

06.5;09.3

## Измерение локальных напряжений в поверхностных слоях многослойных структур нуль-методом с использованием фазового синхронизма

© М.Ф. Ступак<sup>1</sup>, С.А. Дворецкий<sup>2,3</sup>, Н.Н. Михайлов<sup>2,4</sup>, С.Н. Макаров<sup>1</sup>, А.Г. Елесин<sup>1</sup><sup>1</sup> Конструкторско-технологический институт научного приборостроения СО РАН, Новосибирск, Россия<sup>2</sup> Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, Россия<sup>3</sup> Томский государственный университет, Томск, Россия<sup>4</sup> Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия

E-mail: dvor@isp.nsc.ru

Поступило в Редакцию 24 июля 2023 г.

В окончательной редакции 29 сентября 2023 г.

Принято к публикации 11 октября 2023 г.

Разработан новый нуль-метод для измерения величин остаточных механических напряжений в поверхностных слоях, основанный на измерении сигнала генерации второй гармоники, обусловленной анизотропией поляризации лазерного ИК-излучения, отраженного от поверхности вращаемого исследуемого образца, с последующим прохождением излучения через нелинейный кристалл, ориентированный на синхронизм для анизотропной поляризации. Получены количественные данные о величине амплитуды сигнала второй гармоники в зависимости от приложенных напряжений. Проведено измерение остаточных напряжений в поверхностном слое HgCdTe многослойной структуры HgCdTe/CdTe/ZnTe/GaAs, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии, которые составили 0.0045 N. Наблюдаемая тонкая структура сигнала второй гармоники позволяет сделать вывод о сложной структуре остаточных напряжений.

**Ключевые слова:** напряжения, вторая гармоника, поляризация, полупроводниковая структура.

DOI: 10.61011/PJTF.2024.01.56923.19692

Важными параметрами в гетероэпитаксиальных структурах являются возникающие напряжения и их релаксация после выращивания, которые определяют кристаллическое состояние таких структур, влияющее на электронные параметры материала и соответственно на параметры ИК-детекторов.

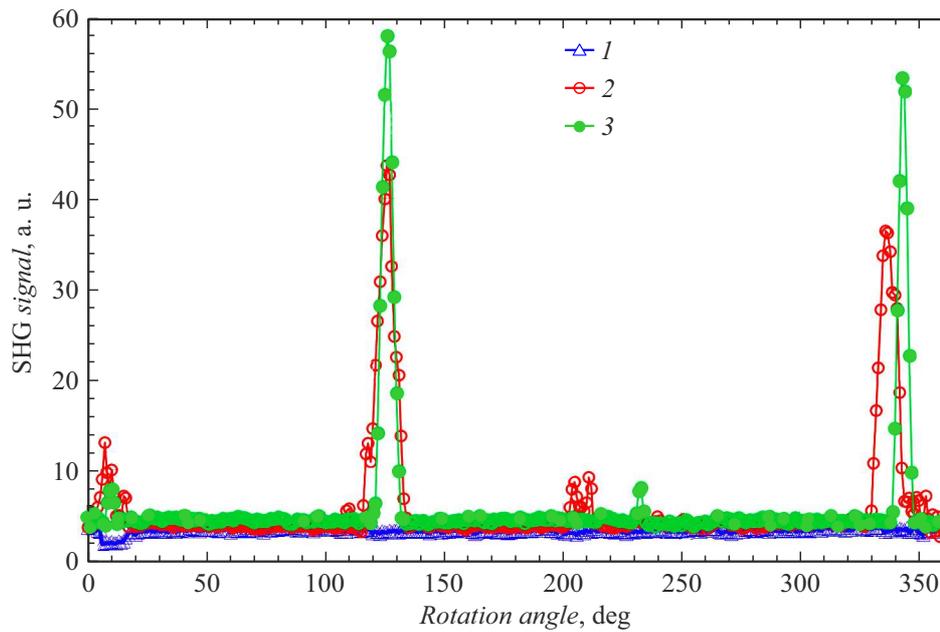
Различные оптические методы [1], рентгеновская дифракция [2,3] позволяют определить остаточные деформации в объеме исследуемых материалов. Метод генерации второй гармоники (ГВГ) дает возможность получить экспресс-информацию о состоянии кристаллической решетки приповерхностных слоев в сложной многослойной структуре (013) HgCdTe/CdTe/ZnTe/GaAs, выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии [4,5], на основе сравнения экспериментальных данных и модельных азимутальных зависимостей сигнала ГВГ в идеальном кристалле, для которых требуется проведение численных расчетов [6]. Наши исследования [4–7] показали, что в подложке и слоях имеются остаточные деформации.

Разработанный ранее метод на основе регистрации характеристик сигнала второй гармоники зондирующего лазерного ИК-излучения, возбуждаемой в нелинейном кристалле при использовании фазового синхронизма, позволяет проводить контроль слабых деформаций в объеме как аморфных, так и кристаллических сред [8]. Такой нуль-метод позволил получать информацию о качественном распределении объемных деформаций в

пластинах GaAs и Si с высокой чувствительностью, локальностью и высокой скоростью. Однако данный метод продемонстрировал лишь высокую чувствительность обнаружения деформаций при использовании фазового синхронизма, так как за рамками остался вопрос о выборе ориентации поляризации лазерного излучения относительно кристаллофизических осей исследуемых образцов и, как следствие, вопрос о величине и ориентации напряжений.

В настоящей работе приводятся экспериментальные результаты измерения слабых деформаций в приповерхностной области аморфных слоев Cr и HgCdTe с помощью нового нуль-метода. Мы использовали высокую чувствительность за счет фазового синхронизма, присущую методу [8], и при вращении образца в плоскости, перпендикулярной волновому вектору падающего лазерного излучения, пропустили отраженное лазерное излучение через нелинейный кристалл, ориентированный на синхронизм для перпендикулярной лазерному излучению поляризации. Таким образом, по характеристикам сигнала ГВГ нелинейного кристалла (амплитуда и угол ориентации) мы сумели получить ряд количественных параметров в исследуемых образцах в зависимости от приложенных напряжений.

В разработанном нами нуль-методе на исследуемый вращающийся образец по нормали падает линейно поляризованное ИК-излучение пикосекундного импульсно-периодического YAG:Nd-лазера с длиной вол-



**Рис. 1.** Угловая развертка экспериментальных значений сигнала ФЭУ при прохождении через нелинейный кристалл лазерного ИК-излучения, отраженного от поверхности аморфной пленки хрома на стекле. 1 — без нагрузки, 2 — краевая нагрузка  $10^{-2}$  N, 3 — краевая нагрузка  $\sim 1.5 \cdot 10^{-2}$  N. Сплошные линии показывают тенденцию изменения экспериментальных значений.

ны  $1.064 \mu\text{m}$ . Отраженное от вращающегося образца инфракрасное лазерное излучение пропускается через нелинейный кристалл из  $\text{LiIO}_3$ , ориентированный на синхронизм типа  $oo-e$  для возбуждающей поляризации, перпендикулярной изначальной поляризации лазерного излучения. Перед образцом помещен фильтр КС-17 для подавления слабого сигнала отраженной второй гармоники, генерируемой падающим лазерным лучом в образце. Остаточные деформации приводят к изменению линейной поляризации падающей волны на слабо эллиптическую поляризацию отраженной волны. Эллиптичность волны после взаимодействия с кристаллом определяется разностью показателей преломления и зависит от величины напряжений в данной точке, что приводит к генерации второй гармоники на выходе нелинейного кристалла, сигнал которой регистрируется фотоэлектронным умножителем ФЭУ-130 в измерительном тракте, аналогичном описанному в [4].

Вращение образца, закрепленного по нормали на торце вала относительно поляризации лазерного луча, осуществлялось шаговым двигателем. Погрешность положения лазерного пятна относительно центра оси вращения шагового двигателя составляла  $\sim 1$  mm.

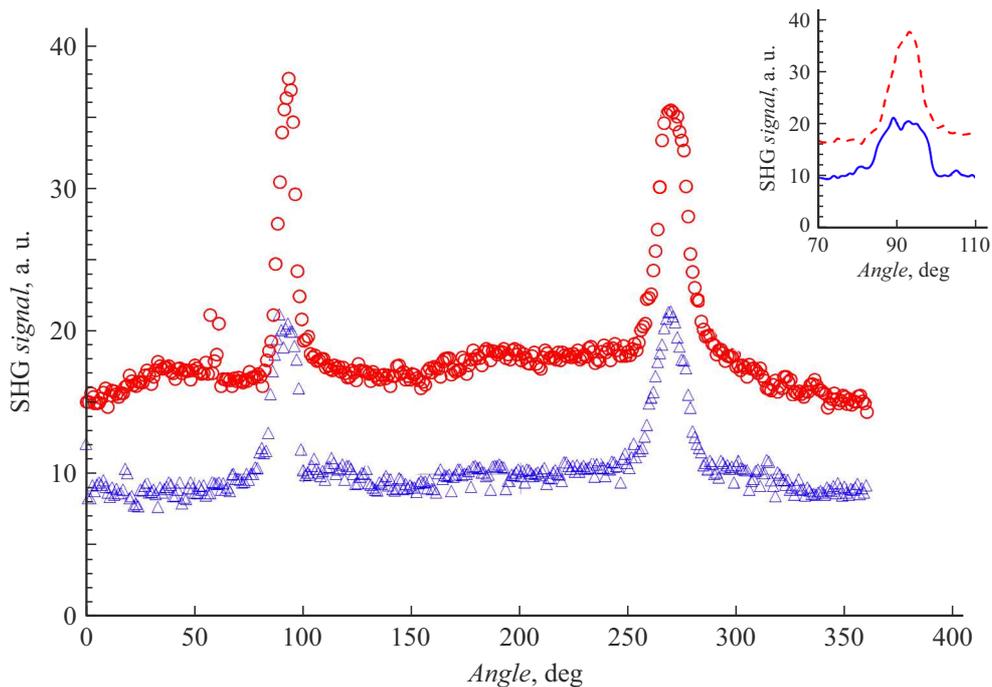
Измерение амплитуды сигнала ГВГ проводилось на образце аморфной пленки хрома, осажденной в вакууме на стеклянную пластину. Размер квадратного образца составлял  $18 \times 18$  mm. Толщины стеклянной пластины и пленки хрома составляли 2 mm и  $3.2 \mu\text{m}$  соответственно. Центр образца опирался на точечную опору, краевая нагрузка была приложена в одной из вершин квадрата при статическом противостоянии противоположной вер-

шины. На рис. 1 приведены сигналы развертки ФЭУ от аморфной пленки хрома на стекле.

Для образца, находящегося в свободном состоянии (без краевой нагрузки), в сигнале ФЭУ наблюдаются лишь шумы измерительного тракта стенда, что соответствует нулевому сигналу ГВГ (кривая 1 на рис. 1). При создании краевой нагрузки  $\sim 1 \cdot 10^{-2}$  N (кривая 2 на рис. 1) и  $1.5 \cdot 10^{-2}$  N (кривая 3 на рис. 1) перпендикулярно поверхности образца в развертке ФЭУ наблюдается появление узких пиков сигнала ФЭУ, величина которых связана с анизотропией и различием напряжений в противоположных направлениях. Следует отметить, что сила сдвига, обеспечивающая анизотропию возникающих напряжений в пленке хрома, направлена к точке приложенной краевой нагрузки. Действительно, известно, что некоторые изотропные материалы при возникновении напряжений под действием нагрузки становятся оптически анизотропными, как кристаллы с временным двойным лучепреломлением. Наблюдаемые пики ГВГ, измеренные с помощью нуля-метода, связаны с возникновением эллиптической поляризации в отраженном ИК-излучении при воздействии нагрузки, что определяется оптической анизотропией пленки хрома, обусловленной возникновением напряжений. Кривые сигналов ГВГ воспроизводятся при повторении поворота образца. Зависимость амплитуды пиков от величины приложенной нагрузки практически линейна:

$$Y = 3.5 \cdot 10^5 X + 428.5, \quad (1)$$

где  $Y$  — величина сигнала ГВГ,  $X$  — нагрузка [N]. При снятии нагрузки измеряемый сигнал ФЭУ соответ-



**Рис. 2.** Развертка экспериментальных значений сигнала ФЭУ для образца 1MST180130. Треугольники — при наличии поляроида перед ФЭУ, кружки — в отсутствие поляроида перед ФЭУ.

ствовал значениям шума измерительного тракта, совпадающим по величине с начальными измерениями, что свидетельствует об отсутствии остаточной деформации.

Исследования сигнала ГВГ от приповерхностного слоя  $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$  гетероэпитаксиальной структуры с помощью разработанного нуля-метода проводились на образце 1MST180130 [7]. Состав исследуемого приповерхностного варизонного широкозонного слоя  $x \sim 0.47$ , где  $x$  — молярная доля CdTe.

На рис. 2 приведена развертка сигнала ФЭУ (сигнал ГВГ) от поверхности образца 1MST180130 при наличии (треугольники) и в отсутствие (кружки) поляроида перед ФЭУ.

На вставке представлена тонкая структура формы сигналов ФЭУ вблизи угла поворота  $90^\circ$ . Наблюдаются два узких максимума сигнала ФЭУ. Первые максимумы (слева) наблюдаются в интервале  $90-95^\circ$ . Расстояние между первыми и вторыми максимумами составляет  $\sim 180^\circ$  (угол поворота шагового двигателя). Максимумы имеют несимметричную форму, что более отчетливо видно на вставке к рис. 2. Несимметричная форма сигнала связана со сложным распределением напряжений в измеряемой точке. Равномерный сигнал между максимумами принимается за нулевой уровень отсчета, величина которого при измерениях без поляроида выше, чем при измерениях с поляроидом (так же как и в максимумах). Среднее значение напряжений соответствует приложенной нагрузке  $0.0045 \text{ N}$  в соответствии с формулой (1). Следует отметить, что амплитуда сигнала ГВГ в нашем методе определяется слабым наведенным

двулучепреломлением, т.е. зависит от разности показателей преломления  $n_o - n_e$  для обыкновенного ( $n_o$ ) и необыкновенного ( $n_e$ ) лучей. При отсутствии деформаций в аморфном теле или кубическом кристалле  $n_o = n_e$ , и сигнал ГВГ равен нулю. Оценочный расчет остаточных напряжений по процедуре, представленной в [9], позволил определить их величину в  $-21 \pm 2 \text{ МПа}$ . Таким образом, это значение можно сопоставить с амплитудой сигнала ГВГ как значение для калибровочной кривой, которую предстоит разработать. Полученные ранее в результате измерений методом рентгеновской дифрактометрии в аналогичных структурах остаточные напряжения составили  $\sim 2 \text{ МПа}$  [10], что на порядок величины меньше расчетного значения. Это связано с толщиной измеряемой области, которая для рентгеновской дифракции составляет несколько микрометров и захватывает в основном область слоя  $\text{HgCdTe}$  постоянного состава порядка  $0.2-0.3$  молярных долей. В нашем случае толщина измеряемой области составляет сотые доли микрометра и захватывает приповерхностный слой  $\text{HgCdTe}$ , в котором состав изменяется по толщине (для исследуемого образца на поверхности состав соответствует  $0.47$  молярных долей). Наблюдаемые особенности максимумов и их различие по форме соответствуют ориентации образца в исследуемой области, при которой в отраженном излучении появляется перпендикулярная составляющая поляризации к поляризации падающего лазерного излучения. Появление сигнала ГВГ соответствует направлению поляризации падающего лазерного излучения вдоль базового среза образца, в наших экспе-

риментах в плоскости (110), что свидетельствует об ориентации напряжений в данном направлении. Полученные экспериментальные зависимости указывают на то, что практически весь сигнал ГВГ в максимумах развертки ФЭУ соответствует слабой анизотропии кристаллической структуры исследуемого приповерхностного слоя образца толщиной  $\sim 200$  nm, связанной с его слабой деформацией. Причина узкой направленности сигнала ГВГ связана с высокой угловой чувствительностью фазового синхронизма, применяемого в используемом нуль-методе.

Наблюдаемые различия амплитуды и формы сигналов ГВГ при повороте образца на  $180^\circ$  обусловлены, по-видимому, формированием различного эллиптически поляризованного отраженного ИК-излучения при зондировании лазерным лучом близких, но различных локальных областей поверхности образца 1MCT180130 за счет децентрирования зондирующего лазерного луча.

Наблюдаемая тонкая структура сигнала ГВГ связана со сложной структурой деформаций в приповерхностном слое образца, обусловленной присутствием разориентированных микроучастков [5]. Таким образом, полученные данные свидетельствуют о воздействии остаточных напряжений на поляризационные характеристики отраженного излучения, что приводит к появлению сигналов второй гармоники, полученных с помощью нового, более совершенного нуль-метода.

## Финансирование работы

Работа выполнена при частичной поддержке в рамках государственного задания Министерства образования и науки России (проекты № FWGW-2022-0002 и АААА-А20-120102190007-5).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] С.Ф. Сенько, В.А. Зеленин, Приборы и методы измерений, **9** (3), 254 (2018). DOI: 10.21122/2220-9506-2018-9-3-254-262
- [2] H. Nagai, J. Appl. Phys., **45** (9), 3789 (1974). DOI: 10.1063/1.1663861
- [3] И.Д. Лошкарев, А.П. Василенко, Е.М. Труханов, А.В. Колесников, М.А. Пуцяго, М.Ю. Есин, М.О. Петрушков, Письма в ЖТФ, **43** (4), 64 (2017). DOI: 10.21883/PJTF.2017.04.44299.16494 [I.D. Loshkarev, A.P. Vasilenko, E.M. Trukhanov, A.V. Kolesnikov, M.A. Putyato, M.Yu. Esin, M.O. Petrushkov, Tech. Phys. Lett., **43** (2), 213 (2017). DOI: 10.1134/S1063785017020225].
- [4] М.Ф. Ступак, Н.Н. Михайлов, С.А. Дворецкий, С.Н. Макаров, А.Г. Елесин, А.Г. Верхогляд, ЖТФ, **91** (11), 1799 (2021). DOI: 10.21883/JTF.2021.11.51546.34-21 [M.F. Stupak, N.N. Mikhailov, S.A. Dvoretzky, S.N. Makarov, A.G. Yelesin, A.G. Verhoglyad, Tech. Phys., **67** (14), 2290 (2022). DOI: 10.21883/TP.2022.14.55233.34-21].
- [5] М.Ф. Ступак, Н.Н. Михайлов, С.А. Дворецкий, М.В. Якушев, Д.Г. Икусов, С.Н. Макаров, А.Г. Елесин, А.Г. Верхогляд, ФТП, **62** (2), 214 (2020). DOI: 10.21883/FTT.2020.02.48870.601 [M.F. Stupak, N.N. Mikhailov, S.A. Dvoretzky, M.V. Yakushev, D.G. Ikusov, S.N. Makarov, A.G. Elesin, A.G. Verkhoglyad, Phys. Solid State, **62** (2), 252 (2020). DOI: 10.1134/S1063783420020201].
- [6] П.Е. Бережная, М.Ф. Ступак, Автометрия, **39** (5), 128 (2003).
- [7] С.А. Дворецкий, М.Ф. Ступак, Н.Н. Михайлов, С.Н. Макаров, А.Г. Елесин, А.Г. Верхогляд, ФТП, **56** (8), 780 (2022). DOI: 10.21883/FTP.2022.08.53145.31 [S.A. Dvoretzky, M.F. Stupak, N.N. Mikhailov, S.N. Makarov, A.G. Elesin, A.G. Verhoglyad, Semiconductors, **56** (8), 562 (2022). DOI: 10.21883/SC.2022.08.54114.31].
- [8] С.Л. Мушер, М.Ф. Ступак, В.С. Сыскин, Квантовая электроника, **23** (8), 762 (1996). [S.L. Musher, M.F. Stupak, V.S. Syskin, Quantum Electron., **26** (8), 743 (1996). DOI: 10.1070/QE1996v026n08ABEH000768].
- [9] R.N. Jacobs, L.A. Almeida, J. Marcunas, J. Pellegrino, M. Groenert, M. Jaime-Vasquez, N. Manadik, C. Andrews, S.B. Qadri, T. Lee, M. Kim, J. Electron. Mater., **37** (9), 1480 (2008). DOI: 10.1007/s11664-008-0519-z
- [10] A.B. Smirnov, Semicond. Phys. Quantum Electron. Optoelectron., **15** (2), 170 (2012). DOI: 10.15407/spqeo15.02.170