x}As$  (сопоставление данных, полученных методами эллипсометрии и КР)

№ образца	Время кристаллизации $\tau$ , с	Содержание AlAs, $x$		Толщина слоя $d_x$ , Å	
		эллипсометрия	КР	эллипсометрия	КР
2	2.0	0.8	$0.8 \div 0.9$	$380 \div 470$	$360 \div 450$
3	1.0	0.75	$0.75 \div 0.9$	$450 \div 650$	$540 \div 630$
5	60.0	0.78	$0.75 \div 0.9$	$360 \div 390$	$360 \div 405$
6	4.0	0.7	$0.55 \div 0.9$	$630 \div 700$	$630 \div 720$
9	1.0	0.77	$0.5 \div 0.9$	460	$360 \div 540$

щади образца составил  $\pm 80$  Å при средней толщине слоя 420 Å.

Для того же образца на рис. 5 представлена расчетная номограмма для исследования распределения химического состава слоя, где варьируемыми параметрами являются толщина слоя  $Al_xGa_{1-x}As$   $d_x$  и содержание AlAs  $x$ . Из анализа  $\Psi$ - $\Delta$ -номограммы видно, что неоднородность химического состава в данном случае составляет  $\pm 6.8\%$  при среднем значении  $x = 0.73$  (рис. 6).

Результаты исследования всей серии образцов с применением экспресс-методики сведены в табл. 1. Для подтверждения правильности разработанной методики для ряда образцов параметры  $d_x$  и  $x$  определялись при помощи методики спектроскопии КР при ступенчатом анодном окислении, описанной выше. Спектры КР снимались только для отдельного участка из конца структуры по ходу расплава (этот участок показан на рис. 4, 6).

Видно, что результаты исследования ГС двумя независимыми методами — эллипсометрией и КР — хорошо согласуются. Так, для образца 5: из эллипсометрического эксперимента —  $d_x = 370 \div 410$  Å,  $x = 0.78$  (рис. 4, 6); из спектров КР —  $d_x = 360 \div 405$  Å,  $x = 0.75 \div 0.9$  (рис. 1, кривая 1).

В табл. 2 представлено сравнение данных, полученных при помощи эллипсометрии и спектров КР.

Таким образом, предлагаемая экспресс-методика контроля параметров кристаллизуемых слоев представляет практическую ценность как для метода жидкофазной эпитаксии, так и для других технологических методов создания подобных структур. Возможности эллипсометрии в данном исследовании проявились как в большой чувствительности метода к малым изменениям толщин, так и в том, что задачу удалось свести к экспрессному методу контроля.

## Список литературы

- [1] Р. Аззам, Н. Башара. *Эллипсометрия и поляризованный свет* (М., Мир, 1981).
- [2] Г.Б. Порус, Г.Ф. Лымарь, Р.Р. Резвый. *Электрон. техн., сер. 2 Полупроводниковые приборы*, вып. 6(203), 27 (1989).
- [3] В.М. Андреев, В.Р. Ларионов, А.М. Минтаиров, Т.А. Пруцких, В.Д. Румянцев, К.Е. Смекалин, В.П. Хвостиков. *Письма ЖТФ*, **16**(9), 7 (1990).
- [4] D.E. Aspnes, S.M. Kelso. *J. Appl. Phys.*, **60**, 754 (1986).
- [5] H. Burkhard, H.W. Dinges, E. Kuphal. *J. Appl. Phys.*, **53**, 655 (1982).
- [6] В.И. Гавриленко, А.М. Грехов, Д.В. Кобуляк. *Оптические свойства полупроводников*. Справочник (Киев, Наук. думка, 1987).
- [7] А.В. Ляшенко, Ф.И. Громов, Ю.Ф. Тарантов. *Опт. и спектр.*, **53**, 1035 (1982).
- [8] Н.Л. Дмитрук, В.Н. Антонюк. *Поверхность. Физика, химия, механика*, вып. 12, 49 (1985).

Редактор Л.В. Шаронова

## Investigation of ultra-thin $Al_xGa_{1-x}As$ layers by ellipsometry

M.V. Sukhorukova, I.A. Skorokhodova,  
V.P. Khvostikov\*

St. Petersburg Institute for Precision Mechanics  
and Optics (Technical University),  
197101 St. Petersburg, Russia

\* Ioffe Physicotechnical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia

**Abstract** We report the express-method of investigation of thin film semiconductor structures by ellipsometry. The results of thickness and composition distribution of  $Al_xGa_{1-x}As$  layers, obtained by low-temperature liquid-phase epitaxy, are being discussed. The ellipsometric and Raman scattering data comparison is made.