

06:07

Эллипсометрический *in situ* контроль квантовых наноструктур с градиентными слоями

© В.А. Швец,^{1,2} С.А. Дворецкий,¹ Н.Н. Михайлов¹

¹ Институт физики полупроводников СО РАН,
630090 Новосибирск, Россия
e-mail: shvets@isp.nsc.ru

² Новосибирский государственный университет,
630090 Новосибирск, Россия

(Поступило в Редакцию 20 ноября 2008 г.)

Рассмотрены методические вопросы, связанные с эллипсометрическим контролем при выращивании квантовых наноструктур с градиентным распределением состава. Показано, что чувствительность эллипсометрических измерений можно заметно повысить, если использовать при интерпретации данных информацию о производных $\frac{d\psi}{d\Delta}$, которые получают в процессе роста структур. При таком подходе удастся различать структуры с различными значениями градиентов состава. При этом кривые, построенные в координатах „параметр Δ —производная $\frac{d\psi}{d\Delta}$ “ имеют характерные изломы в тех точках, где наблюдается скачок градиента состава. Сделана оценка точности рассматриваемого подхода применительно к эллипсометрам серии ЛЭФ и показано, что для структур с большим градиентом ($\delta x/d \sim 0.5 \text{ nm}^{-1}$) возможно его измерение в самом начале роста, когда толщина градиентного слоя не превышает 1 nm.

PACS: 62.23.St, 07.60.Fs

Создание квантовых наноструктур на основе тройного соединения $\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$ (КРТ) открывает широкие перспективы для разработки новых оптоэлектронных приборов и устройств с уникальными характеристиками. Возможности для создания таких приборов связаны прежде всего с широкой варианностью электронных и оптических свойств КРТ, которые проявляются с изменением состава. Так, изменяя состав по толщине слоя от 0 до 1, можно получать квантовые ямы, потенциальные барьеры, выращивать сверхрешетки, представленные набором чередующихся слоев постоянного состава, а также создавать другие структуры с уникальными квантовыми свойствами.

Технологической основой создания таких структур является метод молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) [1], который обладает необходимой гибкостью и позволяет управлять составом слоев в процессе их роста. Для контроля молекулярно-лучевой эпитаксии обычно используют дифракцию электронов. К сожалению, для процессов низкотемпературного синтеза МЛЭ КРТ этот метод неприменим из-за возмущающего воздействия высокоэнергетичных электронов. В качестве альтернативы был разработан эллипсометрический метод контроля в технологии МЛЭ КРТ [2–4], который позволяет измерять не только состав растущего слоя, но и с прецизионной точностью — его толщину, а также параметры рельефа, образующегося на поверхности роста. Эллипсометрическая методика определения состава растущего слоя КРТ основана на сильной зависимости оптических постоянных от состава на длине волны зондирующего излучения $\lambda = 632.8 \text{ nm}$. Развитие этой методики и последовательное ее применение позволили нам выращивать слои постоянного состава [2,3],

варизонные слои с малым градиентом состава [4,5], а также квантовые структуры, состоящие из одного или нескольких тонких слоев, однородных по составу [6–8].

Значительный интерес представляют асимметричные квантовые ямы [9,10]. В работе [9] наблюдались эффекты в узкозонном МДП CdHgTe за счет большого изгиба зон при приложении смещающего напряжения. В Вюрсбургском центре [10] также использовали напряжение смещения для увеличения концентрации носителей в HgTe квантовой яме (и соответственно увеличения в несколько раз подвижности носителей двумерного электронного газа) за счет перехода электронов из легированной широкозонной прослойки в квантовую яму. В таких структурах толщина слоев составляет $\sim 10 \text{ nm}$, при этом отсутствует градиент состава, а асимметрия достигается за счет приложенного напряжения и возникающего из-за этого изгиба зон. Эффекты, аналогичные тем, что отмечены в указанных выше работах, могут быть получены также на квантовых структурах с асимметричным распределением состава. Такого рода публикации на сегодняшний день отсутствуют, по-видимому, это связано с трудностью контролируемого выращивания таких структур. Интерпретация эллипсометрических измерений в этом случае усложняется из-за малой толщины слоев и плавного изменения состава.

В настоящей работе проведен методический анализ проблемы эллипсометрического контроля профиля состава при выращивании квантовых структур с градиентными слоями и сделаны оценки реальных возможностей метода с использованием промышленных эллипсометров серии ЛЭФ [11].

Задачу эллипсометрического контроля можно сформулировать следующим образом: по результатам эл-

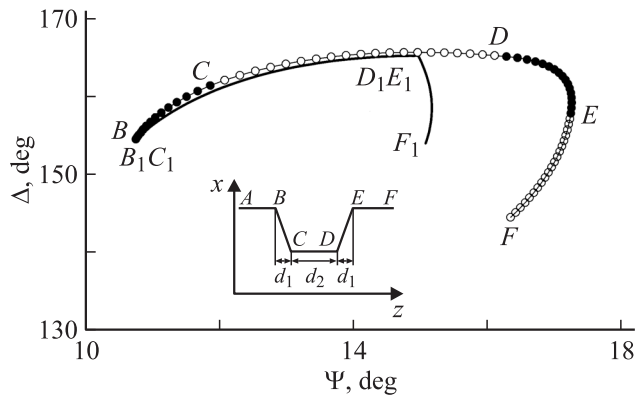


Рис. 1. Траектории эллипсометрических параметров при росте симметричной потенциальной ямы, изображенной на вставке. Кривая $B_1C_1D_1E_1F_1$ соответствует структуре с резкими границами ($d_1 = 0$), кривая $ABCDEF$ — градиентной структуре ($d_1 = 8$, $d_2 = 10$ nm). Обозначения на кривых и на вставке соответствуют друг другу.

ллипсометрических измерений, выполненных в процессе роста, необходимо восстановить профиль состава по толщине $x(z)$. В том случае, когда граница раздела резкая, рост оптически контрастного слоя приводит к появлению интерференционных осцилляций эллипсометрических параметров, которые проявляются с изменением толщины слоя и в плоскости ψ - Δ имеют вид сворачивающейся спирали. Если эту спиральную кривую проградировать по толщине, то таким образом можно с прецизионной точностью (~ 0.1 nm) измерять толщину растущего однородного слоя [6]. При этом амплитуда осцилляций пропорциональна величине скачка состава на границе слоя. Состав растущего слоя определяется по форме этой кривой. Было показано, что для определения состава в эксперименте достаточно измерить фрагмент спиральной кривой, соответствующий толщине растущего слоя в несколько нанометров. При этом точность определения состава достигает величины $\delta x = 0.002$ мольных долей. При росте следующего слоя с другим составом кривая эллипсометрических параметров в плоскости ψ - Δ претерпевает излом, который служит своего рода маркером границы раздела.

В качестве примера кривая $B_1C_1D_1E_1F_1$ на рис. 1 показывает траекторию эллипсометрических параметров при росте структуры с резкими границами (частный случай симметричной структуры, изображенной на вставке, при $d_1 = 0$). Участок C_1D_1 соответствует росту дна потенциальной ямы, а участок E_1F_1 — росту барьерного слоя. Направления фрагментов кривой на участках C_1D_1 и E_1F_1 определяются значениями состава дна ямы и барьерного слоя. Благодаря этой связи между формой эллипсометрической кривой и составом можно в режиме реального времени управлять составом растущего слоя и создавать многослойные структуры с заданной толщиной слоев и их составом.

При выращивании структур с несимметричным распределением состава необходимо контролировать рост градиентных слоев, в которых отсутствуют резкие скачки состава. Задача эллипсометрического контроля в этом случае состоит в определении величины градиента. При непрерывном изменении состава изломы на экспериментальной кривой в плоскости ψ - Δ исчезают, и линии, соответствующие росту слоев с разными градиентами состава, практически накладываются одна на другую. Кривая $BCDEF$ на рисунке рассчитана для структуры, изображенной на вставке с линейным изменением состава на участках BC и DE при $d_1 = 8$ nm. Для других значений толщины градиентного слоя d_1 кривые в плоскости ψ - Δ на участке BC практически совпадают между собой, различаясь только положением точки C . Как видно, в точках C , D и E (границы градиентных слоев ямы) отсутствуют изломы на кривой роста в координатах ψ - Δ . Такое поведение эллипсометрических параметров можно объяснить из теоретических соображений. Направление кривой для эллипсометрических параметров в плоскости ψ - Δ характеризуется производной $\frac{d\Delta}{d\psi}$. В работе [12] показано, что производная $\frac{d\Delta}{d\psi}$ при росте оптически неоднородных структур является функцией текущего значения комплексного показателя преломления $N = n - ik$ (в нашем случае — функцией текущего значения состава, так как и показатель преломления n , и поглощения k зависят от состава пленки КРТ). Аналогично вторая производная $\frac{d^2\Delta}{d\psi^2}$ зависит от показателя преломления и его градиента в точке измерения. Выражая оптические постоянные через состав x , получим

$$\frac{d\Delta}{d\psi} = G_1(x), \quad (1)$$

$$\frac{d^2\Delta}{d\psi^2} = G_2(x, x'), \quad (2)$$

где x' — градиент состава. Из этих соотношений следует, что кривая в плоскости ψ - Δ претерпевает излом (т. е. производная $\frac{d\Delta}{d\psi}$ претерпевает скачок) в том случае, если наблюдается скачок состава. Если имеет место скачок в первых производных состава, как для структуры, изображенной на вставке (точки C , D , E), то в соответствующих точках кривой эллипсометрических параметров должны наблюдаться скачки вторых производных. Поэтому для анализа результатов эллипсометрических измерений таких структур целесообразно привлекать информацию о производных эллипсометрических параметров $\frac{d\Delta}{d\psi}$, т. е. вычислять наклон эллипсометрической траектории.

На рис. 2 показана номограмма для градиентного участка BC структуры, изображенной на вставке рис. 1, которая построена в координатах „производная $\frac{d\Delta}{d\psi}$ — параметр Δ “. Приведенные кривые соответствуют разным значениям толщины градиентного слоя. Как видно, в данном случае удастся разделить линии для разных d_1 в отличие от представления в координатах ψ - Δ ,

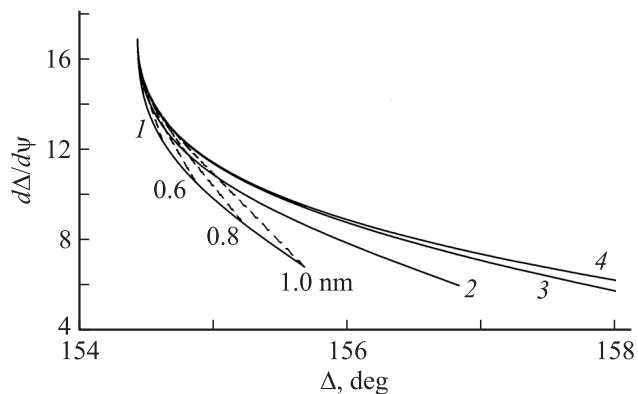


Рис. 2. Номограмма, показывающая изменение эллипсометрического параметра Δ и производной $d\Delta/d\psi$ при росте градиентных по составу слоев КРТ (участок BC на вставке рис. 1). Сплошные кривые соответствуют постоянным значениям градиента состава: 1 — 0.6, 2 — 0.3, 3 — 0.15, 4 — 0.075 nm^{-1} (соответственно $d_1 = 1, 2, 4, 8$ при изменении состава $\delta x = 0.6$). Пунктиром показаны линии постоянной толщины, числа рядом с ними — значения толщины в нанометрах.

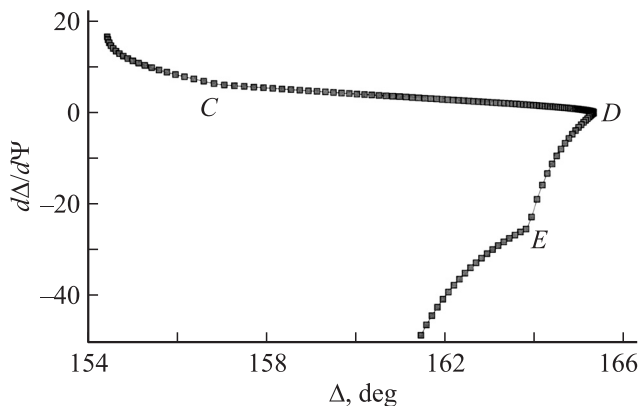


Рис. 3. Расчетная траектория, построенная в координатах „производная $\frac{d\Delta}{d\psi}$ — параметр Δ “ при росте структуры на вставке рис. 1. Толщина градиентных слоев $d_1 = 2 \text{ nm}$.

где соответствующие кривые просто накладываются друг на друга.

На рис. 3 в тех же координатах „производная — параметр Δ “ показана траектория, рассчитанная для всей структуры, изображенной на рис. 1 при $d_1 = 2 \text{ nm}$. В отличие от ψ – Δ представления (рис. 1) для кривой в новых координатах хорошо заметны изломы в точках D и E, соответствующие изломам состава. В точке C этот излом не так заметен, однако он проявляется, если построить аналогичную кривую в координатах „производная — параметр ψ “.

Рассмотрим предельные возможности предлагаемого способа контроля состава. Точность вычисления производной зависит от ряда условий:

— относительной точности измерения эллипсометрических параметров $\delta\psi, \delta\Delta$;

— интервалов изменения эллипсометрических параметров, на которых вычисляется производная: $\psi_n - \psi_1$ и $\Delta_n - \Delta_1$;

— количества измерений n на этом интервале.

Погрешность вычисления производной $\frac{d\Delta}{d\psi}$ по двум измерениям в начале и в конце интервала с точностью до множителя равна

$$\frac{\delta\Delta}{\psi_n - \psi_1} + \frac{\delta\psi}{\Delta_n - \Delta_1}.$$

Если на интервале проведено n измерений, то погрешность уменьшается пропорционально $1/\sqrt{n}$. Здесь следовало бы учесть, что измерения проведены не на границах интервала, а равномерно распределены по нему, поэтому при расчете погрешности должен появиться множитель C порядка 2. В итоге получим для оценки погрешности вычисления производной следующую формулу:

$$\delta\left(\frac{d\Delta}{d\psi}\right) \approx \frac{C}{\sqrt{n}} \left(\frac{\delta\Delta}{\psi_n - \psi_1} + \frac{\delta\psi}{\Delta_n - \Delta_1} \right). \quad (3)$$

Численная проверка формулы (3) была проведена путем имитации эллипсометрических измерений, наложением случайного разброса и последующим вычислением производной по методу наименьших квадратов. Моделирование подтвердило приведенную выше функциональную зависимость от n и интервалов измерения $\psi_n - \psi_1$ и $\Delta_n - \Delta_1$, при этом было найдено численное значение множителя $C = 4$.

Оценим численные значения параметров, входящих в формулу (3). На рис. 4 показана дисперсия эллипсометрических параметров, определяемая случайными шумами эллипсометра, для реального процесса роста слоя КРТ постоянного состава. Здесь представлены измерения, выполненные на эллипсометре ЛЭФ-751, встроенном в установку эпитаксии. Интервалы между измерениями составляют 5 s. Из этих данных получаем среднеквадратичный разброс $\delta\psi = \pm 0.009^\circ$, $\delta\Delta = \pm 0.04^\circ$.

Интервал изменения эллипсометрических параметров, на котором производится вычисление производных,

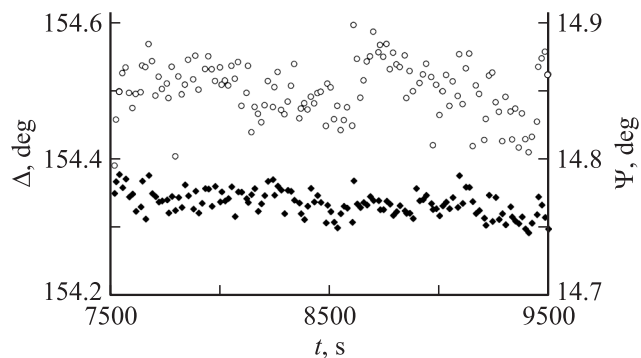


Рис. 4. Результаты эллипсометрических параметров в процессе роста пленки КРТ, \circ — Δ , \blacklozenge — ψ .

определяется рядом простых соображений. Во-первых, он должен соответствовать достаточно малому изменению толщины растущего слоя, чтобы можно было вычислять производную в режиме реального времени, во-вторых, сама производная на этом интервале не должна существенно изменяться. Исходя из этих критериев оптимальная толщина составляет 0.1–0.2 nm, что соответствует интервалу изменения эллипсометрических параметров 0.05 и 0.35°, для ψ и Δ соответственно при росте оптически контрастного слоя с резкой границей раздела. При росте градиентного слоя эти значения могут оказаться в несколько раз меньше.

Наконец, число измерений на интервале определяется быстродействием эллипсометра. Эллипсометры, функционирующие на базе статической схемы, обладают высоким быстродействием, которое составляет $\sim 10^3$ измерений в секунду [6], и при скорости роста ~ 0.1 nm/s обеспечивают порядка 1000 измерений на заданном интервале.

Исходя из этих оценок получим, что погрешность измерения производной составляет 0.1–0.2, а погрешность относительного измерения параметра Δ на том же интервале окажется порядка $\delta\Delta/\sqrt{n} \approx 0.001^\circ$. Согласно номограмме рис. 2, такой точности достаточно, чтобы обеспечить разделение кривых с градиентом $\delta x/d_1 = 0.3$ и 0.6 при достижении толщины растущего слоя порядка всего нескольких десятых нанометра. Что касается кривых с малым градиентом ($\delta x/d_1 < 0.15$ nm⁻¹), то экспериментально разделить кривые можно только после достижения толщины в несколько нанометров. В данном случае наблюдается типичная корреляция между толщиной слоя и градиентом его состава: для эллипсометрических измерений увеличение толщины в 2 раза равносильно такому же увеличению градиента. При этом нельзя определить независимо оба параметра, но можно с прецизионной точностью измерить интегральную характеристику, пропорциональную оптической толщине:

$$D = \int (x(z) - x_0) dz.$$

Здесь $x(z)$ — зависимость состава по толщине, x_0 — величина состава в начале роста. Если в процессе синтеза градиентного слоя скорость роста остается неизменной (данная ситуация реализуется при постоянном потоке теллура, а изменение состава осуществляется за счет изменения потока кадмия [1]), то из измеренной величины D несложно определить изменение состава и его градиент. Для этого достаточно проградировать участок BC кривой на рис. 1 по оптической толщине. Оценки показывают, что погрешность такого способа измерения градиента составляет около 5%.

Таким образом, путем численного моделирования показано, что эллипсометрический *in situ* мониторинг процесса роста слоев КРТ позволяет контролируемо выращивать квантовые структуры толщиной в несколько десятков нанометров с градиентным распределением

состава. Требуемая для такого контроля точность достигается за счет привлечения информации о поведении производной эллипсометрических параметров $\frac{d\Delta}{d\psi}$ в процессе роста структуры.

Список литературы

- [1] Varavin V.S., Vasiliev V.V., Dvoretzky S.A., Mikhailov N.N., Ovsyuk V.N., Sidorov Yu.G., Suslyakov A.O., Yakushev M.V., Aseev A.L. // Opto-electronics review. 2003. Vol. 11. N 2. P. 99–111.
- [2] Svitashv K.K., Dvoretzky S.A., Sidorov Yu.G., Shvets V.A., Mardezhov A.S., Nis I.E., Varavin V.S., Liberman V., Remesnik V.G. // Cryst. Res. Technol. 1994. Vol. 29. N 7. P. 931.
- [3] Свиташев К.К., Швец В.А., Мардежов А.С., Дворецкий С.А., Сидоров Ю.Г., Варавин В.С. // ЖТФ. 1995. Т. 65. Вып. 9. С. 110.
- [4] Svitashv K.K., Shvets V.A., Mardezhov A.S., Dvoretzky S.A., Sidorov Yu.G., Mikhailov N.N., Spesivtsev E.V., Rykhliitsky S.V. // Mat. Sci. Engin. 1997. Vol. B44. P. 164.
- [5] Shvets V.A., Rykhliitski S.V., Spesivtsev E.V., Aulchenko N.A., Mikhailov N.N., Dvoretzky S.A., Sidorov Yu.G. // Thin Sol. Films. 2004. Vol. 455–456. P. 688.
- [6] Михайлов Н.Н., Швец В.А., Дворецкий С.А., Снесивцев Е.В., Сидоров Ю.Г., Рыхлицкий С.В., Смирнов Р.Н. // Автометрия. 2003. Т. 39. № 2. С. 71.
- [7] Mikhailov N.N., Smirnov R.N., Dvoretzky S.A., Sidorov Yu.G., Shvets V.A., Spesivtsev E.V., Rykhliitski S.V. // Int. J. Nanotechnology. 2006. Vol. 3. N 1. P. 120.
- [8] Дворецкий С.А., Икусов Д.Г., Квон Д.Х., Михайлов Н.Н., Дай Н., Смирнов Р.Н., Сидоров Ю.Г., Швец В.А. // Автометрия. 2007. Т. 43. № 4. С. 104.
- [9] Germanenko A.V., Minkov G.D., Larionova V.A., Rut O.E., Becker C.G., Landwehr G. // Phys. Rev. B. 1995. Vol. 52. N 24. P. 17 254–17 259.
- [10] Becker C.R., Ortner K., Zhang X.C., Pfeuffer-Jeschke A., Latussek V., Guil Y.S., Daumer V., Buhmann H., Landwehr G., Molenkamp L.W. // Physica. E. 2004. Vol. 20. P. 463.
- [11] А.с. № 16314 РФ. Снесивцев Е.В., Рыхлицкий С.В. Эллипсометр. Оpubл. 20.12.2000. Б.и. „Полезные модели. Промышленные образцы“. № 35.
- [12] Швец В.А. // Автометрия. 1993. № 6. С. 25.