

06;10;11;12

Субнанометровое разрешение по глубине при послойном анализе с использованием скользящих Оже-электронов

© М.Н. Дроздов, В.М. Данильцев, Ю.Н. Дроздов,
О.И. Хрыкин, В.И. Шашкин

Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород

Поступило в Редакцию 20 июля 2000 г.

Предложен и реализован новый метод послойного Оже-анализа, использующий различие глубины выхода Оже-электронов, эмитированных под углами вблизи нормали к поверхности и скользящих относительно поверхности. При оптимизированных условиях ионного распыления и при регистрации скользящих Оже-электронов впервые достигнуто субнанометровое разрешение по глубине, равное 0.8 nm, при исследовании высококачественных гетероструктур $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ с квантовыми ямами, изготовленных методом металлоорганической газофазной эпитаксии.

Введение. С начала 90-х гг. в литературе по послойному Оже-анализу широкое распространение получил термин "high resolution Auger depth profiling" [1]. Как количественная характеристика это означало стабильное проведение послойного анализа с разрешением по глубине $1 \div 2$ nm. Однако отдельные результаты такого уровня в практике послойного Оже-анализа отмечаются и в 80-х, и даже в конце 70-х гг. [1–4]. На наш взгляд, более важным является развитие четкой систематизации отдельных видов погрешностей, определяющих разрешение по глубине при анализе, и их идентификация в конкретных экспериментальных условиях. При этом достигается разрешение по глубине, определяемое лишь фундаментальными ограничениями — информационной глубиной метода L_e и артефактами взаимодействия распыляющих ионов с поверхностью твердого тела в каскаде столкновений L_i , свободное от инструментальных погрешностей и погрешностей, обусловленных свойствами образца. Значительные успехи были достигнуты в минимизации артефактов процесса ионного распыления путем снижения энергии распыляющих ионов до нескольких сотен eV, вариации угла падения

ионов на поверхность и их массы. В ряде случаев получено разрешение по глубине порядка $1 \div 1.2 \text{ nm}$, где уже трудно разделить вклады L_e и L_i [1,2]. При анализе элементов, имеющих низко- и высокоэнергетические Оже-переходы, такая неопределенность может быть отчасти разрешена путем проведения послойного анализа с использованием каждого из этих переходов [5–8]. Однако для многих практически важных элементов имеется лишь одна достаточно интенсивная Оже-линия либо Оже-линии близки по энергии.

В то же время информационную глубину L_e можно изменять также путем вариации углов сбора α вылетающих Оже-электронов:

$$L_e = \lambda_e \cdot \cos \alpha, \quad (1)$$

где λ_e — длина свободного пробега электронов, определяемая процессами неупругого рассеяния, а угол α измеряется относительно нормали к поверхности образца. Таким способом с использованием специализированного спектрометра с вращающимся сектором сбора энергоанализатора проводился неразрушающий послойный анализ [4]. Однако глубина анализа при этом очень мала — она ограничена величиной в несколько λ_e , поэтому широкого распространения этот метод не нашел. Вместе с тем сама по себе идея варьирования информационной глубины таким способом может быть использована в сочетании с обычным процессом послойного анализа при ионном распылении. Насколько нам известно, ранее такой вариант послойного анализа никем не обсуждался. Возможность контролируемого изменения L_e при послойном анализе и использования нескольких длин L_e для любых элементов может расширить информацию о функции разрешения по глубине. Кроме того, использование для анализа скользящих Оже-электронов может позволить повысить разрешение по глубине и преодолеть для него рубеж в 1 nm при оптимизированных условиях распыления. В данной работе реализована предлагаемая методика послойного анализа и с ее использованием проведено исследование элементного состава гетероструктур $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$.

Эксперимент. Гетероструктуры $\text{GaAs}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ были изготовлены методом металлоорганической газофазной эпитаксии. Толщина псевдоморфных слоев $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ составляла от 5 до 10 nm, величина x варьировалась от 0.06 до 0.12. Слои $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ зарастивались слоем GaAs толщиной 50–100 nm, что позволяло исследовать фо-

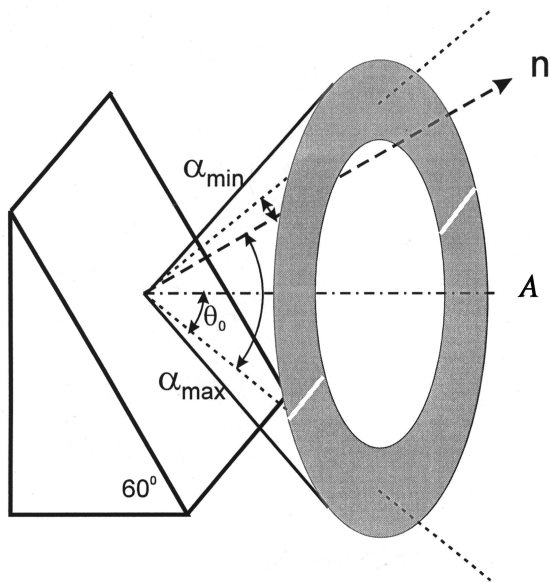


Рис. 1. Расположение диаграммы сбора АЦЗ относительно поверхности образца для 60°-ного держателя. А — ось АЦЗ.

толюминесценцию отдельных квантовых ям $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. Шероховатость поверхности образцов по данным атомной силовой микроскопии (AFM) не превышала 1–1.5 nm; в кратере травления эта величина не изменялась до исследуемых глубин в 0.1 μm . Послойный анализ проводился на Оже-спектрометре ЭСО-3 с однопролетным энергоанализатором типа "цилиндрическое зеркало" (АЦЗ). Детали послойного анализа приведены в наших работах [9,10]. Для калибровки скорости распыления и факторов элементной чувствительности изготавливались дополнительно многослойные структуры $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$, которые тестировались методом рентгеновской дифрактометрии на установке ДРОН-4 и стандартным методом послойного Оже-анализа [9]. Было получено разрешение по глубине для In, равное 1.2 ÷ 1.4 nm, эта величина сохранялась до глубины 0.1 μm .

Угловая диаграмма сбора АЦЗ представляет собой кольцевую область между двумя конусами с вершиной в фокусе АЦЗ и углом между

Ширина переходных областей в структуре GaAs/InGaAs/GaAs(100) на уровне $(0.2-0.8)I_{\max}$ в трех вариантах сбора Оже-электронов

Ширина переходов $(0.2 \div 0.8)I_{\max}$	1 Полный сбор	2 "Скользющие" электроны	3 "Нормальные" электроны
$\Delta Z_1, \text{nm}$	1.4	$1.2 \div 1.4$	1.6
$\Delta Z_2, \text{nm}$	$1.1 \div 1.2$	0.8	1.4

боковой поверхностью и осью $\theta = \theta_0 \pm 6^\circ$, где $\theta_0 = 42.3^\circ$ (рис. 1). Угол вылета Оже-электронов α относительно нормали \mathbf{n} к поверхности образца различен в разных областях диаграммы сбора, его удобно характеризовать средним значением $\langle \cos \alpha \rangle$ для конкретной области сбора. Конечно, эта величина может служить только в качестве грубой оценки для L_e , так как функция распределения эмитированных Оже-электронов сильно зависит от угла. Мы использовали наиболее распространенный 60° -ный держатель, для которого ось АЦЗ составляет 30° к нормали к поверхности образца. Как показано в работе [4], для такого держателя максимальное отношение $\cos \alpha_{\min} / \cos \alpha_{\max}$ при использовании узкой щелевой вращающейся диафрагмы АЦЗ превышает 3. Для проведения измерений с угловой селекцией Оже-электронов был модернизирован стандартный Оже-спектрометр. Две полукольцевые диафрагмы крепились непосредственно на держатель образцов и перекрывали либо верхнюю, либо нижнюю половину всей области сбора, не препятствуя падению ионного пучка. Это возможно благодаря высокой точности позиционирования образца в Оже-спектрометре, т.е. совмещения анализируемой точки с фокусом энергоанализатора при настройке по пику упругоотраженных электронов [11]. Нетрудно показать, что для верхней части области сбора Оже-электронов, близких к нормали $\langle \cos \alpha \rangle \approx 0.85$, а для нижней, скользящей половины $\langle \cos \alpha \rangle \approx 0.43$. Для диаграммы сбора в целом $\langle \cos \alpha \rangle$ составляет 0.64, как и следует из [4]. Таким образом, использование для анализа этих секторов диаграммы сбора в отдельности позволяет в 2 раза варьировать информационную глубину L_e . В отличие от использования нескольких Оже-линий для элемента, в данном случае послонный анализ повторялся несколько раз отдельно с каждой диафрагмой.

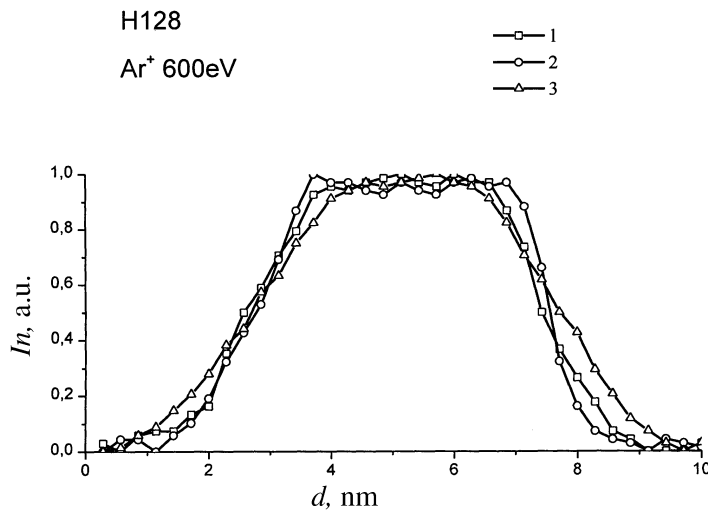


Рис. 2. Нормированное распределение In по глубине (d) в структуре $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ H128 при разных угловых секторах сбора АЦЗ: 1 — сбор 360° ; 2 — ”скользящие”, 3 — вблизи нормали.

Результаты. Результаты послойного анализа структуры H128 приведены на рис. 2. В данной структуре слой $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, $x \approx 0.08$, толщиной 5 nm залегал на глубине порядка 90 nm, поэтому анализ проводился в соответствии с методикой, описанной в нашей работе [9], до глубины $82 \div 85$ nm с энергией ионов $\text{Ar}^+ E_1 = 2$ keV и высокой скоростью распыления $S_1 = 3.5$ nm/min, анализ интересующей нас области квантовой ямы проводился с низкой энергией ионов $E_2 = 0.6$ keV и скоростью распыления $S_2 = 0.4$ nm/min. Именно эта часть профиля и представлена на рис. 2. Для удобства сравнения кривые 1–3 (рис. 2) нормированы на единицу, реально интенсивность сигнала индия в верхнем секторе сбора превышает интенсивность в нижней части сектора в два раза, что отражает угловую диаграмму функции распределения вылетающих Оже-электронов. В таблице приведены значения ширины переходов ΔZ для переднего (1) и заднего (2) фронтов всех профилей на уровне 0.2–0.8 от максимального значения. Как видим, вариация L_e приводит к заметному отличию кривых 1–3, аналогичному поведению профилей элементов Si, Al при использовании низко- и высокоэнергети-

ческих Оже-переходов, наблюдавшихся в работах [6–8]. В то же время в данной работе послойный анализ для каждой диафрагмы проводился отдельно, поэтому мы фиксируем только уширение отдельных профилей, дополнительный их сдвиг из-за разной глубины выхода Оже-электронов L_e [6–8] для данной структуры с глубоководящим слоем $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ не регистрировался.

Прежде всего отметим, что задний фронт профиля для разных условий сбора изменялся значительно сильнее, чем передний, его ширина для скользящих электронов составляет 0.8 nm. Насколько нам известно, такое значение при послойном анализе структур $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ получено впервые. Для скользящих Оже-электронов с повышенным разрешением по глубине асимметрия формы профиля выражена наиболее ярко. В отличие от типичных для послойного анализа с высоким разрешением профилей с затянутым задним фронтом мы наблюдаем обратную ситуацию — практически предельно узкий задний фронт и более широкий передний. Такой вид профиля с подобным разрешением также наблюдается впервые. В настоящее время мы не можем дать окончательного объяснения причин этой асимметрии. На наш взгляд, наблюдаемая форма профиля может быть связана либо со специфическим влиянием сегрегации In в процессе эпитаксиального роста гетероструктур $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ (о подобном эффекте сообщается в [12]), либо с артефактами ионного распыления при послойном анализе — сочетании процессов ионно-стимулированной сегрегации и диффузии и преимущественного распыления In [13,14]. В ближайшее время мы предполагаем провести дополнительные исследования этого вопроса.

В то же время значения $\Delta Z_2^{(1-3)}$ позволяют получить достаточно полную информацию о физическом механизме, определяющем разрешение по глубине на заднем фронте профиля. В соответствии с [15] для длины неупругого рассеяния Оже-электронов линии In (408 eV) используем значение $\lambda_e = 1$ nm. Тогда в предположении гауссовой формы функции разрешения и независимых вкладов отдельных факторов уширения в результирующий профиль получим $L_i = 0.6-0.7$ nm. Эта величина близка к длине проективного пробега ионов Ar^+ с энергией 0.6 keV и значительно меньше характерных длин ионно-стимулированных диффузионных процессов $L_D > 2$ nm, наблюдавшихся в гетероструктурах AlGaAs [7,8]. Можно, таким образом, утверждать, что в использованном режиме ионного распыления на заднем фронте профиля In доминирует механизм атомного перемешивания в каскаде столкновений.

Заключение. В работе предложена и реализована новая методика послойного Оже-анализа, позволяющая проводить исследование распределения элементов с разной информационной глубиной, используя только одну Оже-линию. С использованием скользящих Оже-электронов впервые получено разрешение по глубине для структур $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ в субнанометровом диапазоне 0.8 nm. Показано, что эта величина определяется атомным перемешиванием в каскаде столкновений. Для скользящих Оже-электронов и низкоэнергетических переходов информационная глубина послойного Оже-анализа не превышает 0.5 nm, что приближается к информационной глубине метода спектроскопии рассеянных низкоэнергетических ионов. Получаемая с несколькими значениями длины L_e дополнительная информация о функции разрешения может быть использована для идентификации механизма погрешности послойного анализа, в то же время она позволяет в полной мере применить математический аппарат, развитый в [5] для восстановления истинного профиля из измеренных данных, использующий разные Оже-линии одного элемента. Мы реализовали различие информационных длин в 2 раза, при необходимости оно может быть увеличено до трех раз путем использования более узких секторов сбора, хотя и с потерей чувствительности.

Работа поддерживалась РФФИ, проекты № 99-02-18037 и № 00-02-16141, и программой "Поверхностные атомные структуры".

Список литературы

- [1] Hofmann S. // J. Vac. Sci. Technol. 1991. V. A9. N 3. P. 1466-1476.
- [2] Mathieu H.J. // Topics in current physics. V. 37 / Thin film and depth profile analysis. Springer-Verlag, 1984.
- [3] Hofmann S., Sanz J.M. // in [2].
- [4] Hofmann S. // Practical surface analysis by Auger and X-ray photoelectron spectroscopy / Ed. by D. Briggs, M.P. Seah. J. Wiley @ Sons Ltd., 1983. Chap. 4. (Пер.: Анализ поверхности методами Оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / Под ред. Д. Бриггса и М.П. Сиха. М.: Мир, 1987. 598 с.).
- [5] Виноградов Е.А., Карпов И.В., Кучаев С.В., Плотников А.Ф. // Заявка на изобр. № 4447564/25(82816) от 30.05.88 г. (положительное решение от 12.04.89 г.).
- [6] Wittmaack K. // Topics in applied physics. V. 64. Sputtering by particle bombardment III / Ed. by R. Bahrish, K. Wittmaack. Springer-Verlag, 1991.

- [7] Hofmann S. // Surface and Interface Analysis. 1994. V. 21. P. 673–678.
- [8] Lee H.-I., Shimizu R., Inoue M., Kajiwara K., Hofmann S. // Jpn. J. Appl. Phys. 1996. V. 35. Part 1. N 4A. P. 2271–2274.
- [9] Дроздов М.Н., Данильцев В.М., Дроздов Ю.Н., Мастеров Д.В., Хрыкин О.И., Шашкин В.И. // Письма в ЖТФ. 1996. Т. 22. В. 4. С. 61–66.
- [10] Дроздов М.Н., Данильцев В.М., Салащенко Н.Н., Полушкин Н.И., Хрыкин О.И., Шашкин В.И. // Письма в ЖТФ. 1995. Т. 21. В. 18. С. 1–7.
- [11] Anthony M.T. // Suppl. 1 in [4].
- [12] Lin D.Y., Huang Y.S., Tiong K.K., Pollak F.H., Evans K.R. // Semicond. Sci. Technol. 1999. V. 14. P. 103–109.
- [13] Lam N.Q. // Surface and Interface Analysis. 1988. V. 12. P. 65–67.
- [14] Kelly R. // Surface and Interface Analysis. 1985. V. 7. N 1. P. 1–7.
- [15] Seach M.P. // in [4].