

# Исследование поперечного скола структур методом комбинационного рассеяния света

© С.М. Планкина\*, О.В. Вихрова<sup>+</sup>, Ю.А. Данилов\*, Б.Н. Звонков<sup>+</sup>,  
Н.Ю. Коннова\*, А.В. Нежданов\*, И.Ю. Пашенькин\*

\* Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,  
603950 Нижний Новгород, Россия

<sup>+</sup> Научно-исследовательский физико-технический институт  
Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского,  
603950 Нижний Новгород, Россия

E-mail: plankina@phys.unn.ru

(Получена 27 апреля 2016 г. Принята к печати 10 мая 2016 г.)

Методом сканирующей конфокальной спектроскопии комбинационного рассеяния света исследована кристаллическая структура GaAs, облученного ионами  $Mn^+$  с последующим импульсным лазерным отжигом. Сканирование поперечного скола образцов показало, что в результате лазерного отжига она полностью восстанавливается на всю глубину имплантации. Обнаружено рассеяние на связанной фонон-плазмонной моде, свидетельствующее об электрической активации примеси при дозах марганца выше  $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . На примере данных исследований продемонстрированы возможности метода сканирующей конфокальной спектроскопии комбинационного рассеяния света при исследовании поперечного скола структур, а на тестовом образце с  $\delta$ -слоем углерода установлено, что латеральное разрешение метода составляет 300 нм.

## 1. Введение

Метод конфокальной спектроскопии комбинационного рассеяния света (микро-КРС) является чрезвычайно информативным, и в то же время неразрушающим методом, не требующим специальной подготовки образцов. Однако в геометрии обратного рассеяния, когда волновые векторы падающего и рассеянного света нормальны к плоскости структуры, можно получить информацию только о приповерхностных слоях толщиной в несколько десятков нанометров. Поэтому для исследования многослойных структур все чаще используется, например, пространственное (по глубине эпитаксиального слоя) картографирование фононных спектров комбинационного рассеяния света (КРС) пошаговым перемещением фокуса от поверхности к границе с подложкой [1] или сканирование косоугольного шлифа структуры [2,3]. На наш взгляд, первый способ затруднителен для интерпретации результатов из-за сложности привязки спектров к координате сканирования в силу зависимости фокусного расстояния от коэффициента поглощения [4]. Использование косоугольного шлифа позволяет значительно увеличить разрешающую способность метода и получить интересные результаты, но при этом требуется специальная подготовка образцов. В ряде работ [5,6] используется сканирование поперечного скола структур (с торца), и авторы считают, что латеральное разрешение при исследовании поперечного скола равно размеру лазерного пучка в фокусе. Такая конфигурация, на наш взгляд, очень интересна для исследования многослойных структур, так как позволяет получать информацию о пространственной однородности кристаллической структуры и распределении деформаций в слоях. При этом из-за неоднородного распределения лазерного излучения

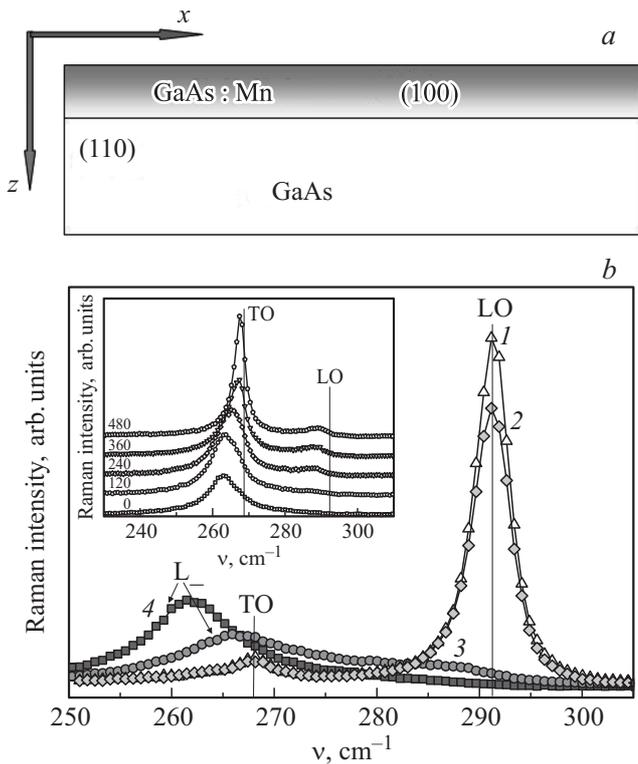
в пучке и в соответствии с критерием Рэлея латеральное разрешение должно быть субмикронным [7].

Цель данной работы заключалась в выяснении возможностей исследования методом конфокальной спектроскопии комбинационного рассеяния света поперечного скола структур на основе полупроводников  $A^{III}B^V$ .

## 2. Методика эксперимента

Были исследованы ионно-имплантированные образцы GaAs:Mn после наносекундного импульсного лазерного отжига. Методика наносекундного импульсного лазерного отжига перспективна для восстановления кристаллической структуры и активации примеси в сильно легированных ионно-облученных полупроводниках [8]. В качестве исходных использованы пластины  $i$ -GaAs(100), облученные ионами  $Mn^+$  с энергией 50–200 кэВ и дозами ( $D_{Mn}$ ) в диапазоне  $1 \cdot 10^{13} - 5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Глубина имплантации, рассчитанная с применением программы TRIM [9], для энергии ионов 200 кэВ составляет 300 нм. Импульсный лазерный отжиг выполнен в ИФМ РАН с помощью эксимерного лазера LPX-200 (KrF) с длиной волны излучения 248 нм, длительностью импульса  $\approx 30$  нс, плотностью энергии в импульсе до  $500 \text{ мДж/см}^2$ . Задачей исследования комбинационного рассеяния было выяснение влияния дозы введенного марганца и условий импульсного лазерного отжига на свойства облученных слоев GaAs:Mn.

В качестве тестовой для определения латерального разрешения метода была использована выращенная методом МОС-гидридной эпитаксии при атмосферном давлении гетероструктура с квантовой ямой  $In_yGa_{1-y}As$  и одиночным  $\delta$ -слоем углерода в буферном слое  $In_xGa_{1-x}As$ .



**Рис. 1.** *a* — схема образца и две конфигурации геометрии обратного рассеяния. Сканирование поперечного склоа образцов проходило в направлении *z*. *b* — спектры КРС поверхности (100) лазерно-отожженных слоев GaAs:Mn с различной дозой имплантации, см<sup>-2</sup>: 1 — 1 · 10<sup>13</sup>, 2 — 1 · 10<sup>14</sup>, 3 — 1 · 10<sup>16</sup>, 4 — 5 · 10<sup>16</sup>. На вставке приведены спектры КРС от поперечного склоа (110) образца с дозой 5 · 10<sup>16</sup> см<sup>-2</sup> на различном расстоянии от поверхности (указано рядом с кривыми, нм).

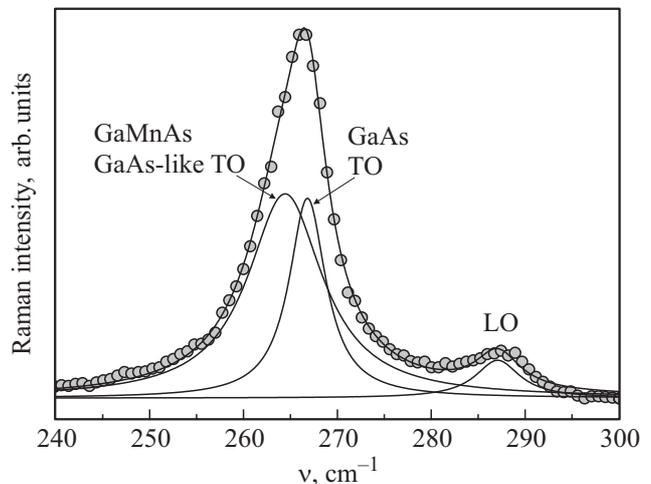
Исследования спектров КРС проводились на установке „ИНТЕГРА Спектра“ при комнатной температуре с использованием лазера с длиной волны 0.473 мкм. Излучение фокусировалось 100× объективом с апертурой NA = 0.95 в пятно диаметром ~ 1 мкм, мощность пучка составляла ~ 0.5 мВт. Спектры регистрировались в геометрии обратного рассеяния в двух конфигурациях (рис. 1, *a*): от плоскости (100) и от поперечного склоа структуры по плоскости спайности (110) в режиме латерального сканирования. Сканирование проводилось по направлению [100] (обозначено как *z*), с шагом 20–40 нм.

### 3. Экспериментальные результаты и обсуждение

Исследование спектров КРС от поверхности (100) образцов GaAs, облученных ионами Mn, показывает, что без лазерного отжига приповерхностная область является аморфной даже при небольших дозах имплантации. Лазерный отжиг приводит к восстановлению кристаллической структуры. Условие лазерного отжига,

а именно изменение плотности энергии в импульсе от 250 до 500 мДж/см<sup>2</sup>, не оказывает заметного действия на свойства слоев GaAs:Mn. Гораздо большее влияние имеет доза введенного марганца. На рис. 1, *b* приведены спектры КРС от поверхности (100) образцов, облученных различными дозами Mn. В соответствии с правилами отбора в данной геометрии разрешенной является LO-мода, которая доминирует на спектрах образцов с дозой имплантации 1 · 10<sup>13</sup> и 1 · 10<sup>14</sup> см<sup>-2</sup> (кривые 1, 2). Появление на этих спектрах запрещенной поперечной моды связано с конечностью входной апертуры спектрометра. Вид спектров свидетельствует о том, что в результате лазерного отжига происходит кристаллизация облученных слоев. С ростом дозы имплантации Mn до 1 · 10<sup>16</sup> и 5 · 10<sup>16</sup> см<sup>-2</sup> LO-мода исчезает, появляется связанная фоновая мода (СФПМ, на рисунке обозначена как L<sub>-</sub>), свидетельствующая об электрической активации примеси, возможной только при образовании твердого раствора GaMnAs. Вид спектров аналогичен полученным в работе [10]. По виду кривых 3 и 4 трудно сделать вывод о кристаллических свойствах слоев. Исследование поперечного склоа структуры позволяет этот вопрос решить, так как правила отбора запрещают появление продольной моды и СФПМ от плоскости (110). На вставке приведены спектры, полученные от поперечного склоа структуры с максимальной дозой имплантации 5 · 10<sup>16</sup> см<sup>-2</sup> на различном расстоянии от поверхности. Как видно из рисунка, на всех спектрах доминирует разрешенная в данной геометрии ТО-мода. Это свидетельствует о том, что в результате лазерного отжига происходит кристаллизация облученного слоя на всю глубину имплантации.

На рис. 2 приведена аппроксимация функцией Лоренца спектра КРС от поперечного склоа (110) образца с дозой 5 · 10<sup>16</sup> см<sup>-2</sup> на расстоянии *z* = 300 нм от поверхности. Видно, что в частотном диапазоне 263–267 см<sup>-1</sup>



**Рис. 2.** Аппроксимация функцией Лоренца спектра КРС от поперечного склоа (110) образца с дозой 5 · 10<sup>16</sup> см<sup>-2</sup> на расстоянии *z* = 300 нм от поверхности.

разрешаются две поперечные моды: от подложки GaAs и от образованного в результате имплантации и лазерного отжига слоя твердого раствора GaMnAs (GaAs-подобная ТО-мода). Продольные моды не разрешаются из-за меньшей интенсивности. Аппроксимация функцией Лоренца позволила построить зависимости отклонения частоты ТО-моды в облученном слое от значения  $\nu_0 = 268.6 \text{ см}^{-1}$ , характерного для GaAs, от координаты сканирования. На рис. 3 они приведены для образцов с максимально различающимися дозами имплантации. В образце с дозой имплантации  $10^{13} \text{ см}^{-2}$  (кривая 1) сдвига ТО-моды не наблюдается. Интенсивность моды в направлении сканирования растет монотонно, полная ширина линии на полувысоте меньше  $3 \text{ см}^{-1}$  и остается постоянной (здесь не приводятся). Иное поведение демонстрируют зависимости, полученные на образце с дозой имплантации  $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ . Кривые 2 и 3 показывают сдвиг поперечных мод в слое GaMnAs и подложке соответственно. Область, где одновременно регистрируются обе моды, составляет 300 нм, что должно соответствовать латеральному разрешению метода сканирующей конфокальной спектроскопии комбинационного рассеяния света. Кривая 4 соответствует частотному положению суперпозиции этих мод. Интенсивность GaAs-подобной ТО-моды изменяется немонотонно с максимумом при 180 нм (кривая 5), находящимся вблизи середины облученного слоя. Интенсивность ТО-моды GaAs (кривая 6) растет монотонно по мере приближения к подложке. Отклонение частотного положения поперечной моды у поверхности в низкочастотную сторону составляет  $5.5 \text{ см}^{-1}$ . Полная ширина поперечной моды GaAs на полувысоте увеличивается от  $2.6 \text{ см}^{-1}$  в подложке до  $4.8 \text{ см}^{-1}$  на границе с облученным слоем, GaAs-подобной ТО-моды — от  $3.2 \text{ см}^{-1}$  до  $10.5 \text{ см}^{-1}$  в направлении к поверхности.

Частотное положение поперечной моды в образце с дозой имплантации  $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  определяется двумя факторами: содержанием марганца в твердом растворе GaMnAs (причем распределение марганца не является равномерным) и напряжениями, возникающими из-за различий параметров решетки твердого раствора и GaAs. Оценка максимального содержания марганца по отклонению положения ТО-моды с использованием данных [10] без учета влияния напряжений дает значение 6%. Параметр решетки GaMnAs с содержанием Mn 6%  $a = 0.5674 \text{ нм}$  и рассогласование  $\Delta a/a$  (%) в соответствии с данными [11] составляет 0.32% относительно GaAs. Это приводит к возникновению напряжения сжатия в слое GaMnAs и сдвигу фоновых мод в высокочастотную сторону. Таким образом, не учитывая напряжения при оценке состава твердого раствора, мы можем только занижать реальное значение содержания Mn в слое.

Считается, что латеральное разрешение при исследовании поперечного скола равно размеру лазерного пучка в фокусе [6], однако в соответствии с критерием Рэлея для  $\lambda = 0.473 \text{ мкм}$  оно должно составлять 300 нм [7].

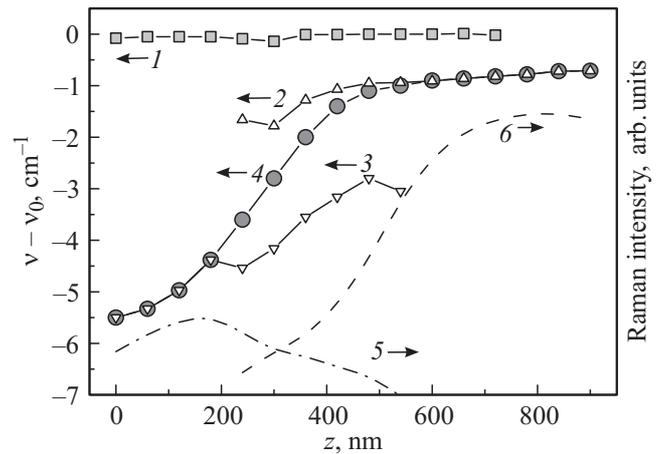


Рис. 3. Зависимость от координаты сканирования отклонения частоты поперечных мод от положения в GaAs (1–4) и их интенсивности (5, 6) в лазерно-отожженных образцах с дозой имплантации,  $\text{см}^{-2}$ : 1 —  $10^{13}$ ; 2–6 —  $5 \cdot 10^{16}$ . Поперечные моды: 2, 6 — ТО-мода подложки GaAs; 3, 5 — GaAs-подобная ТО-мода слоя GaMnAs; 4 — суперпозиция ТО-моды подложки GaAs и GaAs-подобной ТО-моды слоя GaMnAs.

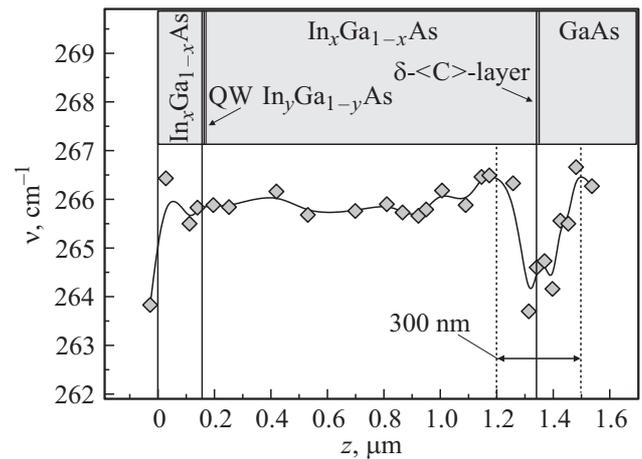


Рис. 4. Зависимость частотного положения GaAs-подобной ТО-моды твердого раствора  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  от координаты сканирования в тестовой структуре с квантовой ямой  $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}$  и  $\delta$ -слоем углерода. На вставке приведена схема структуры.

Для выяснения этого вопроса была использована тестовая структура, схема которой приведена на вставке к рис. 4. На спектрах КРС (здесь не приводятся), полученных на поперечном сколе структуры в пределах слоя  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ , обнаруживается рассеяние на GaAs-подобных и InAs-подобных ТО-фононах. Частотное положение и интенсивность фоновых мод зависят от координаты сканирования. На рис. 4 приведена зависимость частотного положения наиболее интенсивной GaAs-подобной ТО-моды. Видно, что вблизи  $\delta$ -слоя углерода наблюдается заметный низкочастотный сдвиг, который связан с уменьшением параметра решетки и появлением локальных напряжений растяжения в ре-

зультате замещения мышьяка углеродом [12]. Профиль изменения частоты является сверткой эффективности комбинационного рассеяния (являющейся функцией частоты  $\nu$  и координаты  $z$ ) и пространственного распределения интенсивности падающего лазерного пучка.  $\delta$ -слой размывается до 300 нм, что фактически соответствует латеральному разрешению метода для длины волны лазерного излучения 0.473 мкм. В таком же диапазоне координат одновременно регистрируются ТО-мода от GaAs и GaAs-подобная ТО-мода от слоя твердого раствора GaMnAs (рис. 3).

Квантовая яма  $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  на спектрах КРС тестовой структуры не обнаруживается не только из-за слабой интенсивности полезного сигнала от тонкого (10 нм) слоя, но и по причине действия двух факторов, влияющих на частотное положение GaAs-подобной и InAs-подобной фононных мод и компенсирующих друг друга. Напряжения сжатия в квантовой яме приводят к высокочастотному, а увеличение содержания In в квантовой яме по сравнению с буферным слоем — к низкочастотному сдвигу положения фононных мод.

#### 4. Заключение

Продемонстрированы возможности конфокальной сканирующей спектроскопии комбинационного рассеяния при исследовании кристаллического качества сильно легированных в процессе имплантации и последующего импульсного лазерного отжига слоев GaAs:Mn. Аппроксимация спектров КРС от поперечного скола структуры выявила наличие двух поперечных мод: от подложки GaAs и GaAs-подобной ТО-моды от легированного Mn слоя GaAs. Вместе с обнаружением рассеяния на связанной фонон-плазмонной моде это доказывает образование в результате имплантации и лазерного отжига твердого раствора GaMnAs. Оценка максимального содержания марганца в GaMnAs дает 6%. Показано, что латеральное разрешение метода сканирующей конфокальной спектроскопии комбинационного рассеяния составляет 300 нм.

Работа выполнена в рамках реализации государственного задания (проект № 8.1054.2014/К) Министерства образования и науки России, при поддержке РФФИ (гранты № 15-02-07824\_a, 16-07-01102\_a).

#### Список литературы

- [1] В.В. Стрельчук, В.П. Кладько, Е.А. Авраменко, А.Ф. Коломыс, Н.В. Сафрук, Р.В. Конакова, Б.С. Явич, М.Я. Валах, В.Ф. Мачулин, А.Е. Беляев. ФТП, **44**, 1236 (2010).
- [2] R.M.B. Agaiby, S.H. Olsen, P. Dobrosz, H. Coulson, S.J. Bull, A.G. O'Neill. J. Appl. Phys., **104** (1), 013 507 (2008).
- [3] R. Srnanek, J. Geurts, M. Lentze, G. Irmer, D. Donoval, P. Brdecka, P. Kordos, A. Förster, B. Sciana, D. Radziewicz, M. Placzala. Appl. Surf. Sci., **230** (1–4), 379 (2004).
- [4] N.J. Everall. Appl. Spectroscopy, **54** (10), 1515 (2000).
- [5] В.А. Володин. Письма ЖЭТФ, **89** (8), 483 (2009).
- [6] В.А. Володин. ФТП, **53**, 377 (2011).
- [7] Л. Новотный, Б. Хехт. Основы нанооптики (М., Физматлит, 2009).
- [8] А.В. Двуреченский, Г.А. Качурин, Е.В. Нидаев, Л.С. Смирнов. Импульсный отжиг полупроводниковых материалов (М., Наука, 1982).
- [9] J.F. Ziegler. Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B, **219/220**, 1027 (2004).
- [10] W. Limmer, M. Glunk, S. Mascheck, A. Koeder, D. Klarer, W. Schoch, K. Thonke, R. Sauer, A. Waag. Phys. Rev. B, **66**, 205 209 (2002).
- [11] F. Matsukura, H. Ohno, T. Dietl. In: Handbook of Magnetic Materials, ed. K.H.J. Buschow (Elsevier, Amsterdam, 2002) v. 14, p. 1–87.
- [12] Б.Н. Звонков, О.В. Вихрова, Ю.А. Данилов, Ю.Н. Дроздов, М.Н. Дроздов, И.Л. Калентьева, А.В. Кудрин. ФТП, **46**, 1527 (2012).

Редактор А.Н. Смирнов

#### Study of structures by Raman scattering spectroscopy on cleaved cross-sections

S.M. Plankina\*, O.V. Vikhrova<sup>+</sup>, Yu.A. Danilov\*, B.N. Zvonkov<sup>+</sup>, N.Yu. Konnova\*, A.V. Nezhdanov\*, I.Yu. Pashenkin\*

\* Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, 603950 Nizhny Novgorod, Russia  
<sup>+</sup> Physicotechnical Research Institute of the Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, 603950 Nizhny Novgorod, Russia

**Abstract** Scanning confocal Raman spectroscopy was applied to study the cleaved cross-sections of semiconductor structures with layer fabricated by implantation of ions  $\text{Mn}^+$  with subsequent pulsed laser annealing. We show how combination a backscattering geometry from a plane (100) and a lateral scanning of cleaved facets (110) allows us to demonstrate clearly that the implanted layers were crystallized in annealing process for all thickness. Using test structure with single  $\delta(\text{C})$ -doped InGaAs layer we show that lateral resolution of the scanning micro-Raman spectroscopy is of 300 nm.