

©1995 г.

## ИЗУЧЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНОЙ КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ КВАНТОВЫХ ЯМ В ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ НА ОСНОВЕ $A^{III}B^V$ С ПОМОЩЬЮ АКУСТООПТИЧЕСКОГО МОНОХРОМАТОРА

*В.Л.Деноткин, С.М.Копылов, В.Г.Кригель, О.А.Лабутин, А.В.Тарасов*

Научно-исследовательский институт «Полюс»,  
117342, Москва, Россия

(Получена 2 августа 1994 г. Принята к печати 31 октября 1994 г.)

Приведено описание спектрометра катодолюминесцентного излучения с акустооптическими фильтрами, смонтированного на колонне растворимого электронного микроскопа и имеющего ряд преимуществ по сравнению с традиционно используемыми. Большая светосила и наличие электронного управления перестройкой монохроматора позволили зарегистрировать спектры спонтанного излучения и визуализировать рекомбинационно-активные дефекты в квантово-размерных слоях лазерных гетероструктур на основе  $A^{III}B^V$ .

### Введение

В последние годы для оптоэлектронных применений все больший интерес вызывают полупроводниковые гетероструктуры с квантовыми ямами [1,2]; особо важны они в таких направлениях, как полупроводниковые лазеры и длинноволновые инфракрасные фотодиоды. Требование высокого эпитаксиального совершенства слоев квантово-размерного диапазона находится на пределе возможностей технологии. Необходимость диагностики таких слоев и инициировала данную работу.

Известно, что катодолюминесцентный микроанализ (КЛМА), реализуемый в растровых электронных микроскопах (РЭМ), является важным инструментом изучения локальных излучательных свойств полупроводниковых материалов [3]. Обычно спектрометры катодолюминесцентного излучения, используемые совместно с РЭМ, базируются на призмных монохроматорах либо на монохроматорах с дифракционными решетками. Эти традиционно используемые типы монохроматоров не позволяют проводить КЛМА с высоким спектральным разрешением и многократным накоплением слабых сигналов, поскольку

призмённые монохроматоры имеют невысокое спектральное разрешение ( $\sim 15$  нм), а монохроматоры на дифракционных решетках, имеющие достаточно высокое разрешение ( $\sim 0.1$  нм), обладают инерционной перестройкой длины волны, что обусловлено механическим перемещением деталей при повороте дифракционной решетки. Кроме того, при использовании монохроматора на дифракционной решетке возникает проблема, связанная с вводом в него излучения. Например, в случае использования стандартного спектрометра, установленного рядом с электронно-вакуумной колонной РЭМ, ввод излучения иногда осуществляется через оптическое волокно (при этом теряется до 50% света), если же делается жесткий монтаж и сигнал передается с помощью зеркальной оптики, то свет практически не теряется, однако РЭМ лишается виброразвязки электронно-оптической колонны, что приводит к ухудшению геометрического разрешения микроскопа.

Настоящая работа посвящена описанию малогабаритного спектрометра катодолюминесцентного излучения с электронной перестройкой частоты, разработанного нами специально для исследования квантовых ям в лазерных гетероструктурах с помощью микроанализатора «Самбах» [4]. Описываются результаты низкотемпературных исследований активных областей эпитаксиальных гетероструктур, проведенные с его помощью.

### Методика эксперимента

Работа акустооптического монохроматора [5,6] основана на изменении плоскости поляризации света при коллинеарном взаимодействии распространяющихся в кристалле акустооптического фильтра (АОФ) световой и звуковой волн при выполнении условий синхронизма:

$$k_e - k_d = q, \quad (1)$$

где  $k_e$ ,  $k_d$  — волновые векторы падающей и дифрагированной световой волны,  $q$  — волновой вектор звуковой волны. Из условия синхронизма следует зависимость длины волны дифрагированного света  $\lambda$  от частоты звуковой волны  $f$ :

$$\lambda = v\Delta n/f, \quad (2)$$

где  $\Delta n$  — разность показателей преломления обыкновенного и необыкновенного лучей (двулучепреломление),  $v$  — скорость звуковой волны.

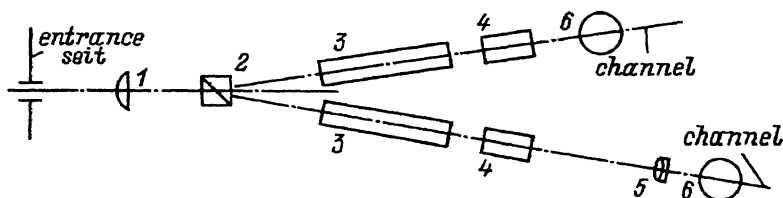


Рис. 1. Оптический блок акустооптического спектрометра. 1 — линза, 2 — поляризатор, 3 — акустооптические фильтры, 4 — анализаторы, 5 — линза, 6 — фотоприемные устройства.

На рис. 1 изображена оптическая схема спектрометра. Его оптический блок содержит: линзы (1 и 5), поляризатор (2), два акустооптических фильтра (3), анализаторы (4) и фотоприемные устройства (6). Малые габариты и вес (порядка 1.5 кг) блока позволили смонтировать его на электронно-вакуумной колонне микроскопа с непосредственным вводом излучения через кварцевое вакуумное окно колонны и коллимирующую линзу (1) без ухудшения геометрического разрешения РЭМ. Двухканальный способ регистрации лучей с различной поляризацией обеспечил нам возможность квазиодновременной регистрации спектра излучения в видимом и ближнем инфракрасных (ИК) диапазонах с помощью двух акустооптических фильтров. Для проведения измерений в канале I на АОФ подавали управляющее напряжение частотой  $(48 \div 24)$  МГц, что соответствовало диапазону длин волн  $(0.6 \div 0.9)$  мкм. Для работы в канале II на АОФ подавали управляющее напряжение частотой  $(24 \div 12)$  МГц, что обеспечивало диапазон  $(0.9 \div 1.6)$  мкм. Материалом АОФ являлся кристалл молибданаата кальция  $\text{CaMoO}_3$ , прозрачный в видимом и ближнем ИК диапазонах.

Регистрация излучения в канале I осуществлялась фотоэлектронным умножителем XP-1017 производства фирмы «Radiotechnic» с фотокатодом типа SR-20, а в канале II — фотодиодом ФД-500-К типа Б, выполненном на базе гетероструктуры из  $\text{InP/GaAs/InP}$  с чувствительной площадкой диаметром 500 мкм. Два основных режима катодolumинесцентных измерений (спектральный и интегральный) выбирались путем поворота анализатора 4.

Накопление экспериментальных результатов и управление режимами работы АОФ проводилось с помощью компьютера. Наличие цифрового электронного управления перестройкой монохроматора с помощью синтезатора частоты и отсутствие движущихся механических частей, а значит, и механических люфтов в спектрометре обеспечивает быструю и точную настройку на заданную длину волны. Время перестройки между любыми частотами во всем диапазоне от 0.6 до 1.6 мкм определяется временем прохода звуковой волны по кристаллу и составляет  $\tau \approx 1$  мсек. Это позволило проводить как экспрессные измерения, так и измерения с многократным сканированием по участку спектра, что особенно важно в тех случаях, когда оптические характеристики изучаемой поверхности образца изменяются под действием электронного пучка.

Существенным дополнительным параметром обсуждаемого монохроматора является значительная угловая апертура АОФ, которая обеспечивает заметное превышение его светосилы по сравнению с характеристиками призмных и решеточных приборов.

## Результаты эксперимента

Проводилось исследование химического состава и дефектности квантово-размерных слоев (КРС), являющихся активными областями в двойных гетероструктурах полупроводниковых лазеров, имеющих длину волны излучения  $\lambda = 1.55$  мкм, которые выращивались методом МОС гидридной (МОСVD) эпитаксии в системах твердых растворов  $\text{InP/InGaAsP}$  и  $\text{InP/InPAs}$ . Малая толщина квантово-размерных слоев (менее  $100 \text{ \AA}$ ) не позволяет измерять их химический состав с помощью

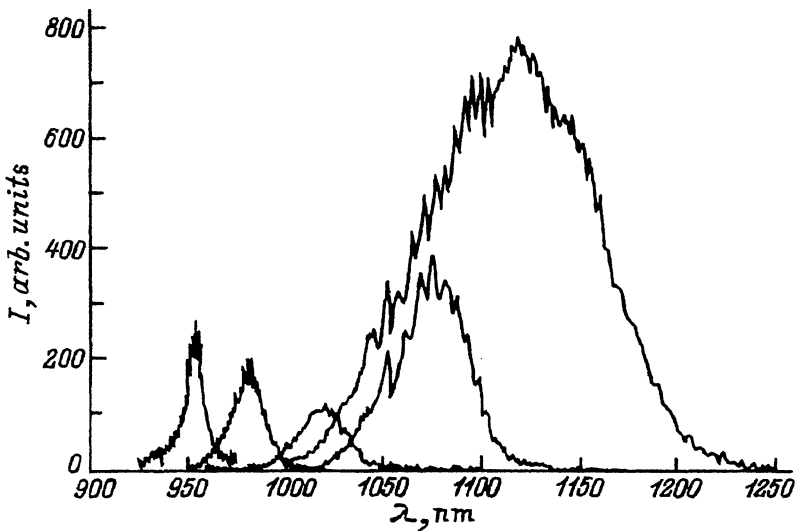


Рис. 2. Спектры катодолюминесценции лазерных гетероструктур в системе InPAs/InP с квантово-размерной активной областью;  $E = 20 \text{ кэВ}$ ,  $T \approx 100 \text{ К}$ .

обычно используемого рентгеноспектрального микроанализа. Применение для этой цели метода спектрального КЛМА позволяет резко повысить продольную локальность измерений. В данных гетероструктурах квантово-размерные слои имеют меньшую ширину запрещенной зоны, чем окружающие барьерные слои и представляют собой квантовую яму, носители в которой находятся на квантованных энергетических уровнях. При исследовании квантово-размерных слоев в двойной гетероструктуре проводилась накачка электронно-дырочных пар в полупроводник с помощью электронного пучка РЭМ, подобно тому как это делалось при электронно-зондовых исследованиях деградации инжекционных лазеров в работе [7] (но при значительно меньших токах).

Даже в том случае, когда квантово-размерные слои располагались значительно ниже поверхности образца, регистрировалась электролюминесценция. Это давало возможность определения химического состава отдельной квантовой ямы. Так, на рис. 2 представлены низкотемпературные спектры излучения пяти образцов, представляющих собой фрагменты лазерных гетероструктур, выращенных без верхнего инжектора и контактного слоев в системе твердых растворов InP/InPAs. Из сравнения спектров видно, что они отличаются не только длинами волн максимумов излучения, но и спектральными полуширинами. Различие в длинах волн максимумов ожидалось, так как выращенные структуры отличались по химическому составу и толщине квантово-размерных слоев. Однако неожиданной оказалась разница в полуширинах. Увеличение спектральной полуширины линии излучения с ростом содержания мышьяка в твердом растворе InPAs объясняется, по-видимому, изменением величины механических напряжений, вызванных рассогласованием периодов кристаллических решеток InPAs и InP.

На рис. 3, а, б представлены микрофотографии рекомбинационно-активных дефектов в квантовых ямах (активные области залегают на глубине примерно 2.5 мкм от поверхности) двух многослойных лазерных гетероструктур, имеющих длину волны излучения  $\lambda \approx 1.55 \text{ мкм}$ .

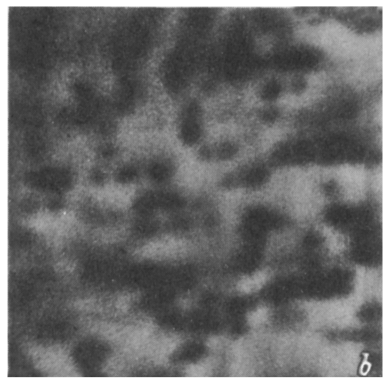
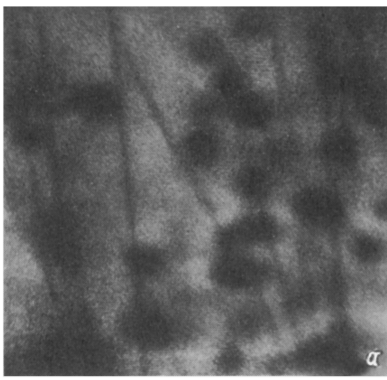


Рис. 3. *a, b* — микрофотографии рекомбинационно-активных дефектов в квантовых ямах гетероструктур InP/GaAs/InP; фотоувеличение  $\times 1000$ ,  $E = 20$  кэВ,  $T \approx 100$  К.

Темные пятна, видимые на фотоснимках, имеют характерные размеры порядка 10 мкм (рис. 3, *a*) и порядка 3 мкм (рис. 3, *b*). Их природа пока не ясна и в настоящее время исследуется. Подобные дефекты в эпитаксиальных слоях лазерных гетероструктур ранее неоднократно наблюдались и описываются, например, в работе [7]. Вместе с тем можно отметить высокое совершенство структур, о чем свидетельствует практически однородное свечение поля зрения нашего спектрометра при исследовании МОС гидридных эпитаксиальных гетероструктур близкой конструкции, выращенных из GaAs/AlGaAs.

Для оценки достигнутого спектрального разрешения проводились измерения с последующим КЛМА образцов алюмоиттриевого граната (АИГ), легированного Eu и Tb. Выбор АИГ в качестве эталона при определении величины разрешения спектрометра обусловлен тем, что собственная полуширина спектральных линий излучения АИГ гораздо уже полосы пропускания монохроматора и, следовательно, по экс-

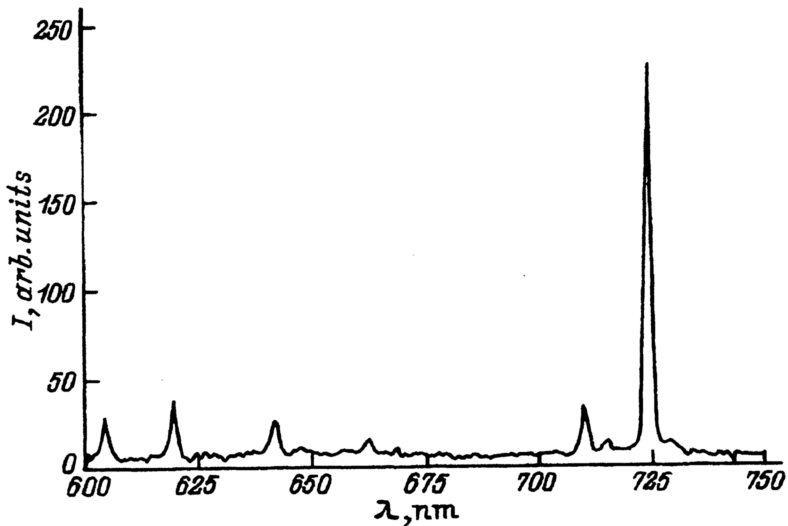


Рис. 4. Спектр излучения алюмоиттриевого граната;  $E = 30$  кэВ,  $T \approx 300$  К.

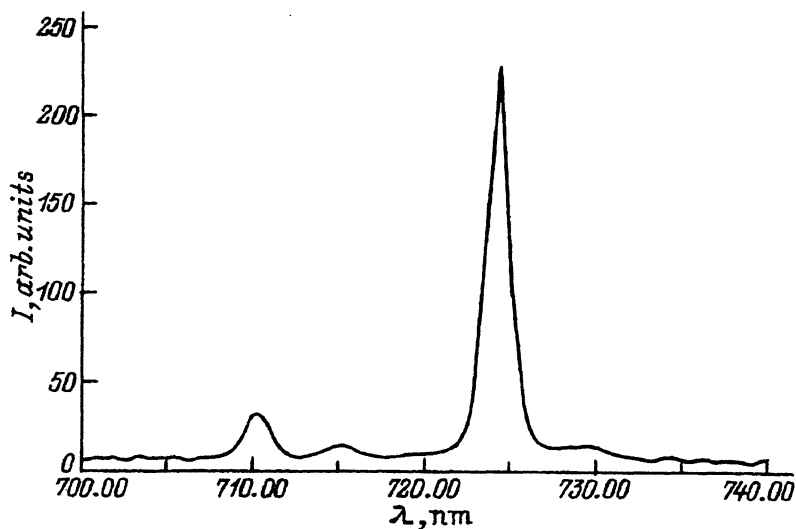


Рис. 5. Участок спектра, изображенного на рис. 5 вблизи линии  $\lambda = 725$  нм.

периментально зарегистрированной полуширине линий эмиссии АИГ можно судить о спектральном разрешении прибора. На рис. 4 представлен спектр катодолюминесцентного излучения граната в диапазоне  $\lambda = (600 \div 750)$  нм. На рис. 5 в увеличенном масштабе изображен участок спектра вблизи линии свечения  $\lambda = 725$  нм. Видно, что величина достигнутого спектрального разрешения, экспериментально определявшаяся по полуширине пика, составляет примерно 1 нм.

### Заключение

Разработка скоростного акустооптического спектрометра для РЭМ обеспечила возможность регистрации спектра катодолюминесценции эпитаксиальных гетероструктур в ближнем инфракрасном диапазоне и позволила провести определение химического состава, изучение степени дефектности квантово-размерных активных слоев, глубоко залегающих под поверхностью лазерной структуры.

### Список литературы

- [1] *Физика полупроводниковых лазеров*, под ред. Х.Такумы (М., 1989). [Пер. с яп.]
- [2] Ж.И. Алферов, С.В. Иванов, П.С. Копьев, Н.Н. Леденцов, В.Я. Мельцер, М.Э. Луценко. *ФТП*, **24**, 201 (1990).
- [3] С.Г. Конников, В.А. Соловьев, В.Е. Уманский, А.В. Чудинов, А.А. Хусаинов. *ФТП*, **20**, 1049 (1986).
- [4] В.Л. Деноткин, С.М. Копылов, В.Г. Кригель, О.А. Лабутин, А.В. Тарасов. *Тез. докл. XV Российск. конф. по электронной микроскопии* (Черноголовка, 1994).
- [5] Б.Г. Лысой, Л.К. Михайлов, С.Л. Серегин, А.А. Соловьев, Е.М. Спицин, О.Б. Чередниченко. *Электронная промышленность*, **2**, 52 (1987).
- [6] С.М. Копылов, Б.Г. Лысой, Л.К. Михайлов, А.А. Соловьев, О.Б. Чередниченко. *Лазерная техника и оптоэлектрон.*, **1**, 54 (1993).
- [7] С.Г. Конников, М.И. Сврдлов, Ф.Я. Филипченко, А.А. Хазанов. *ФТП*, **24**, 2010 (1990).

Редактор Т.А. Полянская

# Study of spectral cathodoluminescence of quantum well layers in $A^{III}B^V$ heterostructures with the acoustooptical monochromator

*V.L.Denotkin, S.M.Kopylov, V.G.Krigel, O.A.Labutin, A.V.Tarasov*

Research & Development Institute «Polus», 117342 Moscow

The cathodoluminescence spectrometer based on tunable acousto-optical filters, having a number of advantages in comparison with traditional ones and attached directly to a SEM electron-optical column, have been developed. Digital control and high transmission of the spectrometer permit to record spectra of spontaneous emission and to visualize maps of radiative-active defects in the quantum-well-active layers of  $A^{III}B^V$  laser heterostructures.

---