

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 ± 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 ($\lambda = 540–550$ nm) и красной ($\lambda = 622–650$ 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 ~ 10 kW/cm².

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_xGa_{1-x}N ($0.1 < x < 0.4$), выращенных на подложке из сапфира. Ширина квантовых ям составляла ~ 2.0 – 2.5 nm с барьером в ~ 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 (~ 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 ± 5 ns в диапазоне от 20 ns до 650 μ 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

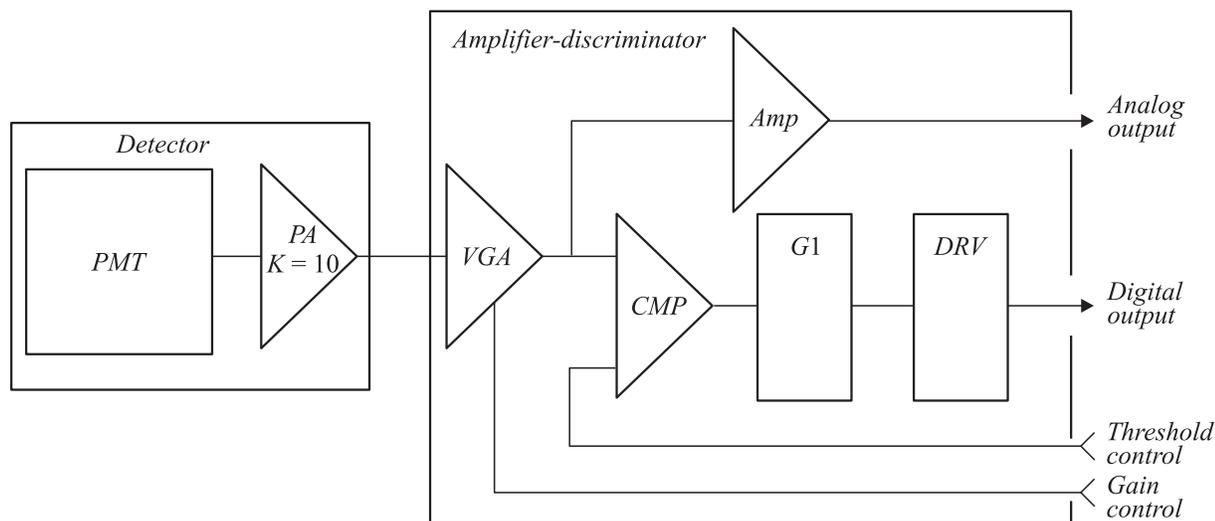


Рис. 2. Схема предварительного усиления и отбора сигнала.

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 ± 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-

тий 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 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.