

06;07;12

## Установка для измерения спектров излучения широкозонных полупроводниковых материалов

© Ю.В. Тубольцев, М.М. Мездрогина, Е.М. Хилькевич, Ю.В. Чичагов, Н.К. Полетаев, Р.В. Кузьмин

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: tuboltsev@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 2 ноября 2010 г.)

Разработана установка для измерения спектров излучения широкозонных полупроводниковых соединений III–нитридов и гетероструктур на их основе. Созданная система позволяет измерять временные распределения интенсивности люминесценции исследуемых структур и материалов на фиксированной длине волны с разрешением  $\pm 5$  ns с частотой регистрации событий до 10 MHz во временном диапазоне от единиц до сотен микросекунд, а также осуществлять построение зависимости интегральной интенсивности люминесценции от длины волны. Имеется режим прецизионных измерений.

### Введение

Создание инжекционных светоизлучающих приборов на основе широкозонных полупроводниковых соединений III–нитридов является одной из важнейших задач современной оптоэлектроники [1–3]. Интенсивные исследования квантоворазмерных структур на примере структур InGaN/GaN с квантовыми ямами привели к созданию эффективных, коммерчески реализуемых светоизлучающих диодов для различных областей спектра. Несмотря на успехи, достигнутые в этом направлении, в настоящее время остается ряд нерешенных проблем, связанных прежде всего с получением эффективного излучения для зеленой ( $\lambda = 540\text{--}550$  nm) и красной ( $\lambda = 622\text{--}650$  nm) областей спектра. Низкая интенсивность излучения структур в этих областях связана с наличием большой концентрации центров безызлучательной рекомбинации, вызванных присутствием различных дефектов, обусловленных большой концентрацией In, флуктуациями состава тройного соединения InGaN, наличием напряжений несоответствия между подложкой и осаждаемым слоем. Различные аспекты спектров излучения и их связи с параметрами полупроводниковых материалов обусловлены взаимосвязью между разнообразными процессами, определяющими поведение электронных возбуждений в полупроводниковых структурах, и свойствами материала, в том числе концентрацией и типом дефектов, их пространственным расположением. Результаты обширных исследований механизмов формирования спектров излучения структур на основе III–нитридов показали необходимость точного детектирования типа концентрации и пространственного распределения дефектов, что необходимо для совершенствования технологии изготовления структур. Вследствие этого имеется необходимость получения и обработки больших массивов экспериментальных данных, что приводит к потребности в усовершенствованных измерительных установках.

### Эксперимент

Все оптические измерения проводились на экспериментальной установке, собранной на базе монохроматора МДР-23 с обратной линейной дисперсией 1.3 nm/mm. В качестве источника излучения, возбуждающего фотолюминесценцию (ФЛ), использовалось несколько типов лазеров.

1. Непрерывный He–Cd лазер с длиной волны излучения  $\lambda = 325$  nm и мощностью излучения 15 mW (межзонное возбуждение широкозонных полупроводников, таких как GaN).

2. Импульсный азотный лазер типа ЛГИ-21 с длительностью импульса  $r = 7$  ns на полуширине импульса, частотой следования 100 Hz, средней мощностью 3 mW и длиной волны излучения  $\lambda = 337.1$  nm. Плотность потока энергии в импульсе при расфокусированном пучке  $\sim 10$  kW/cm<sup>2</sup>.

3. Непрерывный аргоновый лазер типа ЛГ-106M с мощностью излучения 0.5 W и селекцией длины волны излучения с помощью поворотной призмы, установленной на месте глухого зеркала, что позволяло получать генерацию на длине волны  $\lambda = 488$  nm.

При измерении спектров электролюминесценции (ЭЛ) использовалась та же схема регистрации, что и при измерении сигнала ФЛ. В качестве источника возбуждения ЭЛ применялся стандартный источник питания Б5-70. Индиевые (In) контакты наносились на образец методом пайки.

На данной экспериментальной установке были измерены стационарные и времязрешенные спектры ФЛ широкозонных полупроводниковых материалов, таких как GaN, AlGaIn, полученных различными методами: разложением металл-органических смесей (MOCVD) с помощью хлорид гидридного эпитаксиального роста (HVPE), молекулярно-лучевого эпитаксиального роста (MBE). Те же измерения были проведены для структур с множественными квантовыми ямами (MQW) на основе InGaIn/GaN. Структуры были получены методом

МОСVD и представляли собой набор из пяти квантовых ям GaN/In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N ( $0.1 < x < 0.4$ ), выращенных на подложке из сапфира. Ширина квантовых ям составляла  $\sim 2.0\text{--}2.5$  nm с барьером в  $\sim 7$  nm. Для всех вышеперечисленных материалов было исследовано влияние легирования различными редкоземельными примесями (РЗИ) на формирование спектров ФЛ.

Для корректного сравнения спектров излучения разных образцов контролируемые параметры — угол падения луча, интенсивность возбуждающего света и температура — были постоянными (температура 300 или 77 К).

Схемы регистрации сигнала и управление шаговым двигателем (необходимым для точности юстировки длины волны при регистрации спектров люминесценции) были сопряжены с компьютером через КАМАК.

## Описание установки

На рис. 1 представлена структурная схема описываемой в настоящей работе установки. Люминесценция измеряемого образца, возбуждаемая лазерным излучением, с помощью оптической системы фокусируется на входную щель монохроматора MDR-23 и детектируется на его выходе при помощи фотоэлектронного умножителя РМТ1 или фотодиода в зависимости от измеряемого спектрального диапазона. Сигнал с детектора поступает в систему регистрации. При измерении времяразрешенных спектров малая часть излучения импульсного лазера подается на дополнительный фотоэлектронный умножитель РМТ2, который вырабатывает стартовый импульс.

Измерение, управление и сбор данных осуществляются с помощью промышленных и специализированных электронных модулей, большая часть которых выполнена в стандарте КАМАК.

К специально созданным для данной установки устройствам можно отнести предварительный усилитель (РА) и дистанционно управляемый усилитель-дискриминатор (Amplifier-Discriminator), структурные схемы которых представлены на рис. 2. Они предназначены для усиления и отбора полезных сигналов с фотоэлектронных умножителей и расположены в непосредственной близости к ним, что позволяет усиливать малый сигнал ( $\sim 1$  mV), производить его отбор по амплитуде и передавать по линии связи мощный логический токовый импульс ( $-16$  mA) в соответствии со стандартом NIM.

Плата предусилителя РА расположена непосредственно в корпусе детектора. Предусилитель выполнен на микросхеме AD8014AR и обеспечивает усиление сигнала длительностью 5–10 ns в 10 раз. Усилитель-дискриминатор выполнен в отдельном небольшом металлическом корпусе, расположенном недалеко от детектора. Он осуществляет усиление сигнала с помощью устройства VGA, выполненного на микросхеме

AD8337BCP. Микросхема представляет собой усилитель с управляемым коэффициентом усиления. В данной схеме с помощью управляющего напряжения коэффициент усиления VGA может изменяться от 1 до 16. Отбор сигнала по превышению заданного порога осуществляется быстрым компаратором (CMP) с последующим формированием по длительности на одновибраторе G1. Драйвер (DRV) формирует на выходе стандартный NIM-импульс. Коэффициент усиления и порог срабатывания компаратора могут устанавливаться дистанционно. CMP G1 и DRV выполнены на микросхемах AD96685BR, MC10131, MC10192P соответственно.

Усилитель-дискриминатор имеет выход аналогового сигнала с буфера Amp. Он необходим для контроля устанавливаемого усиления и порога дискриминации. Контроль параметров может осуществляться с помощью осциллографа или более качественно — с помощью быстрого амплитудного анализатора. Конструктивное разделение предусилителя и усилителя-дискриминатора устраняет кондуктивную помеху на входе РА, вызванную мощным логическим сигналом с выхода драйвера.

Для управления усилением и порогом дискриминации создан модуль дистанционного управления (Module for remote control). С помощью потенциометров гелипотом, расположенных на его лицевой панели, можно вручную выставить требуемое усиление и необходимый для отсечки шумов порог дискриминации. Данные действия можно осуществлять и по командам с компьютера с помощью расположенных в модуле цифроаналоговых преобразователей.

Одним из основных модулей в установке является многостоповый анализатор для времяпролетных измерений (Multistop analyzer for time-of-flight measurements) [4]. Анализатор обеспечивает измерение интервалов времени между стартовым и стоповым импульсами, и осуществляет накопление их временного распределения в собственной памяти модуля. Регистрация времени прихода стопового сигнала осуществляется с разрешением  $\pm 5$  ns в диапазоне от 20 ns до 650  $\mu$ s. Постоянное и малое мертвое время (30 ns) позволяет получать временные спектры практически без искажений и регистрировать сигналы с ФЭУ на отдельных временных участках интенсивностью до 10 MHz. Применение многостопового анализатора позволяет существенно сократить время проведения эксперимента и дает широкую возможность для извлечения полезной информации из полученных временных спектров.

Остальные модули КАМАК являются промышленными: времяамплитудный преобразователь (Time-amplitude converter), аналого-цифровой преобразователь (Analog-digital converter), генератор (Pulse generator), привод шагового двигателя (Step motor driver) и преобразователь угол-код (Angle-data transmitter).

Во всех режимах для связи крейта с компьютером используется контроллер КАМАК-USB [5]. Контроллер обеспечивает прием и передачу данных по USB интерфейсу. Контроллер выполнен так, что пользователь

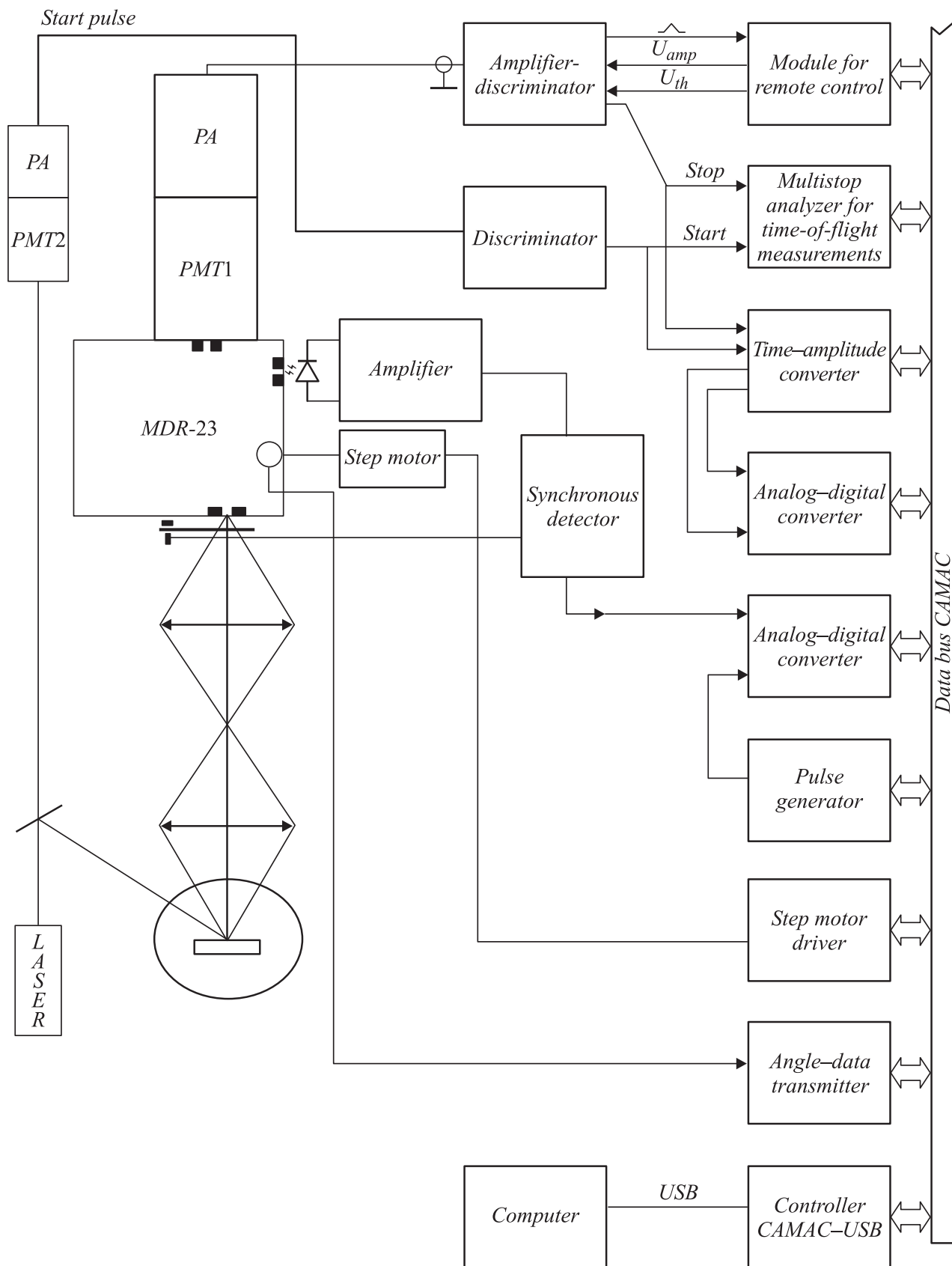


Рис. 1. Структурная схема установки для измерения спектров излучения широкозонных полупроводниковых материалов.

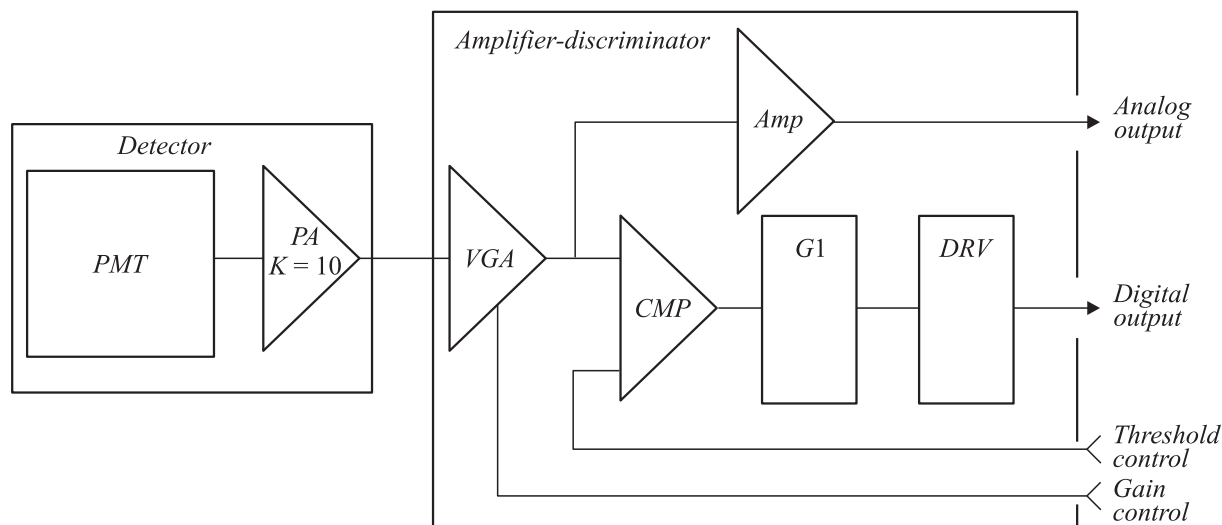


Рис. 2. Схема предварительного усиления и отбора сигнала.

имеет возможность общаться с ним через виртуальный COM-порт. Это позволяет применять хорошо известные способы работы с COM-портом при сохранении таких преимуществ USB, как надежность и скорость передачи данных.

## Режим работы

Созданная установка и программное обеспечение к ней позволяют реализовать четыре режима работ.

### Режим многостоповых времяпролетных измерений

В этом режиме может осуществляться измерение временных распределений интенсивности люминесценции исследуемых структур и материалов на фиксированной длине волны с разрешением  $\pm 5$  ns во временном диапазоне до  $650 \mu\text{s}$  с интенсивностью регистрации событий до 10 MGz.

Измерение проводится на фиксированной длине волны с помощью многостопового многоканального анализатора для времяпролетных измерений.

Работа установки заключается в том, что в момент вспышки лазера формируются логические сигналы, которые являются стартовыми для анализатора. Усиленные предусилителем и отобранные по уровню шумов усилителем-дискриминатором сигналы с ФЭУ являются стоповыми сигналами.

По каждому сигналу старт в многостоповом анализаторе выполняется один цикл измерения, который заключается в том, что в течение установленного времени измерения регистрируются стоповые сигналы и в соответствии с их временем прихода формируется времяпролетный спектр в его собственной памяти. Емкость памяти многостопового анализатора ( $2^{16}$  в каждом канале) позволяет осуществлять достаточно большое число циклов измерения, для того чтобы сформировать

спектр с необходимой для визуализации статистикой (времяпролетный текущий спектр). Текущие спектры периодически считываются на компьютер, где из них уже формируется суммарный время пролетный спектр с необходимой для обработки погрешностью. С помощью разработанного программного обеспечения осуществляется установка параметров:

- время измерения в одном цикле;
- число циклов измерения, необходимое для накопления спектра в памяти анализатора;
- максимального значения событий в любом канале многоканального анализатора;
- число накопленных в анализаторе спектров, из которых формируется суммарный спектр.

Все параметры вводятся с программной панели управления, а результаты измерений выводятся в два окна. В одном из них отображается текущий спектр, в другом — суммарный.

### Счетный режим

В этом режиме осуществляется построение зависимости интегральной интенсивности люминесценции от длины волны, что дает возможность определения в первом приближении качества материала. Интенсивность излучения детектируется с помощью фотоэлектронного умножителя, включенного в режиме счета фотонов. Диапазон спектральной чувствительности ФЭУ составляет 400–800 nm.

Для выхода на требуемую длину волны используется модуль управления шаговым двигателем (Step motor driver), а для контроля положения спектрометра применяется датчик угол-код (Angle-data transmitter). После выхода на установленную длину волны с помощью многостопового анализатора осуществляется измерение временного распределения сигналов с ФЭУ так же, как и в предыдущем режиме. Однако результатом измерения является общее количество зарегистрированных собы-

тый на установленной длине волны. Эта величина получается путем интегрирования временного распределения по всем или определенным каналам анализатора.

Для данного режима также разработана панель управления, в окнах которой устанавливаются время измерения и максимальное допустимое количество событий на одной длине волны, количество точек измерения в заданном диапазоне длин волн, скорость вращения мотора. В двух окнах отображаются количество отсчетов, считанное за последний временной интервал, и зависимость числа событий от длины волны.

#### Режим прецизионных времяпролетных измерений

В этом режиме осуществляется измерение временных распределений интенсивности люминесценции на фиксированной длине волны с разрешением  $< 1$  ns, но в ограниченном временном диапазоне (до  $1 \mu\text{s}$ ) измерения.

Прецизионный временной анализатор реализован по классической схеме на двух модулях, на одностороннем времяамплитудном преобразователе (Time-amplitude converter) и аналого-цифровом преобразователе (Analog-digital converter). Для уменьшения искажения формы временного спектра, вызванного большим временем регистрации событий, необходимо значительно понижать интенсивность стоповых сигналов (в среднем менее одного стопа на старт). Программа сбора и отображения данных осуществляет установку параметров так же как и в предыдущих режимах.

#### Режим вольтметра

В этом режиме, так же как и в счетном, осуществляется построение зависимости интегральной интенсивности излучения образца от длины волны. Однако интенсивность излучения детектируется с помощью фотодиода, регистрация фотоотклика с которого осуществляется в режиме синхронного детектирования. Диапазон спектральной чувствительности зависит от типа фотодиода и может быть расширен в соответствии с возможностями монохроматора до  $2000 \text{ nm}$ . После установки заданного положения спектрометра АЦП измеряет вырабатываемое синхронным детектором (Synchronous detector) напряжение. Период измерения задается с генератора импульсов (Pulse generator).

## Заключение

На основании выполненных на данной установке исследований широкозонных полупроводниковых материалов на примере III–нитридов и структур на их основе было показано следующее.

1. Комплексные измерения концентрации и кинетики носителей дают возможность делать корректные оценки параметров широкозонных материалов с помощью оптических бесконтактных методов измерений [6,7].

2. Независимо от метода получения эпитаксиальные слои GaN содержат метастабильный уровень, поставляющий дырки в валентную зону [8].

3. На основании результатов измерений времяразрешенных спектров ФЛ предполагается наличие процесса пространственного упорядочения дефектов в кристаллах GaN, легированных PЗИ, что было показано впервые.

4. Энергетическое положение примесных уровней легирующих компонентов PЗИ определяется типом проводимости исходной полупроводниковой матрицы [9,10].

5. В вюртцитных кристаллах GaN с  $n$ -типом проводимости результат легирования PЗИ зависит от степени совершенства полупроводниковой матрицы (концентрации дефектов и величины  $N_D - N_A$ ), в дефектном материале происходит трансформация дефектов по величине радиуса локализации неравновесных носителей, что также показано впервые.

6. Эффект сенсбилизации излучения наблюдается в кристаллах GaN с  $p$ -типом проводимости при легировании PЗИ (Eu) и дополнительно введенной примесью — Zn, что было исследовано впервые.

7. Интенсивность излучения линий, характерных для внутрицентровых переходов Er, Eu, введенных в матрицу  $n$ -GaN, возрастала при увеличении температуры от 77 до 300 K.

8. Разнообразие спектров ФЛ в структурах с MQW на основе InGaN/GaN определяется неоднородным пространственно-энергетическим распределением неравновесных носителей, обусловленных различием пространственного распределения и типом структурных неоднородностей, эффективным электрическим полем и процессами переноса возбуждения как к излучающим состояниям, так и от них к диссипативной системе.

9. В спектрах ФЛ структур с MQW на основе InGaN/GaN, легированных Eu, имеются линии излучения, характерные для внутрицентровых переходов примесного иона, которые также впервые измерены на усовершенствованной установке.

## Список литературы

- [1] Zavada J.M., Jin S.X., Nepal N., Lin J.Y., Jiang H.X., Chow P., Hertog B. // Appl. Phys. Lett. 2004. Vol. 84. P. 1061.
- [2] Park J.H., Steckl A.J. // Appl. Phys. Lett. 85. P. 4588.
- [3] Park J.H., Steckl A.J. // J. Appl. Phys. 2005. Vol. 98. P. 056108.
- [4] Тубольцев Ю.В., Чичагов Ю.В., Хилькевич Е.М. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 11. С. 138–143.
- [5] Тубольцев Ю.В., Чичагов Ю.В., Хилькевич Е.М., Симуткин В.Д. // ПТЭ. 2010. Т. 1. С. 87–91.
- [6] Мездрогина М.М., Криволапчук В.В., Кожанова Ю.В. // ФТП. 2008. Т. 42. Вып. 2. С. 157.
- [7] Мездрогина М.М., Криволапчук В.В., Петров В.Н., Родин С.Н., Черенков А.В. // ФТП. 2006. Т. 40. Вып. 12. С. 1412.
- [8] Мездрогина М.М., Криволапчук В.В., Кожанова Ю.В., Петров В.Н., Даниловский Э.Ю., Кузьмин Р.В. // ФТП. 2009. Т. 43. Вып. 4. С. 467.
- [9] Криволапчук В.В., Мездрогина М.М., Даниловский Э.Ю., Кузьмин Р.В. // ФТТ. 2009. Т. 51. Вып. 2. С. 365.
- [10] Мездрогина М.М., Даниловский Э.Ю., Кузьмин Р.В. // ФТП. 2010. Т. 44. Вып. 3. С. 338.