

ИССЛЕДОВАНИЕ СУБМИКРОННЫХ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ, ГЛУБОКО ЛЕЖАЩИХ В СТРУКТУРЕ НА ОСНОВЕ GaAs—Al_xGa_{1-x}As

Деноткин В. Л., Козиков С. А., Кригель В. Г., Козлова С. В.

Описываются аналитические методики, позволяющие измерять профиль концентрации элементов как в микронных, так и в субмикронных слоях полупроводниковой гетероструктуры на основе GaAs—Al_xGa_{1-x}As с высоким разрешением, практически не зависящим от глубины залегания слоя.

Высокое разрешение достигается путем приготовления образца в виде малоуглового химического шлифа и оптимизации условий измерения.

При этом использование МРСА обеспечивает глубинное разрешение не хуже 200 Å, а использование оже-электронной спектроскопии — не хуже 30 Å.

В последнее время в связи с развитием полупроводниковых технологий часто необходим комплексный анализ субмикронных эпитаксиальных слоев, лежащих глубоко в гетероструктуре. Так, например, полупроводниковая лазерная структура содержит субмикронный слой толщиной 0.1÷0.01 мкм, расположенный на глубине 1÷2 мкм от поверхности и во многом определяющий параметры будущих приборов [1].

Для определения профиля концентрации основных элементов в слоях микронного диапазона в лазерной структуре обычно используют такой широко распространенный и экспрессный метод, как МРСА [2], анализ же субмикронного слоя с его помощью ранее не проводился вследствие недостаточной локальности метода [2]. Для этого обычно используют методы электронной и ионной спектроскопии с ионным распылением. Однако вследствие артефактов, связанных с ионным травлением и в основном с ухудшением при этом морфологии поверхности образца, точность измерения профиля концентрации в этих методах оказывается не лучше, чем 1÷3 % от глубины залегания исследуемого слоя [3].

Чтобы обойти указанные трудности измерения реальных гетероструктур, решено было приготовить исследуемый образец в виде малоуглового шлифа с высоким качеством поверхности [4] и добиться значительного улучшения точности измерений за счет резкого уменьшения глубины генерации рентгеновского излучения в методе МРСА и резкого уменьшения толщины материала структуры, прикрывающего исследуемый слой, в методе оже-электронной спектроскопии с ионным распылением.

Подготовка образца и методика измерений

Разработанная методика анализа включала в себя препарирование выращенных структур с целью трансформации «толщины» исследуемого слоя в его «ширину» путем растягивания одного из линейных размеров структуры на малоугловом шлифе в 1.0÷2.0 тыс. раз.

Шлифы изготавливались путем плавного подъема уровня неселективного полирующего травителя состава $H_3PO_4 : H_2O_2 : H_2O = 2 : 1 : 4$ относительно

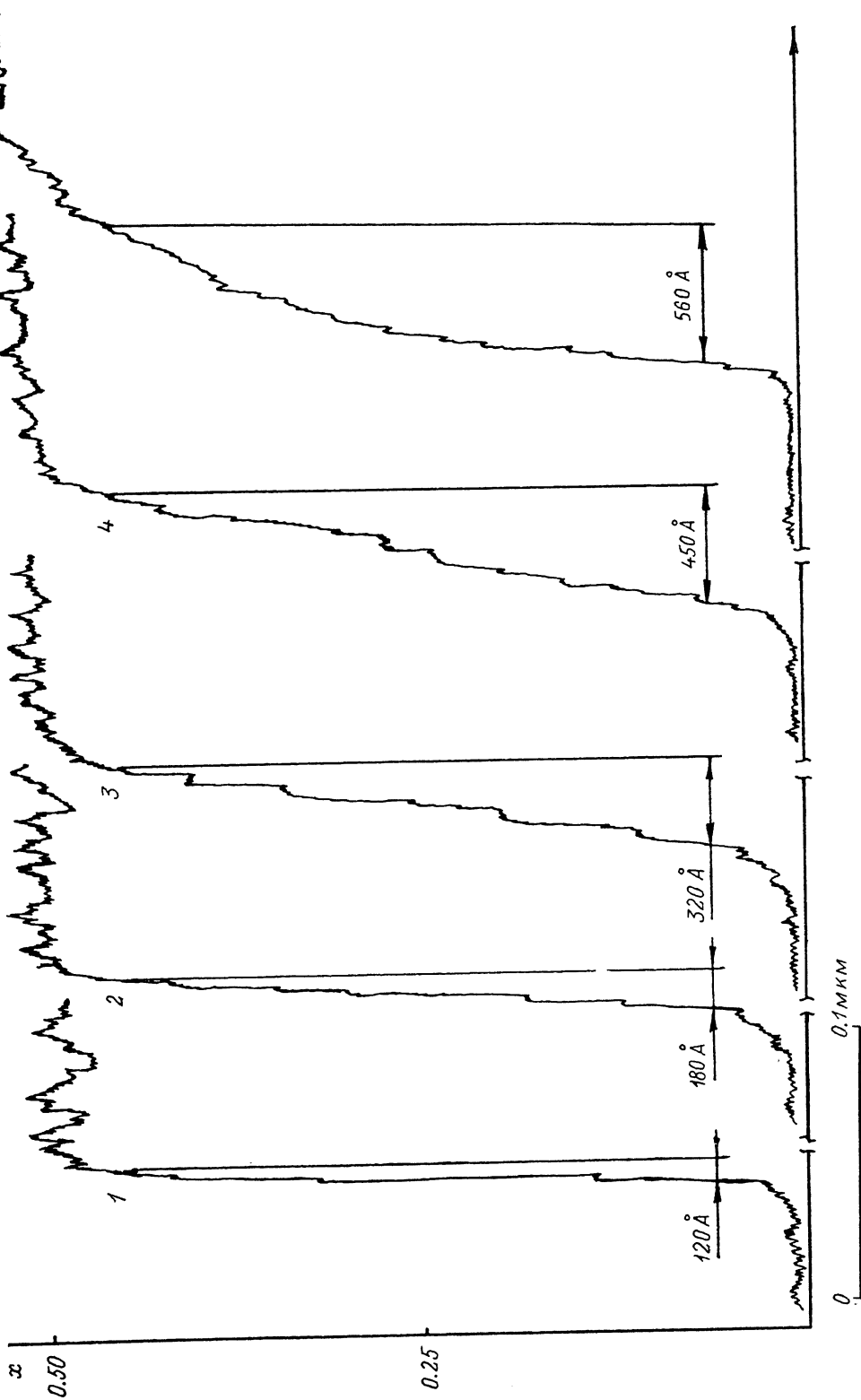


Рис. 1. Изменение измеряемой ширины интерфейса $\text{GaAs}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ ($x=0.5$) с увеличением энергии электронного пучка. Энергия электронного пучка, кэВ: 1 — 2.0, 2 — 2.5, 3 — 3.0, 4 — 4.5, 5 — 5.0.

фиксированного образца [4]. Скорость подъема травителя выбиралась таким образом, что угол наклона косо́го шлифа α оказывался лежащим в диапазоне $1.5' \div 4'$, причем величиной этого угла можно было легко управлять. Полученные косые шлифы благодаря высокой планарности исходных гетероструктур и неселективности травителя сохраняли достаточную линейность масштабирования слоев по шлифу. Высота микрорельефа поверхности косо́го шлифа не превышала 50 \AA .

Экспрессное определение профиля концентрации в слоях структуры проводилось на химическом шлифе методом МРСА при линейном сканировании элект-

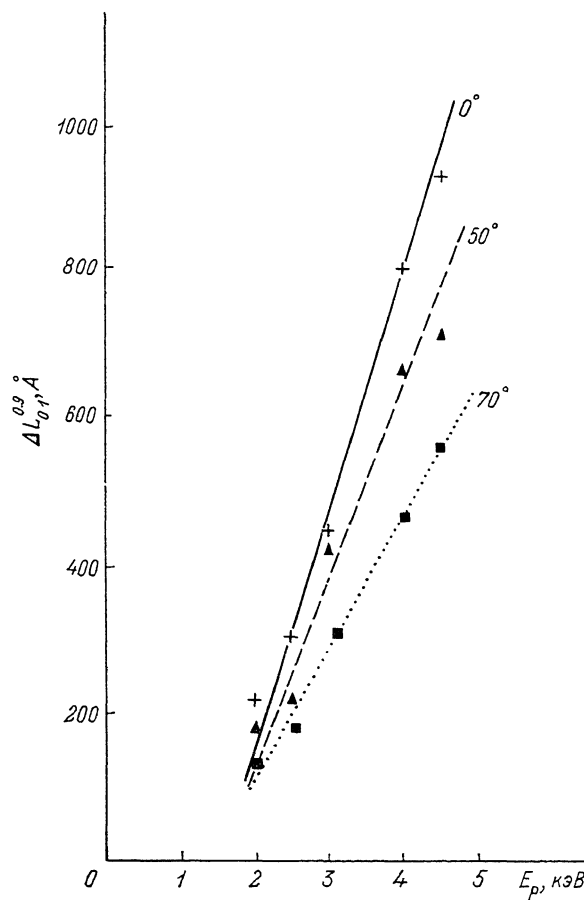


Рис. 2. Зависимость измеренной ширины интерфэйса от энергии электронного пучка при разных углах падения электронов.

Линии соответствуют расчетным данным, точки — экспериментальным.

тронного зонда с использованием низких энергий первичных электронов и регистрацией мягкого рентгеновского излучения.

Установка, использованная для измерений, — микроанализатор «Самевах» (фирма «Самеса»), оснащенный рентгеновскими спектрометрами с волновой дисперсией и источником электронов с энергией E_p , плавно перестраиваемой в диапазоне $1 \div 45$ кэВ.

Для уменьшения глубины генерации рентгеновского излучения энергия электронов E_p выбиралась таким образом, что E_p немного больше E_c , где E_c — характеристическая энергия регистрируемой рентгеновской линии. Кроме того, использовалось скользящее падение электронного зонда на поверхность образца.

Для выбора оптимальных параметров электронного зонда была проведена серия экспериментов по исследованию зависимости суммарной ошибки измерений по глубине от ускоряющего напряжения и угла падения электронов на поверхность образца.

Исследования проводились на эпитаксиальной структуре, состоящей из слоев GaAs толщиной 0.5 и $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}$ толщиной 1.0 мкм, выращенных на подложке GaAs, при этом ширина переходного слоя (интерфейса) GaAs— $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}$ составила порядка двух монослоев (по данным просвечивающей микроскопии).

Ширина интерфейса, измеренного при различных ускоряющих напряжениях и углах наклона электронного зонда к поверхности образца, определялась по уровню 10—90 % интенсивности сигнала K_{α} линии алюминия.

Семейство экспериментальных кривых, соответствующее углу падения электронного зонда $\beta=70^{\circ}$ (от нормали к поверхности образца) и различным энергиям падающих электронов, приведено на рис. 1. На рис. 2 приведено семейство графиков, представляющих изменение измеренной ширины интерфейса в зависимости от энергии зондирующего пучка при различных углах наклона пучка к поверхности образца.

Как и следовало ожидать, регистрируемая ширина интерфейса уменьшается при снижении энергии электронного пучка и уменьшении угла падения пучка на поверхность образца. Видно, что если суммарная ошибка измерений не должна превышать 300 Å, то для рассматриваемых материалов необходимо использовать ускоряющее напряжение не выше 3.0 кэВ при угле падения электронного зонда $\beta=70^{\circ}$ и 2.5 кэВ при нормальном падении.

В тех случаях, когда необходимо было определить профили концентрации элементов на интерфейсах, т. е. с глубинным разрешением лучше 30—50 Å, использовался метод оже-электронной спектроскопии с ионным травлением на химическом шлифе, причем место анализа выбиралось таким образом, что от поверхности образца до исследуемого слоя необходимо было распылить не более 500—1000 Å материала. Оже-спектральный анализ проводился на установке РН-551 (фирма «Perkin Elmer») при минимально допустимой энергии пучка ионов аргона $E_I=1$ кэВ.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

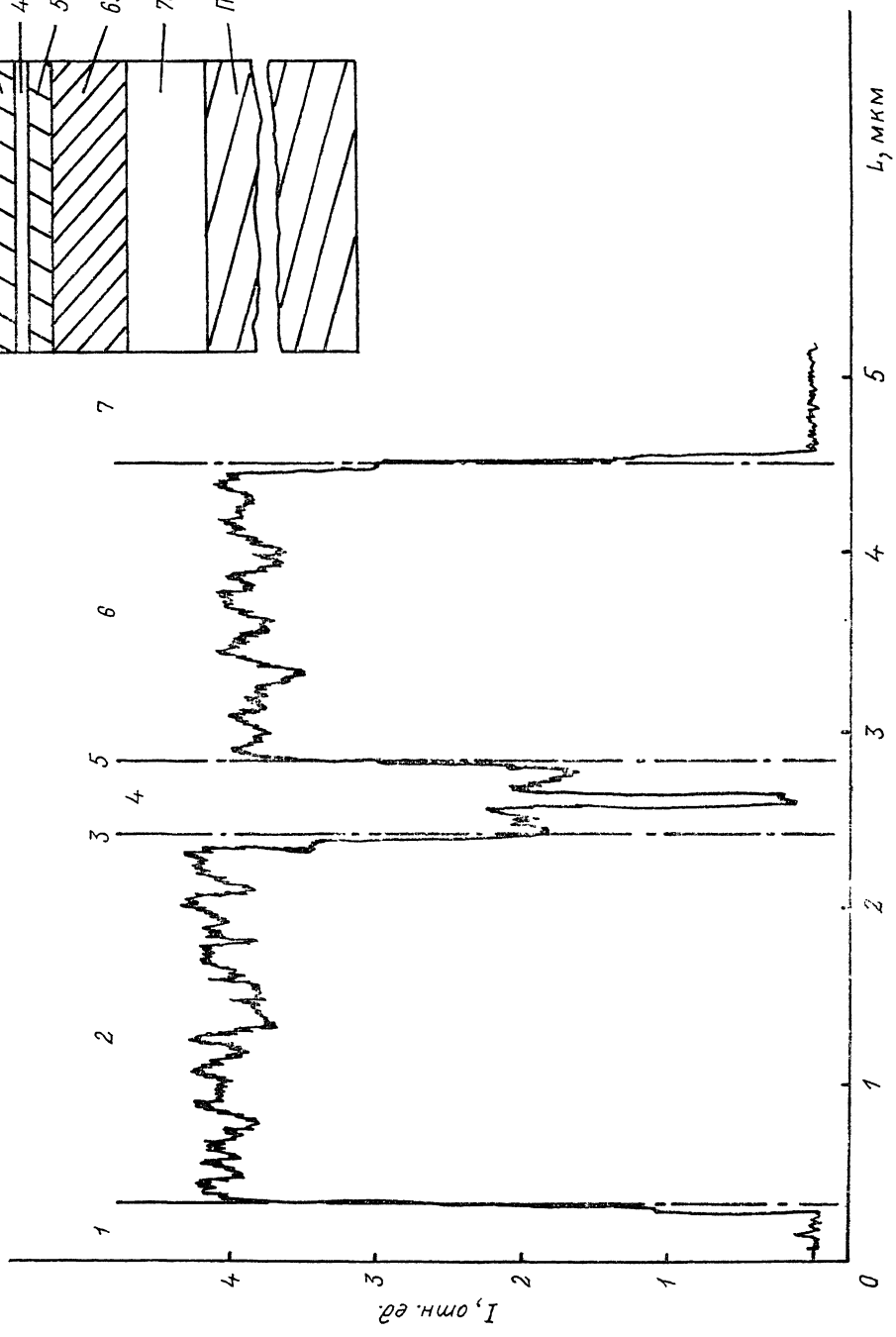
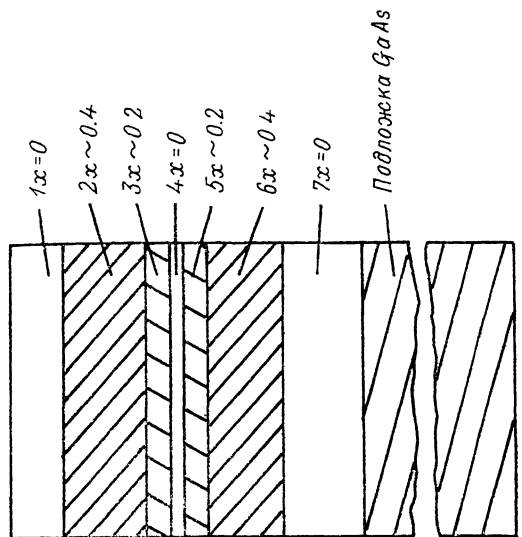
На рис. 3 изображены схема расположения слоев в эпитаксиальной гетероструктуре и график распределения алюминия, полученный при измерении данной структуры с помощью приведенной выше методики МРСА. Используемая для измерения энергия пучка электронов составляла 2.0 кэВ при нормальном падении. Сканирование электронного зонда по линии, перпендикулярной выявленным на шлифе слоям, осуществлялось механическим перемещением образца. Скорость сканирования составляла 6 мкм/с, при этом время измерения образца составило 15 мин.

Для получения более подробной информации о субмикронных слоях 3—5 на рис. 3 было проведено дополнительное исследование структуры. РЭМ микрофотография субмикронных слоев на поверхности шлифа приведена на рис. 4. На фотографии хорошо прослеживаются высокая планарность изучаемых эпитаксиальных слоев и резкость гетерограниц. Измерив коэффициент масштабирования, можно определить толщины слоев на фотографии. Наиболее тонкий из изображенных на фотографии слоев (слой 4) имеет толщину ~ 350 Å.

На рис. 5 приведена кривая, полученная при линейном сканировании элек-

Рис. 3. Схема расположения слоев в исследуемой гетероструктуре и график распределения алюминия по глубине, измеренный методом МРСА по предлагаемой методике при нормальном падении электронного пучка.

По оси абсцисс отложена глубина залегания слоя от поверхности образца, по оси ординат — интенсивность K_{α} линий алюминия. Цифры над графиком обозначают номера соответствующих слоев.



тронным зондом перпендикулярно выявленным слоям, на участке структуры, представленном на рис. 4. Для уменьшения продольной ошибки измерения применили наклонное падение электронного зонда на поверхность образца. Измерения проводились при угле падения зонда $\beta=65^\circ$ и энергии электронов $E_p=2.0$ кэВ.

Видно, что предложенная методика на основе МРСА позволяет определять химический состав субмикронных слоев с толщинами свыше ~ 400 Å. Однако в том случае, когда необходимо определить профиль концентрации слоев с меньшими толщинами (в том числе на интерфейсах), она дает значительную ошибку по сравнению с методикой оже-электронной спектроскопии на шлифе, описанной выше, что показывают кривые на рис. 6. На этом рисунке представлены приведенные к единому масштабу кривые распределения профиля концентрации

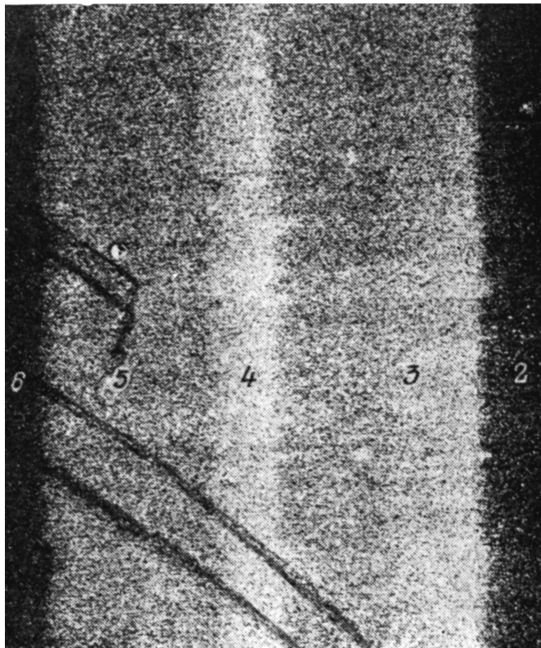


Рис. 4. Микрофотография исследуемого шлифа с углом скоса $\alpha=4'$, сделанная на РЭМ в режиме вторичных электронов.

Номера слоев соответствуют номерам на рис. 3.

алюминия в субмикронных слоях $\text{GaAs}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, расположенных на глубине 1.5 мкм от поверхности эпитаксиальной структуры. Кривая 1 получена при измерении с помощью приведенной выше МРСА методики, а кривая 2 — по методике оже-электронной спектроскопии. Ошибка в определении интерфейсов на кривой 2 составляет ~ 30 Å.

Выводы. Таким образом, экспериментальная методика экспрессного анализа профиля распределения состава слоев в эпитаксиальных структурах на основе $\text{GaAs}-\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ на малоугловом косом шлифе с помощью рентгеновского микроанализа позволяет измерить профиль концентрации элементов с глубинным разрешением не хуже 200 Å. Дальнейшее уточнение профиля концентрации субмикронных слоев с глубинным разрешением не хуже 30 Å возможно при использовании на шлифе методики оже-электронной спектроскопии. Особо отметим, что такое детальное изучение субмикронных слоев можно проводить на любой глубине гетероструктуры.

Авторы благодарят А. А. Чельного, предоставившего для исследований образцы гетероструктур, выращенных методом МOCVD, а также М. Ф. Стельмаха за постоянный интерес к работе.

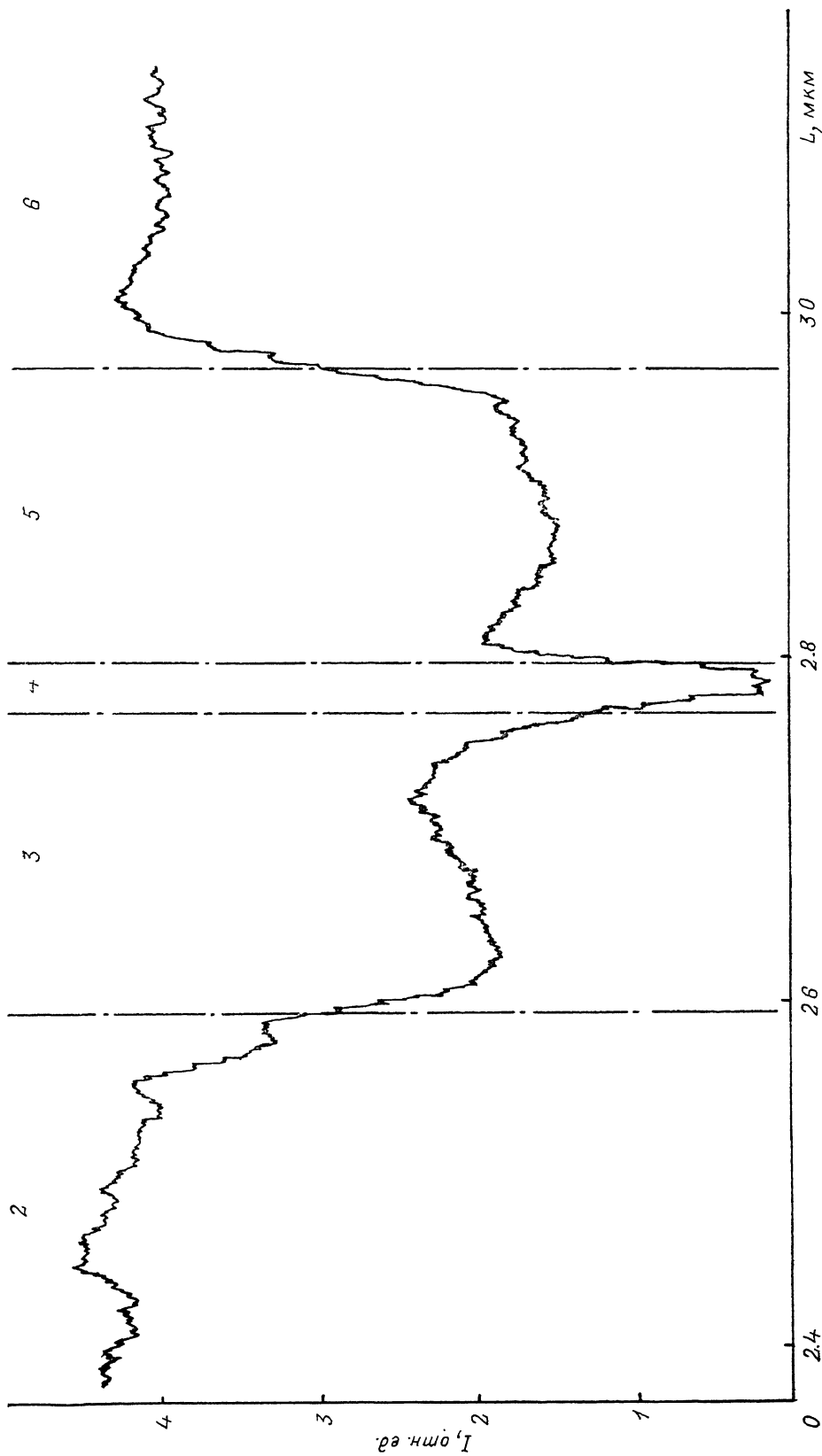


Рис. 5. Профиль концентрации алюминия в субмикронных слоях гетероструктуры, полученный методом МРСА.

Угол наклона электронного пучка $\beta = 69^\circ$. Номера слоев соответствуют номерам на рис. 3.

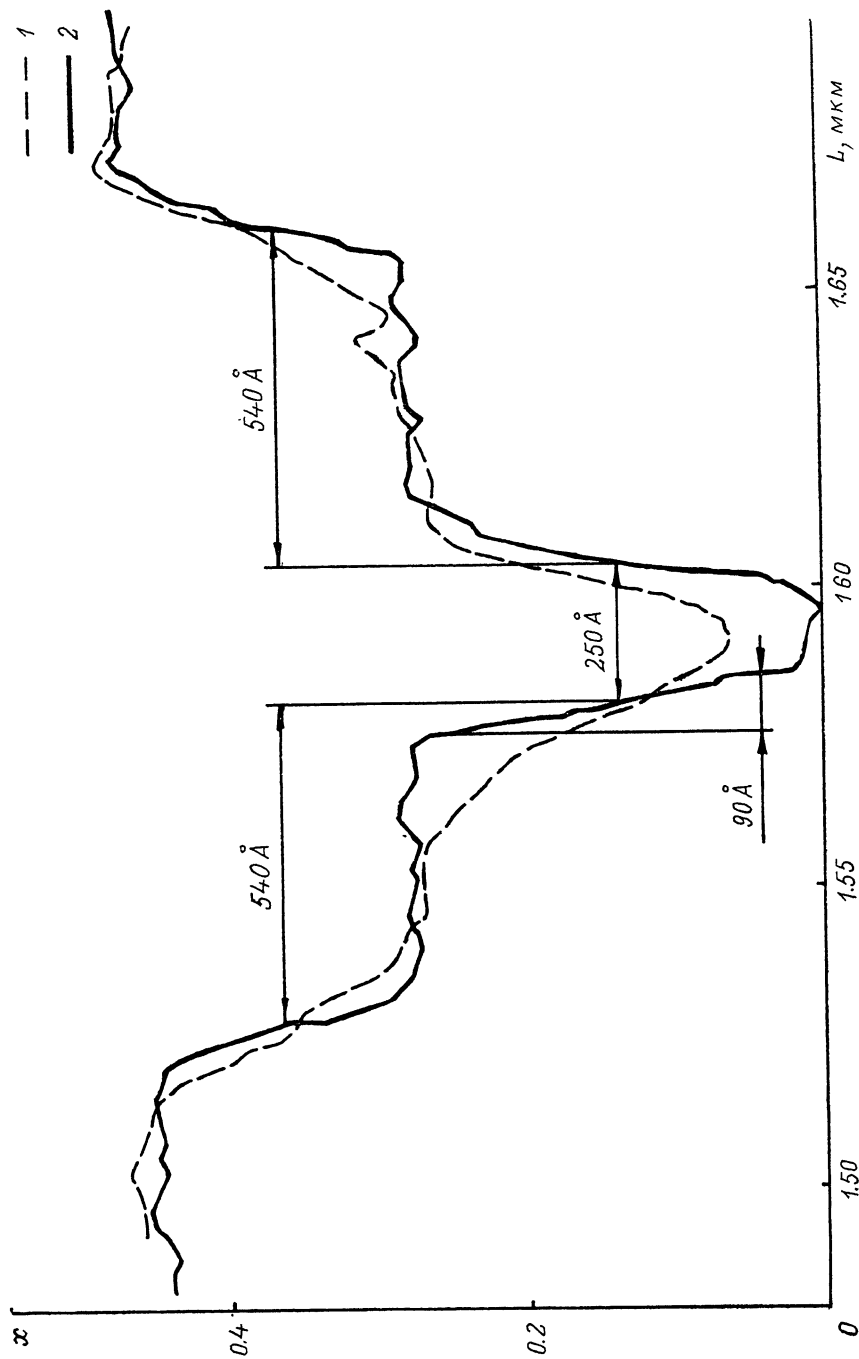


Рис. 6. Профили концентрации алюминия в субмикронных слоях гетероструктуры на основе $Al_xGa_{1-x}As$.

1 — полученные методом МРСА по предположенной методике (угол склоа шлифа $\alpha=2'$; $E_p=2.0$ кэВ; угол падения пучка $\beta=65^\circ$); 2 — методом оже-электронной спектроскопии на шлифе ($E_p=5.0$ кэВ; угол падения электронного пучка $\beta=30^\circ$; $E_1=1.0$ кэВ; угол падения ионного пучка $\beta=52^\circ$). По оси абсцисс указана глубина залегания слоя от поверхности образца.

Список литературы

- [1] Физика полупроводниковых лазеров / Под ред. Х. Такумы. М., 1989. 310 с.
- [2] Конников С. Г., Сидоров А. Ф. Электронно-зондовые методы исследования полупроводниковых материалов и приборов. М., 1978. 135 с.
- [3] Бриггс Д., Сих М. П. Анализ поверхности методами оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. М., 1987. 598 с.
- [4] Машевский А. Г., Спицын М. А., Федорова О. М., Явич Б. С. // Письма ЖТФ. 1985. Т. 11. В. 1. С. 21—24.

Научно-исследовательский институт «Полус»
Москва

Получена 4.03.1991
Принята к печати 18.04.1991

