

ЭПИТАКСИАЛЬНЫЕ СЛОИ И МНОГОСЛОЙНЫЕ КОМПОЗИЦИИ

EPITAXIAL LAYERS AND MULTILAYERED COMPOSITIONS

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2014. Т. 17, № 3. С. 194–198.
ISSN 1609–3577. DOI: 10.17073/1609–3577–2014–3–194–198

УДК 621.315.592

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ АВТОЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ АРСЕНИДА ИНДИЯ МЕТОДОМ ИНФРАКРАСНОЙ ФУРЬЕ–СПЕКТРОСКОПИИ

© 2014 г. О. С. Комков¹, Д. Д. Фирсов¹, Е. А. Ковалишина², А. С. Петров²

¹Санкт–Петербургский государственный
электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ленина,
ул. Профессора Попова, д. 5, Санкт–Петербург, 197376, Россия

²ОАО «Центральный научно–исследовательский институт «Электрон»
просп. Тореза, д. 68, Санкт–Петербург, 194223, Россия

Реализована методика неразрушающего бесконтактного контроля толщины нелегированного автоэпитаксиального слоя InAs на сильнолегированной подложке методом инфракрасной Фурье–спектроскопии. Исследуемые слои были выращены методом хлоридно–гидридной эпитаксии в вертикальном реакторе. В основе методики лежит анализ интерференционной картины, наблюдаемой в инфракрасных спектрах отражения. Выработаны рекомендации по выбору спектрального диапазона измерений, оптимального для структур InAs. Выбор обусловлен минимальным изменением показателя преломления InAs и особенностями отражения сильнолегированной подложки. Показано хорошее совпадение результатов измерений по развитой методике с данными металлографического анализа.

Ключевые слова: физика полупроводников, арсенид индия, эпитаксиальные слои, оптические методы исследования, инфракрасная Фурье–спектроскопия, измерение толщины, показатель преломления.

Введение

Эпитаксиальный арсенид индия широко применяют в полупроводниковой оптоэлектронике. При этом к структурам предъявляют жесткие требования по однородности их характеристик по площади. Одной из таких характеристик является толщина эпитаксиального слоя. Ниже представлены результаты разработки методики неразрушающего контроля толщины автоэпитаксиальных слоев арсенида индия, предназначенных для создания на их основе фоточувствительных мишеней вакуумного инфракрасного фотоприемного устройства (**ИК ФПУ**) [1, 2].

Методика получения слоев арсенида индия

Автоэпитаксиальные слои арсенида индия выращивали методом эпитаксии из газовой фазы

по хлоридно–гидридной методике. Выращивание проводили на модернизированной промышленной установке ЭТР–100 с вертикальным реактором открытого типа при атмосферном давлении в потоке водорода. В качестве источника мышьяка использовали концентрированный гидрид мышьяка (арсин) чистотой 99,9994 %. В верхней части реактора расположен контейнер с индием марки ИН–0000, через который пропускали газообразный хлористый водород. Летучий монохлорид индия, образованный в результате взаимодействия хлористого водорода с индием, смешиваясь с арсином и водородом, поступал в центральную часть реактора, в которой установлен кварцевый подложкодержатель. Подложки на подложкодержателе располагали под углом 7° к направлению газового потока. Подложкодержатель вращался вокруг вертикаль-

Комков Олег Сергеевич¹ — кандидат физ.–мат. наук, доцент каф. «Микро–и наноэлектроники», e-mail: okomkov@yahoo.com; **Фирсов Дмитрий Дмитриевич**¹ — аспирант, e-mail: d.d.firsov@gmail.com; **Ковалишина Екатерина Алексеевна** — аспирант¹, инженер–химик 2–й категории², e-mail: werbenka@ya.ru; **Петров Александр Сергеевич**² — кандидат техн. наук, начальник лаборатории НПКО–65, e-mail: alexpetrov2001@mail.ru

ной оси реактора со скоростью 8 об/мин. В качестве подложек использовались монокристаллические пластины арсенида индия марки ИМЭС(100) диаметром 76 мм, ориентированные в плоскости (100) и легированные серой до концентраций $N = (1,0+2,5) \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Выращиваемые слои имели n -тип проводимости, и их специально не легировали. Толщину эпитаксиальных слоев изменяли от 5 до 12 мкм. Ее значение определяли по изменению веса структуры до и после наращивания слоя. Этот метод дает среднее значение толщины слоя по структуре. Вместе с тем, при движении газового потока сверху вниз над поверхностью подложек имеет место истощение газовой смеси, что может приводить к неоднородности скорости роста, а следовательно, и толщины слоя по площади подложки. Неоднородность толщины зависит от скорости газового потока, концентрации ростообразующих компонентов и угла под которым подложка расположена по отношению к оси реактора. Для оптимизации параметров технологического процесса требуется использование методик локального контроля толщины слоя. Значение неоднородности толщины слоя исследовали металлографическим методом путем раскалывания структур по плоскости (110) и непосредственного измерения толщины слоя на сколе после травления последнего в селективном травителе. В качестве селективного травителя использовали раствор $0,5\text{M FeCl}_3 + 12,4\text{M HCl}$. Измерение толщины слоя проводили на оптическом микроскопе Метам Р-1. Эта методика является разрушающей и с учетом высокой стоимости структур арсенида индия имеет ограниченное применение.

Методика контроля толщины слоев с использованием инфракрасной Фурье-спектроскопии

В качестве основы неразрушающей методики контроля толщины автоэпитаксиального слоя по площади структуры InAs выбрали метод инфракрасной Фурье-спектроскопии. Измерения проводили на каждой из исследованных структур диаметром 76 мм в пяти точках (в центре пластины и на периферии). Расстояние от периферийных точек до края пластины составляло 10 мм. Сторону структуры InAs, обратную по отношению к эпитаксиальному слою, перед измерениями подвергали химико-механической полировке по методике, описанной в работе [3]. В процессе подполировки убираются структурные дефекты, возникающие на обратной поверхности в процессе эпитаксиального роста.

Результатом непосредственных измерений являются спектры интенсивности падающего излучения $I_R^0(\nu)$, отраженного от поставленного на место образца серебряного зеркала (или так называемый «опорный спектр»), и интенсивность излучения, отраженного от исследуемого образ-

ца $I_R(\nu)$ (где ν — волновое число, $\nu = 1/\lambda$; λ — длина волны). Пример измеренных спектров приведен на рис. 1. Спектр коэффициента отражения рассчитывали по формуле

$$R(\nu) = \frac{I_R(\nu)}{I_R^0(\nu)}. \quad (1)$$

В спектрах отражения $R(\nu)$ исследованных структур с выращенным эпитаксиальным слоем наблюдается хорошо различимая интерференционная картина. В данном случае имела место интерференция лучей, отраженных от поверхности эпитаксиального слоя и границы раздела слой—подложка. По положению экстремумов этой интерференционной картины можно определить толщину слоев.

Поскольку нелегированный эпитаксиальный слой имеет больший показатель преломления, чем сильнолегированная подложка, минимумы интерференционной картины (см. рис. 1, кривая 3) совпадают с отражением подложки без слоя (см. рис. 1, кривая 4) [4].

Для реализации разрабатываемой методики важную роль играет выбор спектрального диапазона для анализа интерференционной картины. На этот выбор влияют несколько факторов:

- изменение показателя преломления эпитаксиального слоя от длины волны излучения;
- наличие полос поглощения атмосферных газов (CO_2 и паров воды);
- минимум отражения, обусловленный плазмонным резонансом носителей заряда в сильнолегированной подложке.

Рассмотрим эти факторы более подробно. Итак, для корректного определения толщин эпитаксиальных слоев требуется учитывать спектральную зависимость показателя преломления материала

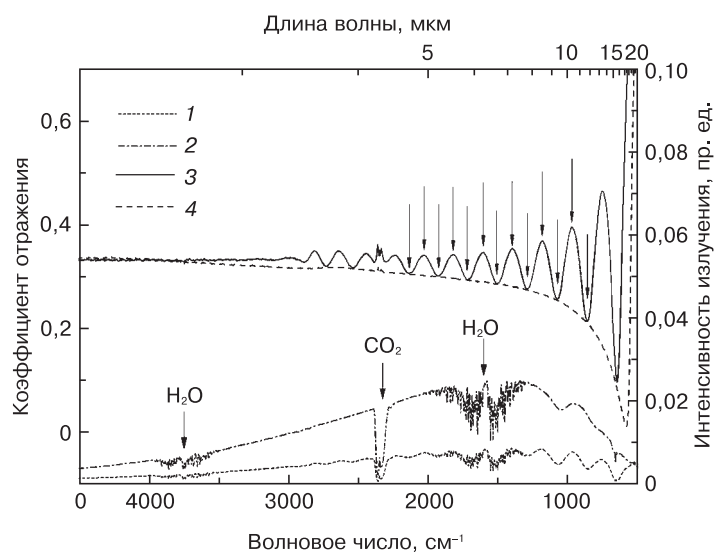


Рис. 1. Спектры интенсивности отраженного излучения структуры InAs с нелегированным автоэпитаксиальным слоем I_R (1) и серебряного зеркала I_R^0 («опорный спектр») (2), а также спектры коэффициента отражения R структуры InAs с нелегированным автоэпитаксиальным слоем (3) и подложки InAs без эпитаксиального слоя (4)

слоя. В слоях InAs эту величину рассчитывали по формуле, основанной на двухосцилляторной модели [5, 6]:

$$n^2(\hbar\omega) = 1 + \frac{A}{\pi} \ln \frac{E_1^2 - (\hbar\omega)^2}{E_0^2 - (\hbar\omega)^2} + \frac{G_1}{E_1^2 - (\hbar\omega)^2} + \frac{G_2}{E_2^2 - (\hbar\omega)^2} + \frac{G_{\text{ТО}}}{E_{\text{ТО}}^2 - (\hbar\omega)^2}, \quad (2)$$

где $\hbar\omega$ — энергия фотонов, $\hbar\omega = \nu[\text{см}^{-1}]/8064,5$ [эВ]; A — коэффициент, $A = 1,166$; E_0 — энергия прямого перехода $\Gamma_6 - \Gamma_8$ для InAs при комнатной температуре, $E_0 = 0,360$ эВ; E_1, E_2 — энергии прямых переходов в точках L и X соответственно, $E_1 = 2,5$ эВ, $E_2 = 4,7$ эВ; $G_1, G_2, G_{\text{ТО}}$ — дисперсионные параметры, $G_1 = 14,6475$ эВ², $G_2 = 167,261$ эВ², $G_{\text{ТО}} = 0,00255$ эВ²; $E_{\text{ТО}}$ — энергия ТО фононов, $E_{\text{ТО}} = 27,14$ мэВ.

Соответствующая зависимость для нелегированного InAs приведена на рис. 2. Из рис. 2 видно, что для волновых чисел более 2500 см^{-1} , соответствующих длине волны излучения менее 4 мкм , наблюдается наиболее сильная зависимость показателя преломления от λ .

На измеренных спектрах интенсивности отражения хорошо заметны линии поглощения, соответствующие содержащимся в атмосфере парам воды и углекислому газу (см. рис. 1, кривые 1 и 2). Для компенсации их влияния на расчетные спектры R был задействован алгоритм, встроенный в программное обеспечение используемого для измерений инфракрасного Фурье-спектрометра VERTEX 80. Высокая интенсивность поглощения углекислого газа приводит к наличию в спектрах коэффициента отражения нескомпенсированных паразитных пиков в диапазоне $2300-2400 \text{ см}^{-1}$, не позволяющих точно определить положение близлежащих интерференционных экстремумов.

Кроме того, в спектре коэффициента отражения той же подложки InAs, но без эпитаксиального слоя, имеется ярко выраженный минимум (рис. 1, кривая 4) при $\nu \sim 600 \text{ см}^{-1}$ (минимум отражения, обусловленный плазмонным резонансом), что не позволяет надежно определить положение экстремумов структуры с эпитаксиальным слоем в спектральном диапазоне вблизи указанного волнового числа. Длина волны этого минимума определяется уровнем легирования подложки. Он сдвигается в область меньших волновых чисел (больших длин волн) при уменьшении концентрации электронов.

Таким образом, представляется оптимальным проводить расчет толщин эпитаксиальных слоев на основе интерференционных экстремумов в спектральном диапазоне $800-2200 \text{ см}^{-1}$. Соответствующие экстремумы отмечены на рис. 1 стрелками.

На рис. 3 показаны спектры коэффициента отражения, соответствующие точкам, лежащим на противоположных краях пластины InAs с автэпитаксиальным слоем (верх и низ структуры).

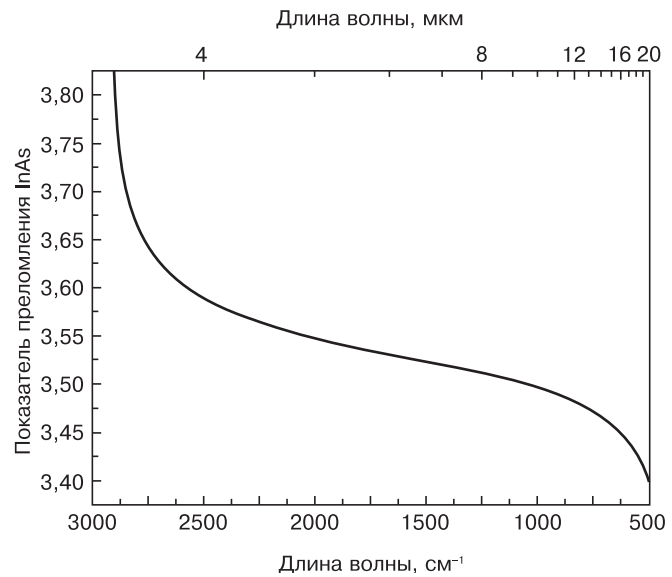


Рис. 2. Спектральная зависимость показателя преломления нелегированного InAs

Отметим, что интерференционные экстремумы в спектре отражения верхней точки расположены с меньшим интервалом, что соответствует большей толщине слоя.

Порядок экстремума интерференционной картины P характеризует разность фаз Δ интерферирующих лучей, отраженных от верхней и нижней границ эпитаксиального слоя ($P = \Delta/2\pi$), является целым и полуцелым числом для максимумов и минимумов интерференционной картины соответственно. Порядок P_i экстремума с волновым числом ν_i можно рассчитать по приведенному ниже соотношению с последующим округлением до ближайшего целого (полуцелого) числа для максимума (минимума) интерференции [7]:

$$P_i = \frac{\nu_i (n_i^2 - \sin^2 \theta)^{1/2} (2j-1) + \nu_{i+j} (n_{i+j}^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}}{2 \left(\nu_{i+j} (n_{i+j}^2 - \sin^2 \theta)^{1/2} - \nu_i (n_i^2 - \sin^2 \theta)^{1/2} \right)}, \quad (3)$$

где n_i, n_{i+j} — показатели преломления эпитаксиального слоя, соответствующие волновым числам экстремумов ν_i и ν_{i+j} ($\nu_{i+j} > \nu_i$); θ — угол падения луча на поверхность эпитаксиальной структуры (в рассматриваемом случае — 11°), $j = P_{i+j} - P_i$ — разность порядков экстремумов. При этом j — это целое число, если рассматриваются два максимума, и полуцелое, если рассматриваются минимум и максимум.

Для эпитаксиального слоя InAs, выращенного на оптически менее плотной (сильнолегированной) подложке InAs толщина эпитаксиального слоя может быть найдена по следующему соотношению:

$$d_i = \frac{P_i - \frac{1}{2}}{2\nu_i (n_i^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}}. \quad (4)$$

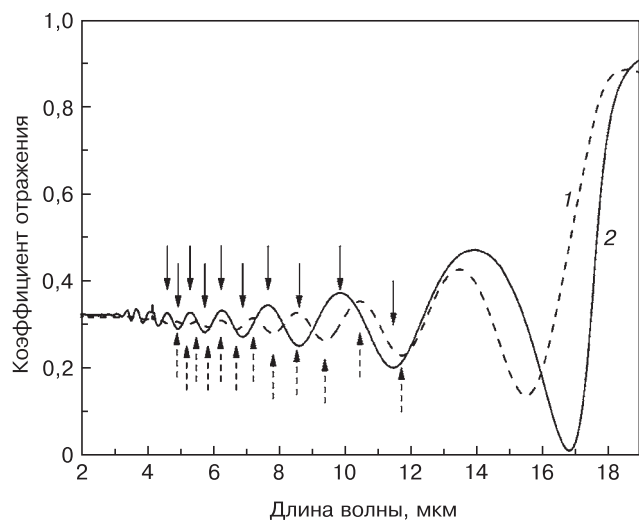


Рис. 3. Спектры коэффициента отражения R в верхней (1) и нижней (2) частях структуры InAs с автоэпитаксиальным слоем (диаметр пластины — 76 мм)

Из расчетных значений d_i можно определить среднее значение d , которое принимается за измеренную толщину эпитаксиального слоя [8].

Помимо формулы (4), также был рассмотрен вариант вычислений по упрощенной формуле, удобной для автоматизации расчетов:

$$d_i = \frac{j}{2(v_{i+j} - v_i)n}, \quad (5)$$

где $n = 3,52$ — среднее значение показателя преломления нелегированного InAs в интервале 800—2200 см^{-1} (см. рис. 2). Ввиду относительного малого значения $\sin^2(11^\circ)$, отклонением угла падения света от нормали к поверхности в формуле (5) можно пренебречь.

Результаты измерений и их обсуждение

Полученные результаты определения толщины по стандартной (4) и упрощенной (5) формулам имели близкие значения, что позволяет сделать вывод о допустимости использования также упрощенной формулы. Результаты соответствующих расчетов для двух выбранных структур приведены в таблице.

Результаты измерений толщин эпитаксиальных слоев различными методами

Измеряемая точка на образце	Металлографический метод, мкм	Метод Фурье-спектроскопии, мкм
Верх структуры 1	6,4	6,7
Центр структуры 1	5,0	5,6
Низ структуры 1	4,9	5,0
Верх структуры 2	9,8	10,0
Центр структуры 2	7,5	7,3
Низ структуры 2	6,2	6,0

Структура 1 получена в условиях, близких к оптимальным, определенным с использованием развитой методики. Структура 2 получена до оптимизации условий роста (скоростей газовых потоков и скорости вращения подложкодержателя). Значения толщин по краям структур были близки к толщинам слоев в их центре.

В таблице также приведены результаты измерений толщины эпитаксиальных слоев, полученные металлографическим методом. Очевидно, что имеет место достаточно хорошее совпадение результатов. Расхождение не превышает погрешности измерений, которая для металлографического метода составляет 0,5 мкм.

Как уже отмечалось выше, направление газового потока при выращивании структур — сверху вниз. Большая толщина слоя в верхней части структур соответствует представлениям авторов о механизме эпитаксиального роста, а именно: об истощении газовой смеси по мере ее движения сверху вниз.

Заключение

Реализована методика неразрушающего бесконтактного контроля распределения толщины нелегированного эпитаксиального слоя InAs по поверхности сильнолегированной подложки InAs. Контроль осуществляется по наблюдаемой в спектре отражения интерференционной картине. Показано хорошее совпадение с данными измерений, полученных с использованием традиционной разрушающей методики.

Библиографический список

1. Ковтонок, Н. Ф. Видиконы, чувствительные в средней инфракрасной области спектра, с фотоминионами на структурах полупроводник—диэлектрик / Н. Ф. Ковтонок, В. П. Мисник, А. В. Соколов // Прикладная физика. — 2005. — № 6. — С. 134—140.
2. Грама, Д. М. Автоэпитаксиальные структуры арсенида индия для ИК ФПУ. / Д. М. Грама, А. С. Петров, С. Д. Попов, Р. М. Степанов, Е. В. Чилаева // Изв. СПбГЭТУ ЛЭТИ. — 2008. — № 7. — С. 13—18.
3. Ковалишина, Е. А. Химико-механическая полировка подложек автоэпитаксиальных структур арсенида индия / Е. А. Ковалишина, Е. А. Нечаев, А. С. Петров // Физика и химия обработки материалов. — 2013. — № 1. — С. 47—51.
4. Борн, М. Основы оптики / М. Борн, Э. Вольф. — М.: Наука, 1973. — 720 с.
5. Пихтин, А. Н. Рефракция света в полупроводниках: Обзор / А. Н. Пихтин, А. Д. Яськов // Физика и техника полупроводников. — 1988. — Т. 22, вып. 6. — С. 969—991.
6. Пихтин, А. Н. Квантовая и оптическая электроника / А. Н. Пихтин. — М.: Абрис, 2012. — 656 с.
7. Батавин, В. В. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур / В. В. Батавин, Ю. А. Концевой, Ю. В. Федорович. — М.: Радио и связь, 1985. — 264 с.
8. Комков, О. С. Определение толщины и спектральной зависимости показателя преломления эпитаксиальных слоев $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ из спектров отражения / О. С. Комков, Д. Д. Фирсов, А. Н. Семенов, Б. Я. Мельцер, С. И. Трошков, А. Н. Пихтин, С. В. Иванов // Физика и техника полупроводников. — 2013. — Т. 47, вып. 2. — С. 264—269.

Статья поступила в редакцию
27 декабря 2013 г.

Determination of Indium Arsenide Autoepitaxial Layer Thickness by Fourier–Transform Infrared Spectroscopy

Oleg Sergeevich Komkov¹ — Cand. Sci. (Phys.–Math.), Associate Professor of «Micro and Nanoelectronics» (okomkov@yahoo.com); **Dmitrii Dmitrievich Firsov**¹ — postgraduate student (d.d.firsov@gmail.com); **Ekaterina Alekseevna Kovalishina** — Postgraduate Student¹, Chemical Engineer²; **Aleksandr Sergeevich Petrov**² — Cand. Sci. (Eng.), Head of Laboratory (alexpetrov2001@mail.ru)

¹**Saint Petersburg Electrotechnical University «LETI»**
5 Professora Popova Str., St. Petersburg 197376, Russia

²**OJSC «National Research Institute «Electron»**
68 Toreza Ave., St. Petersburg 194223, Russia

Abstract. A method of non-destructive contactless control of thickness of undoped autoepitaxial InAs layers on heavily-doped substrates by Fourier–transform infrared spectroscopy (FTIR) has been realized. The studied layers were grown by chloride–hydride epitaxy method in a vertical reactor. The thickness control method was based upon an analysis of interference patterns observed in infrared reflectance spectra. Recommendations on the choice of measurement spectral range optimal for the InAs structures have been made. The factors in consideration included minimal dispersion of the InAs refraction index, and specifics of the heavily-doped substrates' reflectance. A good correlation between the results of the measurements and the data of metallographic analysis has been observed.

Key words: semiconductor physics, indium arsenide, InAs, epitaxial layers, optical investigation methods, fourier–transform infrared spectroscopy, FTIR, thickness measurement, refraction index.

References

1. Kovtonyuk N. P., Misnik V. P., Sokolov A. V. Vidicons sensitive in the middle infrared spectrum region with phototargets on the basis of the semiconductor–dielectric structure. *Priladnaya fizika = Plasma Physics Reports*. 2005, no. 6, pp. 134–140. (In Russ.)
2. Grama D. M., Petrov A. S., Popov S. D., Stepanov R. M., Chilaeva E. V. InAs autoepitaxial structures for infra–red range photodetectors. *Izvestiya SPbGETU LETI*. 2008, no. 7, pp. 13–18. (In Russ.)
3. Kovalishina E. A., Nechaev E. A., Petrov A. S. Chemical–mechanical polishing of substrates for autoepitaxial growth of InAs structures. *Fizika i khimiya obrabotki materialov = Physics and Chemistry of Materials Treatment*. 2013, no. 1, pp. 47–51. (In Russ.)
4. Born M., Vol'f E. *Osnovy optiki* [Principles of Optics]. Moscow: Nauka, 1973. 720 p. (In Russ.)
5. Pikhtin A. N., Yas'kov A. D. The refraction of light in semiconductors. *Fizika i Tekhnika Poluprovodnikov = Semiconductors*. 1988, vol. 22, iss. 6, pp. 969–991. (In Russ.)
6. Pikhtin A. N. *Kvantovaya i opticheskaya elektronika* [Quantum and optical electronics]. Moscow: Abris, 2012. 656 p. (In Russ.)
7. Batavin V. V., Kontsevoi Yu. A., Fedorovich Yu. V. *Izmerenie parametrov poluprovodnikovykh materialov i struktur* [Measurement of parameters of semiconductor materials and structures]. Moscow: Radio i svyaz', 1985. 264 p. (In Russ.)
8. Komkov O. S., Firsov D. D., Pikhtin A. N., Semenov A. N., Meltser B. Y., Troshkov S. I., Ivanov S. V. Determination of the thickness and spectral dependence of the refractive index of Al_xIn_{1–x}Sb epitaxial layers from reflectance spectra. *Semiconductors*. 2013, vol. 47, no. 2, pp. 292–297. DOI: 10.1134/S1063782613020140

Received December 27, 2013