

11; 12

© 1991 г.

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ ПОДЛОЖКИ IN SITU ПРИ МПЭ GaAs (001) С ПРИМЕНЕНИЕМ ДОБЭ

*В. Г. Антипов, С. А. Никишин, В. Н. Светлов,
Д. В. Синявский, В. А. Спиренков*

При использовании данных по фазовой диаграмме поверхности GaAs (001) и измерения временных осцилляций интенсивности картин дифракции отраженных быстрых электронов (ДОБЭ) во время молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) проведено изучение эффективности радиационного нагрева поверхности GaAs (001) подложки при различных вариантах ее расположения относительно излучающего нагревателя. Показано, что точность измерения температуры поверхности по фазовой диаграмме не хуже ± 10 К, а максимальная эффективность радиационного нагрева достигается при использовании «In-free» подложкодержателя.

Введение

Для повышения однородности по площади подложки толщины, состава и других параметров слоев при молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) в системе GaAs—AlAs, как правило, используют вращение подложки вокруг оси, перпендикулярной ее плоскости [1]. При этом термopара, сигнал с которой поступает в систему, обеспечивающую поддержание температуры подложки на заданном уровне, не контактирует [2-4] с подложкой (рис. 1). Поэтому для измерения температуры поверхности подложки, как правило, используют инфракрасный пирометр (см., например, [4]).

В работах последних лет [4-6] отмечается, что применение пирометрирования требует стабильности в течение длительного времени коэффициентов пропускания смотровых окон ростовой камеры и необходимости учета изменения коэффициента поглощения (пропускания) полупроводниковой подложки с уровнем легирования и температурой или при выращивании более узкозонного полупроводника на широкозонной подложке. Перечисленное, по нашему мнению, не снижает достоинства пирометрирования, но стимулирует поиск альтернативных методических подходов к вопросу измерения температуры заращиваемой поверхности подложки.

Одним из таких подходов [7, 8] может явиться применение фазовых диаграмм «структура поверхности подложки—соотношение потоков—температура».¹ Основным прибором, необходимым для постановки этой методики, является система дифракции отраженных быстрых электронов (ДОБЭ), обеспечивающая возможность наблюдения дифракционных картин и измерения периода временных осцилляций интенсивности этих картин [9].

В настоящей работе, используя данные по фазовой диаграмме поверхности GaAs (001) из [7] и методический подход [9] по измерению временных осцилляций интенсивности картин ДОБЭ при МПЭ, мы провели изучение эффективности радиационного нагрева поверхности GaAs(001) подложки при различных вариантах ее расположения относительно излучающего нагревателя (рис. 1).

¹ В дальнейшем называем фазовой диаграммой поверхности.

Все эксперименты выполнены на многокамерной установке молекулярно-пучковой эпитаксии ЭП-1301, изготовленной в НТО АН СССР. С целью постановки методики измерения временных осцилляций интенсивности картин ДОВЭ были модернизированы стандартные электронные блоки ЭП-1301, обеспечивающие стабильность интенсивности и фокусировку электронного пучка в диапазоне 10—20 кВ.

Для регистрации сигнала с люминофора использовался ФЭУ-79. Блок-схема измерительной системы и типичная зависимость временных осцилляций интегральной интенсивности (00) рефлекса картины ДОВЭ приведены на рис. 2. В соответствии с [9] зависимость на рис. 2, а соответствует двумерному послыному механизму роста эпитаксиального слоя.

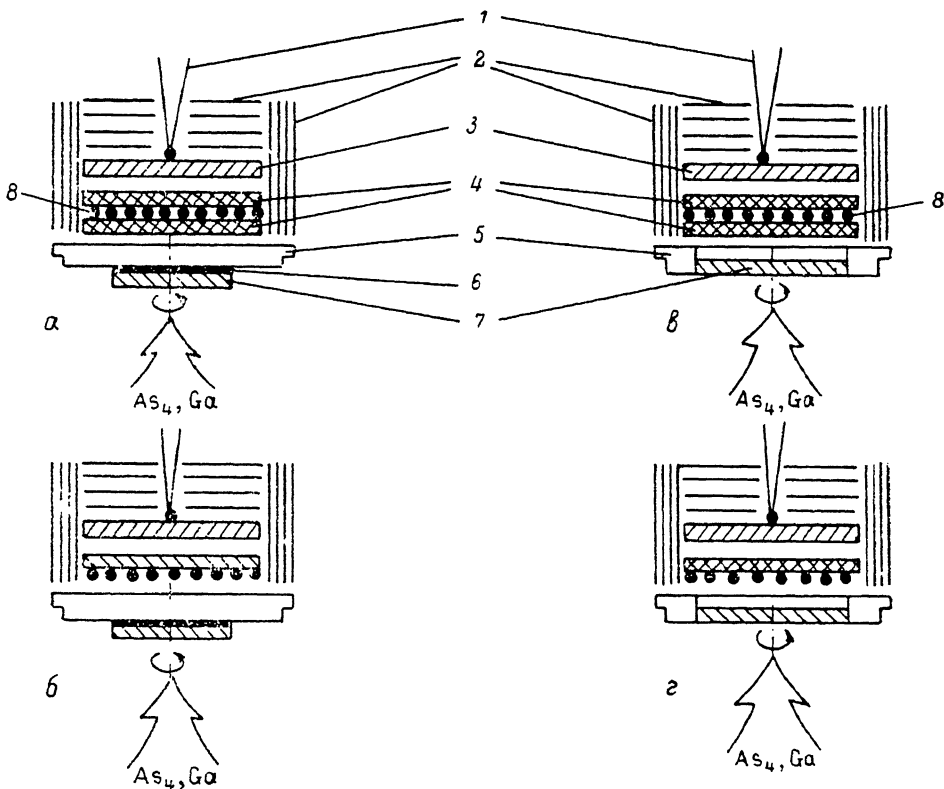


Рис. 1. Схема нагрева и крепления подложки.

1 — термопара ВР 5/20, 2 — танталовые экраны, 3 — молибденовый блок — «свидетель», 4 — пластинка из широтитического нитрида бора, 5 — молибденовый подложкодержатель, 6 — индий, 7 — подложка GaAs, 8 — танталовый нагреватель.

Первоначальную калибровку величины потока галлия J_{Ga} из молекулярного источника эффузионного типа осуществляли по периоду временных осцилляций интегральной интенсивности (00) рефлекса картины ДОВЭ при МПЭ GaAs(001) со структурой поверхности (2×4) As (стабилизированная). При этом температура поверхности подложки была на $\sim 10-30$ К ниже температуры удаления естественного окисла с GaAs (001), т. е. поддерживалась на уровне $T_S \approx 843-823$ К.

Калибровку величины потока $As_4 (J_{As_4})$, поступающего на подложку из молекулярного источника эффузионного типа, осуществляли при $T_S \approx 823$ К по структурной перестройке (001) GaAs из As стабилизированной в Ga стабилизированную поверхность, т. е. по переходу $(2 \times 4) As \rightarrow (4 \times 2) Ga$, для которого характерно соотношение $J_{As_4}/J_{Ga} \approx 0.5$ (см., например, [7]).

Стабильность от эксперимента к эксперименту потоков J_{Ga} и J_{As_4} , иллюстрируемая рис. 3, определяет точность измерения температуры подложки по пред-

лагаемой методике. Для ЭП-1301 эта точность не хуже, чем ± 5 К, что приемлемо при проведении МПЭ приборных гетеро- и гомоструктур в системе GaAs—AlAs в режимах, для которых выполняется соотношение $(J_{As_4}/J_{Ga}) > 1.5-2$. Точность измерения температуры поверхности подложки с помощью ИК пирометра

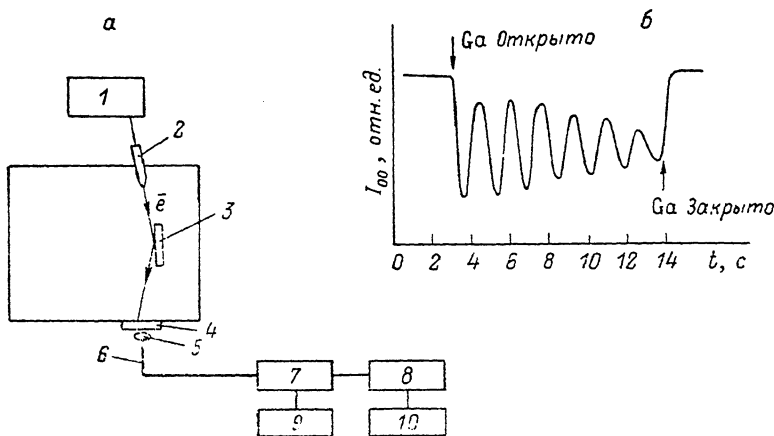


Рис. 2.

а — блок-схема системы регистрации временных осцилляций интенсивности картин ДОБЭ: 1 — блок питания электронной пушки, 2 — электронная пушка, 3 — подложка, 4 — люминесцентный экран, 5 — линза, 6 — световод, 7 — ФЭУ, 8 — усилитель, 9 — блок питания ФЭУ, 10 — самописец; б — типичная зависимость временных осцилляций интенсивности (00) рефлекса I_{00} при МПЭ GaAs (001).

для диапазона 773—973 К также составляет ± 5 К [7], но определяется уже точностью первоначальной калибровки пирометра, например по температурам плавления различных веществ.

После выполнения низкотемпературной калибровки потоков Ga и As₄ для определения температуры поверхности подложки в интервале $\sim 873-1000$ К

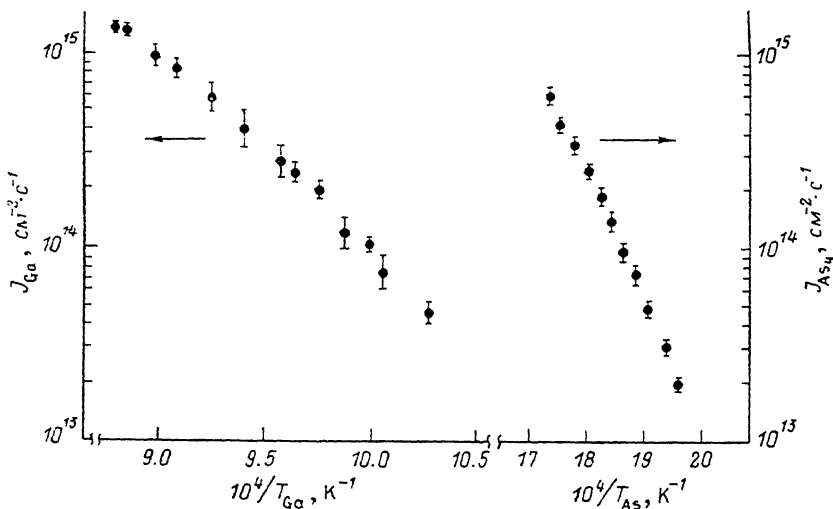


Рис. 3. Зависимости величины потока галлия J_{Ga} и мышьяка J_{As_4} от эффективной температуры соответствующего молекулярного источника.

мы использовали участок фазовой диаграммы поверхности (001) GaAs из работы [7], а именно температурную зависимость структурного перехода $(1 \times 1) \rightarrow c(8 \times 2)$ Ga стабилизированная поверхность. На рис. 4 приведен участок указанной фазовой диаграммы для случая, когда поток Ga поддерживается на уровне $J_{Ga} \approx 2.5 \times 10^{13} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ (соответствующая скорость роста $V_p \approx 0.04 \text{ мкм/ч}$).

Измерения температуры подложки осуществляли следующим образом. Начав процесс МПЭ при температуре удаления естественного окисла с подложки

GaAs, постепенно со скоростью 1—5 К/мин повышали T_s . Наблюдали последовательность структурных переходов $(2 \times 4) \rightarrow (3 \times 1) \rightarrow (1 \times 1) \rightarrow c(8 \times 2)$. Температура последнего перехода фиксировалась, а заслонка перед источником с Ga

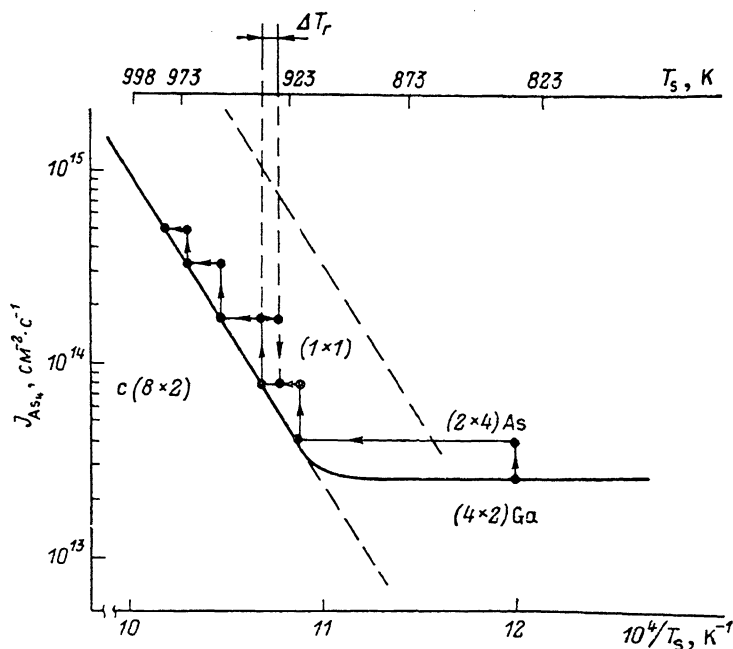


Рис. 4. Участок фазовой диаграммы поверхности GaAs (001) для структурных переходов $(1 \times 1) \rightleftharpoons c(8 \times 2)$ и $(2 \times 4) \text{As} \rightleftharpoons (4 \times 2) \text{Ga}$ при МПЭ для потока галлия $J_{\text{Ga}} \approx 5 \times 10^{13} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ (взято из работы [7]).

закрывалась. После закрытия заслонки перед Ga наблюдали переход $c(8 \times 2) \rightarrow (1 \times 1)$. Затем в течение 5—10 мин проводили увеличение потока As_4 до нового значения J_{As_4} (указано стрелками на рис. 4) и вновь открывали заслонку перед источником Ga и повышали T_s до момента наблюдения структурного перехода $(1 \times 1) \rightarrow c(8 \times 2)$. Определенные таким образом величины температуры поверх-

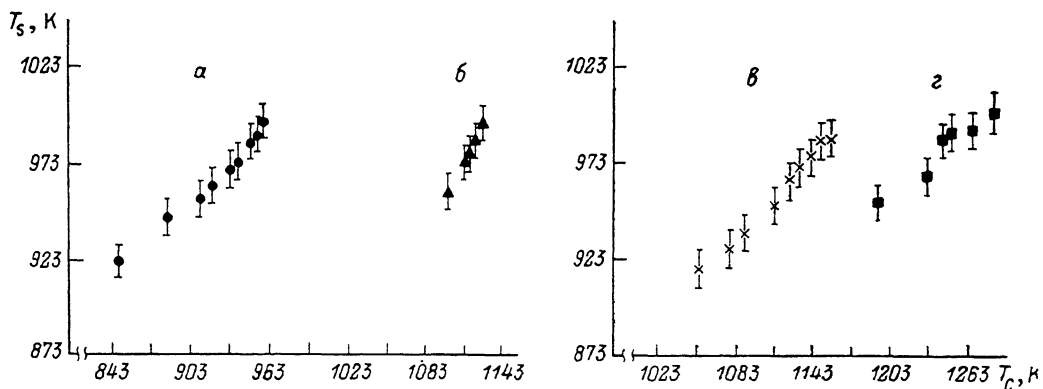


Рис. 5. Зависимость температуры поверхности подложки T_s GaAs (001) от температуры «свидетеля» T_c для различных схем нагрева и крепления подложки.

а соответствует рис. 1, б — рис. 1, в; в — рис. 1, б; г — рис. 1, а.

ности подложки T_s сопоставлялись со значениями температуры «свидетеля» T_c , измеренными с помощью термопары ВР 5/20 и наносились на график рис. 5.

Необходимо добавить, что точность определения температуры структурного перехода $(1 \times 1) \rightarrow c(8 \times 2)$ или $c(8 \times 2) \rightarrow (1 \times 1)$ не хуже ± 10 К. Одна из при-

чин — наблюдавшийся гистерезис «температурно-потоковой» зависимости этого структурного перехода (рис. 4) (T_1).

Обсуждение и практическое приложение результатов

Приведенные на рис. 5 четыре зависимости, связывающие величину температуры поверхности подложки (001) GaAs и значение температуры «свидетеля», позволяют заключить, что максимальная эффективность радиационного нагрева достигается в случае, когда используется так называемый «In-free» подложкодержатель, а спираль нагревателя не экранируется (рис. 1, г) пластиной из пиролитического нитрида бора. Применение такой схемы позволяет обеспечить нагрев подложки вплоть до ~ 1400 К. Однако однородность прогрева подложки в этой схеме во многом определяется конструкцией нагревателя и подложкодержателя. Тем не менее применение указанной схемы позволило нам реализовать на ЭП-1301 процесс МПЭ GaAs на Si (001) [8].

Максимальная однородность нагрева достигается в случае применения сплошного подложкодержателя, на который подложка наклеивается с помощью индия (рис. 1, а, б). При этом введение в зазор между подложкодержателем и нагревателем пластины из пиролитического нитрида бора (рис. 1, а) повышает однородность прогрева [2]. Но в целом такая схема нагрева имеет существенный недостаток, связанный со значительным паразитным разогревом деталей манипулятора, на котором крепится подложкодержатель. Это явилось одной из причин достигнутого нами при МПЭ по этой схеме уровня фонового легирования в слоях GaAs(001), выращенных при $T_s \approx 870$ К, а именно $n \sim 2 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ при $\mu_{77 \text{ К}} \approx 17\,000 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$ и $\mu_{300 \text{ К}} \approx 5000 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$.

Выводы

1. Точность измерения температуры подложки по фазовой диаграмме поверхности не хуже ± 10 К при МПЭ GaAs (001). Погрешность измерений определяется стабильностью потоков мышьяка и галлия, а также гистерезисом структурного перехода (1×1) \rightleftharpoons с (8×2).

2. Максимальная эффективность радиационного нагрева подложки при МПЭ достигается при использовании «In-free» подложкодержателя. Однако такая схема МПЭ требует применения не только нагревателей с заданной плотностью излучения по площади, но и малоинерционной ПИД — система регулирования и поддержания температуры на заданном уровне.

Авторы выражают благодарность В. М. Устинову за проведение холловских измерений.

Список литературы

- [1] Wright S. L., Marks R. F., Wang W. I. // J. Vac. Sci. Technol. 1986. Vol. B 4 (2). P. 505—506.
- [2] Hellman E. S., Pitner P. M., Harwit A. et al. // J. Vac. Sci. Technol. 1986. Vol. B4 (2). P. 574—577.
- [3] Mars D. E., Miller J. N. // J. Vac. Sci. Technol. 1986. Vol. B4 (2). P. 571—573.
- [4] Mizutani T. // J. Vac. Sci. Technol. 1988. Vol. B6 (6). P. 1671—1677.
- [5] Wright S. L., Marks R. F., Goldberg A. E. // J. Vac. Sci. Technol. 1988. Vol. B6 (3). P. 842—845.
- [6] Калагин А. К., Мошегов Н. Т., Олзоев И. К. и др. // Тез. докл. VII Всесоюз. конф. по росту кристаллов и симпозиума по МТЭ. М., 1988. Т. IV. С. 50—51.
- [7] Newstead S. M., Kubiak R. A. A., Parker E. H. C. // J. Cryst. Growth. 1987. Vol. 81. P. 49—54.
- [8] Антимонов В. Г., Бер Б. Я., Никушин С. А. и др. // Тез. докл. I Всесоюз. конф. по физическим основам твердотельной микроэлектроники. Л., 1989. Т. В. С. 55.
- [9] Neave J. H., Joyce B. A., Dobson P. J., Norton N. // J. Appl. Phys. 1983. Vol. A31. P. 1—8.