

Г. М. Борисов, А. А. Ковалёв

Институт физики полупроводников им. А. В. Ржанова СО РАН
пр. Акад. Лаврентьева, 3, Новосибирск, 630090, Россия

Новосибирский государственный университет
ул. Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, Россия

E-mail: gennadiy.m.borisov@gmail.com

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ, ОСНОВАННОГО НА ИЗМЕРЕНИИ УГЛОВ ПАДЕНИЯ

Предложен метод определения действительной и мнимой частей показателя преломления $n(\lambda)$ и $k(\lambda)$ тонких слоев в полупроводниковых гетероструктурах. Метод основан на измерении двух характерных углов на кривых отражения от образца, образованного подложкой с выращенной поверх нее гетероструктурой, для p -поляризованной волны. Первый характерный угол θ_1 представляет собой аналог угла Брюстера, второй угол θ_2 соответствует точке перегиба кривой. Проведены измерения θ_1 и θ_2 для двух образцов, выращенных на подложках GaAs. Предложен и опробован алгоритм извлечения из измерений $n(\lambda)$ и $k(\lambda)$ для слоев квантовых ям в гетероструктурах.

Ключевые слова: показатель преломления, оптические свойства полупроводников, многослойные гетероструктуры, неразрушающая диагностика.

Введение

Устройства на основе полупроводниковых гетероструктур широко применяются в лазерной технике [1]. Гетероструктуры обычно состоят из ряда слоев твердых (тройных или четверных) растворов элементов III и V групп (Ga, In, Al, As, Sb, P) или II и VI групп (Zn, Cd, Hg, Te, S, Se) и обычно изготавливаются путем эпитаксиального наращивания на подложках (GaAs, InAs, GaSb, Ge, Si) толщиной (0,4÷0,5) мм.

Оптические свойства гетероструктур определяются взаимодействием электромагнитного поля с электронами, преимущественно локализованными в нанометровых слоях (квантовых ямах), расположенных между более толстыми слоями (барьеры), либо в слоях, содержащих массивы квантовых точек или проволок [2; 3]. Знание оптических параметров слоев в гетероструктуре необходимо, в частности, для проектирования таких устройств, как пассивные насыщающиеся затворы для лазеров, генери-

рующих сверхкороткие импульсы [4]. Основным параметром, используемым в расчете таких структур, является комплексный показатель преломления $n_w + ik_w$. Квантовые ямы являются квазидвумерными объектами с толщиной h_w , существенно меньшей рабочих длин волн излучения. Поэтому под n_w и k_w следует понимать их эффективные значения в том смысле, что при прохождении слоя ослабление амплитуды бегущей волны определяется величиной $2\pi k_w h_w / \lambda$, а изменение фазы волны определяется величиной $2\pi n_w h_w / \lambda$.

Контроль таких структур, состоящих из (10÷50) ям, обычно проводится по пропусканию. Поскольку полная толщина гетероструктуры может быть сравнимой с длиной волны излучения, неизбежны искажения в спектре пропускания из-за интерференции [5]. Способ, основанный на измерении пропускания, пригоден только для подложек, прозрачных в нужной спектральной области. Когда рабочая область спектра расположена по энергии выше края поглощения ма-

териала подложки, например для структур $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$, измерение пропускания невозможно из-за слишком большого поглощения в подложке. В этом случае практикуется удаление (или существенное утончение) подложки после выращивания на ее поверхности структуры [6]. Такая химическая и механическая обработка, однако, может повлечь за собой изменение спектра или даже разрушение структуры из-за имеющихся в ней механических напряжений.

Диагностика гетероструктур, включающих квантовые ямы, часто проводится с высокой чувствительностью методом фотолюминесценции, возбуждаемой сфокусированным пучком лазера с длиной волны излучения, меньшей длины волны оптических переходов в квантовой яме. Однако спектр фотолюминесценции позволяет судить лишь о наличии квантовых ям в приповерхностном слое, а извлечение количественной информации об оптических параметрах $n_w(\lambda)$ и $\kappa_w(\lambda)$ затруднено. Это же можно сказать о большинстве модуляционных методов [7], которые, в основном, предназначены для уточнения положения в спектрах характерных особенностей.

В этом случае единственной измеряемой величиной остается коэффициент отражения. Однако уровень изменений коэффициента отражения, вносимых гетероструктурами, обычно невелик (10^{-5} – 10^{-3}), что при наличии фона от интерференции в структуре и вклада от примесей в подложке существенно затрудняет определение оптических параметров.

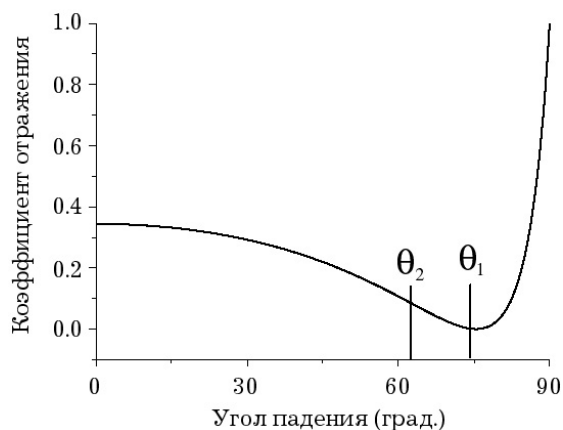


Рис. 1. Зависимость коэффициента отражения от угла падения излучения для подложки из арсенида галлия на длине волны излучения 0,6328 микрон

Цель данной работы состоит в исследовании альтернативного метода [8], основанного на измерении характерных углов на кривой отражения.

Идея метода

Предложенный нами [8] способ использует характерный вид зависимости коэффициента отражения от угла падения для пучка излучения p -поляризации. Для отражения от плоской поверхности GaAs при падении из воздуха ($n = 1$, $\kappa = 0$) эта зависимость показана на рис. 1. В расчете использованы параметры GaAs для $\lambda = 0,6328\mu$: $n = 3,82$; $\kappa = 0,193$. Такой вид кривой сохраняется для отражения как от чистой подложки, так и при наличии выращенной на ней гетероструктуры, однако характерные углы различаются.

Измеряются два характерных угла кривой коэффициента отражения (см. рис. 1). Первый угол θ_1 соответствует минимуму коэффициента отражения (аналог угла Брюстера для непоглощающих материалов). Второй угол θ_2 соответствует точке перегиба угловой зависимости коэффициента отражения ($\theta_1 > \theta_2$). Высокая точность измерения θ_1 и θ_2 обеспечивается введением модуляции угла падения при неизменности направления луча, регистрируемого фотоприемником. Подчеркнем, что при использовании данного метода сигналы мощности излучения вообще не измеряются – ни для падающего на гетероструктуру пучка, ни для отраженного. Таким образом, нет нужды поддерживать стабильность мощности источника излучения и учитывать ее уходы, также нет необходимости следить за линейностью характеристики фотодетектора.

Расчетные зависимости первой производной коэффициента отражения ($dR/d\theta$) от угла падения и второй производной ($d^2R/d\theta^2$) показаны на рис. 2 для поверхности GaAs при $\lambda = 0,6328\mu$.

Точка θ_1 соответствует обращению в нуль сигнала фотодетектора на частоте модуляции (f) угла падения пучка излучения на образец. Угол θ_2 измеряется как при настройке на нуль сигнала на удвоенной частоте модуляции ($2f$), так и при настройке на максимум сигнала на частоте модуляции (f). При фиксированной амплитуде модуляции угла падения пучка излучения сигналы первой и второй гармоник значительно отли-

чаются. В частности, для арсенида галлия при амплитуде модуляции угла в один градус сигнал на удвоенной частоте почти на два порядка меньше сигнала на основной частоте.

Предлагаемый метод позволяет учесть реальные параметры подложки, на которой выращивается гетероструктура. Для этого проводится предварительное измерение параметров $\theta_1 = \theta_{1s}$ и $\theta_2 = \theta_{2s}$ для подложки. На основании этих измерений можно определить параметры подложки n_s, κ_s и использовать их впоследствии в расчетах оптических констант n_w, κ_w в гетероструктуре.

Методика определения оптических констант по характерным углам

Образец представляет собой полупроводниковую подложку с выращенной на ней гетероструктурой. В нашем случае он состоит из собственно подложки, подслоя из материала подложки и периодически повторяющихся барьерных слоев и слоев квантовых ям, а также защитного слоя (если необходимо защитить материалы от окисления). С точки зрения оптики такой образец – это слоистая среда. Расчет коэффициента отражения для такой среды проводится по известным параметрам образующих слоистую среду однородных слоев с параметрами (n_l, κ_l, h_l) , где l – номер слоя в полном образце. Расчеты проводятся для каждой длины волны излучения и при известных параметрах подложки. Функция $R(\lambda, \theta)$ рассчитывается, исходя из матричных элементов полной матрицы гетероструктуры, которая, в свою очередь, вычисляется как произведение матриц отдельных однородных слоев с определенными n_l, κ_l, h_l [9]. Мы предполагаем известными толщины всех слоев h_l , а также значения показателя преломления и коэффициента экстинкции барьерных слоев. Этой информации достаточно для нахождения расчетных (индекс – th) значений характерных углов θ_1^{th} и θ_2^{th} при произвольных значениях n_w и κ_w . Дальнейшая процедура нахождения истинных оптических констант квантовых ям основана на поиске значений n_w и κ_w , обеспечивающих минимум величины M , характеризующей отклонение экспериментальных значений углов от расчетных (при фиксированной длине волны):

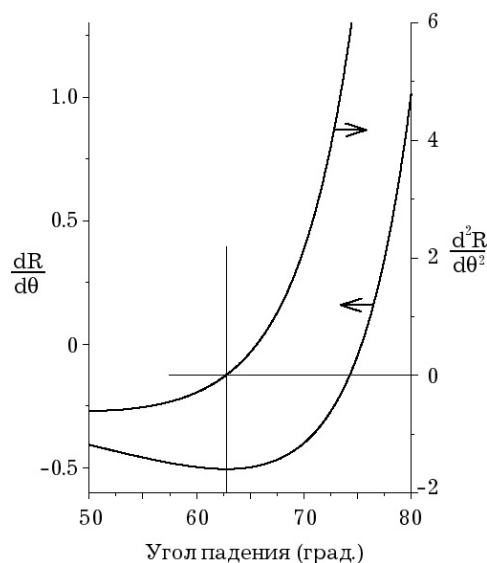


Рис. 2. Угловая зависимость первой (ось слева) и второй (ось справа) производной коэффициента отражения по углу падения излучения

$$M = |\theta_1^{\text{th}} - \theta_1^{\text{exp}}| + |\theta_2^{\text{th}} - \theta_2^{\text{exp}}|,$$

где θ_1^{th} и θ_2^{th} зависят от неизвестных n_w, κ_w , а θ_1^{exp} и θ_2^{exp} – измеренные значения. Точность нахождения n_w и κ_w определяется, в основном, точностью измерения характерных углов, которая в нашем случае составляла $\sim 0,1^\circ$. Для современных угловых перемещателей, например, компании MICOS точность в настройке угла составляет $0,001^\circ$.

Установка для измерения θ_1 и θ_2

Экспериментальная установка для измерения θ_1 и θ_2 показана на рис. 3. Здесь 1 – монохроматор МДР-2 с дифракционной решеткой, имеющей 600 штр./мм, на вход которого проецируется изображение спирали галогеновой лампы накаливания, показанной на рисунке звездочкой. После прохождения через монохроматор ширина спектра излучения составляет 2,4 нм. Линза 2 преобразует исходный расходящийся пучок в пучок с фронтом, близким к плоскому.

Диафрагма 3 выделяет из этого пучка малую часть, которая проходит через призму Глана – Томпсона 5 для получения p -поляризованного пучка излучения. Образец 6 закреплен на поворотном столике 9 таким образом, что линия пересечения плоскости образца и плоскости зеркала 7 совпадает с осью вращения поворотного столика. Такое расположение образца позволяет изменять

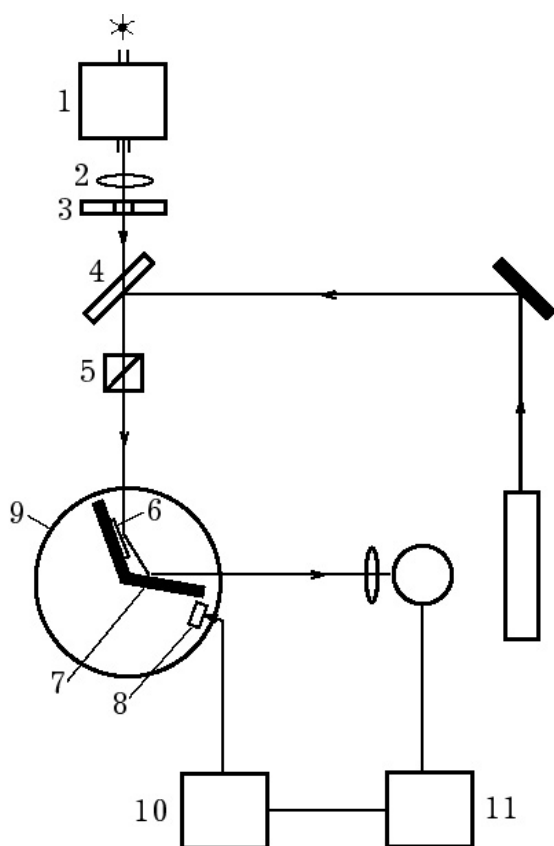


Рис.3. Схема экспериментальной установки

угол падения на образец, не изменяя при этом положение в пространстве пучка, идущего от зеркала на фотодетектор, показанный на рис. 3 в виде круга, расположенного после линзы. В качестве фотодетекторов использовались фотодиоды ФД-9 или ФД-3. Блок, включающий образец и зеркало, может совершать колебания с частотой ~ 10 Гц вокруг оси поворотного столика. Для этого на блоке закреплен постоянный магнит, расположенный внутри катушки индуктивности 8. Таким образом, модуляция угла падения светового пучка на образец осуществляется подачей синусоидального напряжения на катушку индуктивности от генератора 10. Это же напряжение служит опорным сигналом для синхронного детектора 11, на который поступает сигнал фотодетектора. Для юстировки оптической схемы используется пучок гелий-неонового лазера, показанного в правой части схемы.

Для определения абсолютных значений углов падения образец первоначально выставляется под нормалью к пучку, падающему на него из монохроматора. Это дела-

ется поворотом столика: пучок гелий-неонового лазера совмещается с пучком из монохроматора, падающим на образец. Отраженный от образца пучок падает на выходную щель монохроматора. Производится отсчет на поворотном столике, соответствующий нормальному падению. Затем пучок лазера перекрывается, включается модуляция угла падения, и синхронный детектор настраивается на прием первой гармоники излучения, выходящего из монохроматора и отраженного от образца. Поворотный столик вращается до получения нуля первой гармоники сигнала, значение θ_1 считывается по микровинту поворотного столика. Для измерения θ_2 поворотный столик вращается до максимума первой гармоники, по микровинту считывается θ_2 .

Результаты

Измерения проводились для следующих образцов:

- 1) подложка GaAs, используемая для молекулярно-лучевой эпитаксии;
- 2) образец 1: 10 квантовых ям $\text{In}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{As}$ шириной 8,7 нм с барьерами GaAs толщиной 22,3 нм;
- 3) образец 2: 20 квантовых ям GaAs шириной 3 нм с барьерами $\text{Al}_{0,38}\text{Ga}_{0,62}\text{As}$ толщиной 15 нм.

На рис. 4 показаны расчетные зависимости $\theta_{1s}(\lambda)$ и $\theta_{2s}(\lambda)$ для материала подложки. Исходные данные ($n_s(\lambda)$, $\kappa_s(\lambda)$) для расчета взяты из [10]. Построенные зависимости демонстрируют практически монотонный характер, обусловленный относительно слабым влиянием объемного параметра κ_s на ход коэффициента отражения. Исключение составляют небольшие пики вблизи края фундаментального поглощения в области длины волны $0,87\mu$. На этом же рисунке точками показаны результаты измерения характерных углов $\theta_{1s}(\lambda)$ и $\theta_{2s}(\lambda)$ для подложки GaAs.

Результаты измерений показывают отличие от расчетных параметров. Отмечаются два вида отклонений:

- 1) оба угла меньше расчетных;
- 2) значительные флуктуации при изменении длины волны.

Первое отклонение может объясняться тем, что поверхностный слой материала, дающий наибольший вклад в конечный результат, является более рыхлым, т. е. менее

плотным, по сравнению с объемным материалом. Второе может объясняться большим количеством дефектов и примесей в поверхностном слое, что в большей степени проявляется вблизи края фундаментального поглощения. Эти отклонения невозможно учесть в теоретических зависимостях $\theta_{1s}(\lambda)$ и $\theta_{2s}(\lambda)$.

На рис. 5 сплошными кривыми показаны расчетные зависимости $\theta_1(\lambda)$ и $\theta_2(\lambda)$ для образца 1. В расчете использованы значения $n(\lambda)$ и $k(\lambda)$ для GaAs из [10].

Параметр $\kappa_w(\lambda)$ был определен экспериментально по спектру пропускания *p*-поляризованного излучения, падающего на образец с гетероструктурой под углом, близким к углу Брюстера для GaAs (при этом угол падения на слой квантовой ямы близок к нулю – нормальное падение). Значения $n_w(\lambda)$ были определены расчетом, с использованием соотношения Крамерса – Кронига, для этого зависимость $\kappa_w(\lambda)$ вне спектральной области поглощения квантовой ямы была дополнена значениями из [10] с соответствующим пересчетом данных на твердый раствор $\text{In}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{As}$. Результаты измерений характерных углов $\theta_1(\lambda)$ и $\theta_2(\lambda)$ для образца 1 показаны на рис. 5 точками. Здесь видно, что флуктуации при изменении длины волны уменьшились по сравнению с кривыми на рис. 4, что может быть вызвано снижением дефектности в эпитаксиальном слое по сравнению с поверхностным слоем подложки, так как в процессе роста гетероструктуры подложка после удаления окислов закрывается несколькими эпитаксиальными слоями GaAs, и этот слой, выращенный из сверхчистых веществ, оказывается более совершенным, чем исходная подложка, и лишенным слоя окислов, присутствующего на подложке в атмосфере воздуха. Об этом свидетельствует то, что при $\lambda \approx 0,8\mu$ измеренный угол θ_1 практически совпадает с теоретическим значением. В области поглощения в ямах теоретическая кривая расположена ниже экспериментальной, и флуктуации θ_1 начинаются в области поглощения в ямах. Возможное объяснение этому связано с тем, что слои $\text{In}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{As}$ не согласованы по параметру решетки с материалом барьеров (GaAs). Сброс этого механического напряжения может происходить с образованием дефектов, изменяющих оптические параметры слоя квантовой ямы. Не следует

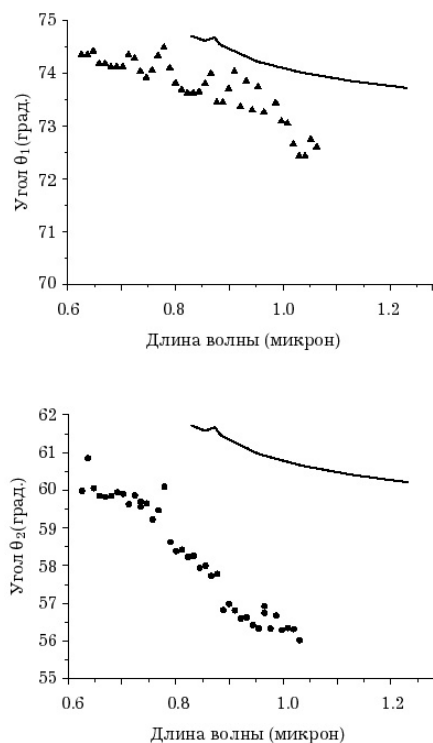


Рис. 4. Расчетные (сплошные линии) и экспериментальные (точки) спектральные зависимости характерных углов $\theta_{1s}(\lambda)$ (вверху) и $\theta_{2s}(\lambda)$ (внизу) для подложки GaAs

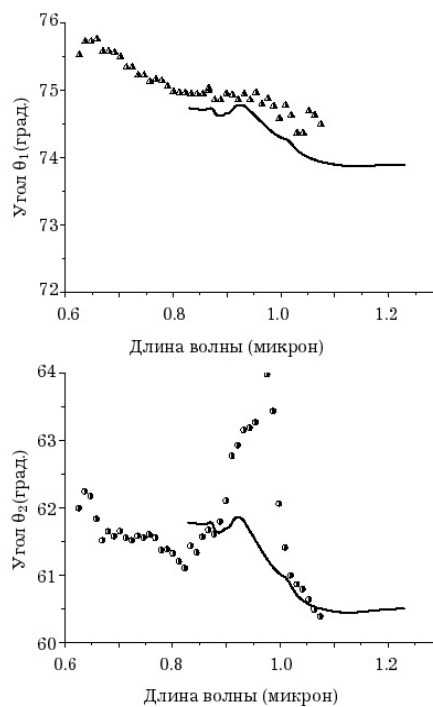


Рис. 5. Расчетные (сплошные линии) и экспериментальные (точки) спектральные зависимости характерных углов $\theta_{1w}(\lambda)$ (вверху) и $\theta_{2w}(\lambda)$ (внизу) для квантовой ямы $\text{In}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{As}$

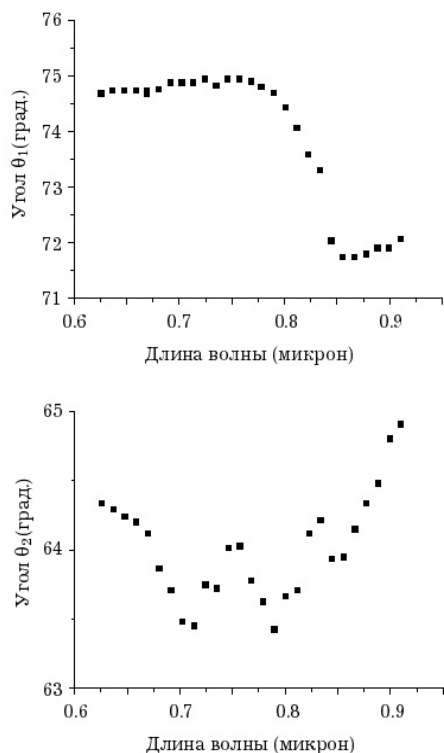


Рис. 6. Экспериментальные спектральные зависимости характерных углов $\theta_{1w}(\lambda)$ (вверху) и $\theta_{2w}(\lambda)$ (внизу) для образца, содержащего квантовые ямы GaAs, разделенные барьерами $\text{Al}_{0,38}\text{Ga}_{0,62}\text{As}$

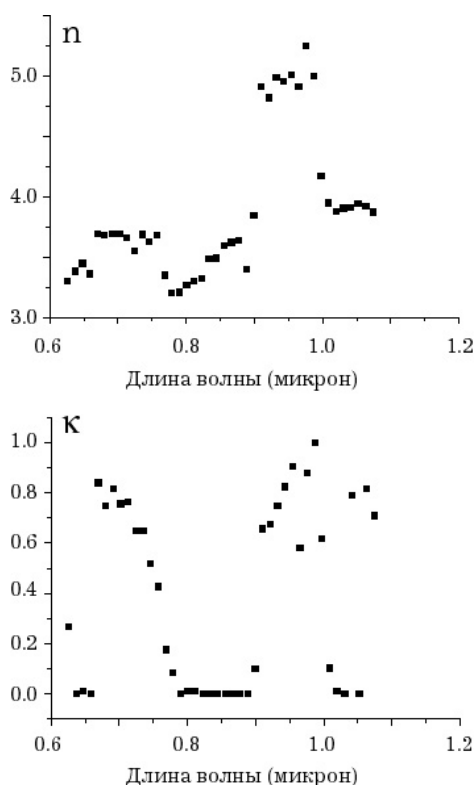


Рис. 7. Оптические параметры $n_w(\lambda)$ (вверху) и $\kappa_w(\lambda)$ (внизу) для квантовой ямы $\text{In}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{As}$, определенные по характерным углам отражения

исключать также влияние диффузии вещества через гетерограницы.

Спектр $\theta_2(\lambda)$ качественно совпадает с наблюдаемым спектром пропускания образца, за исключением небольшого сдвига на $0,02\mu$ в коротковолновую область (толщины слоев и их оптические параметры функционально по-разному входят в пропускание и угол θ_2). Спектр фотолюминесценции образца также дает пик в области $\lambda \approx 1,0\mu$. Существенное расхождение между теоретической и экспериментальной зависимостью $\theta_2(\lambda)$ может объясняться несоответствием между толщинами слоев (теоретическими и выращенными), недостаточно резкими гетерограницами между слоями и пространственной неоднородностью толщин и оптических параметров слоев.

При измерении θ_1 мы находимся в области малого коэффициента отражения (см. рис. 1), что приводит к слабому влиянию на результат интерференции. При измерении θ_2 коэффициент отражения выше ($\sim 0,1$), и влияние интерференции может приводить к более существенным искажениям спектра при ошибках в толщинах или к неверному учету распределения n_i и κ_i по многослойнику. Впоследствии это может также существенно отразиться на извлечении n_w и κ_w из сравнения теоретических и измеренных θ_1 и θ_2 .

Результаты измерений $\theta_1(\lambda)$ и $\theta_2(\lambda)$ для образца 2 показаны на рис. 6.

Теоретические кривые отсутствуют из-за невозможности получить надежные данные по спектральной зависимости коэффициента поглощения в слоях квантовых ям, как это было сделано для образца 1, так как измерение пропускания невозможно из-за очень высокого поглощения в подложке. Расчетная спектральная область поглощения для этой гетероструктуры $0,78\mu$. На рис. 6 (вверху) видно, что в области поглощения на ямах спектр θ_1 принципиально отличается от спектра подложки (см. рис. 4, внизу). Отмечается практически полное отсутствие флуктуаций, это объясняется тем, что материал квантовых ям хорошо согласован по параметру решетки с материалом барьеров и свободен от дефектов. Для θ_2 вблизи расчетной области имеем особенность на $0,75\mu$, связанную с поглощением квантовыми ямами. Немонотонный характер спектра при $\lambda > 0,8\mu$, вероятно, связан с близостью края фундаментального поглощения в подложке.

На рис. 7 показаны результаты определения параметров $n_w(\lambda)$ и $\kappa_w(\lambda)$ для образца 1, полученные с помощью алгоритма, описан-

ного выше. Напомним, что $n_w(\lambda)$ и $\kappa_w(\lambda)$ приписываются материалу ям, все толщины в многослойнике, показатели преломления и коэффициенты экстинкции барьерных слоев считаются известными, а $(n_s(\lambda), \kappa_s(\lambda))$ берутся из отдельных измерений с подложкой. Предполагается также, что все оптические параметры однородны в пределах слоя. Полученные результаты могут значительно отличаться от истинных из-за неконтролируемых ошибок при изготовлении структуры (толщины и состав слоев, низкое качество гетерограниц, наличие дефектов в структуре и подложке). Возможным источником ошибок может служить также использование данных подложки из эксперимента (см. рис. 4), так как гетероструктура, включающая квантовые ямы, отделена от подложки буферным слоем более высокого качества. Правильное использование алгоритма предполагает, что неизвестными остаются только две величины (в нашем случае n_w и κ_w), а все остальные параметры должны быть известны с достаточно высокой точностью.

Заключение

В работе предложен метод определения оптических параметров тонких слоев в полупроводниковых гетероструктурах. Метод основан на измерении двух характерных углов θ_1 и θ_2 кривой коэффициента отражения для p -поляризации. Для точного определения углов вводится модуляция угла падения пучка света на образец при неизменности положения в пространстве выходного пучка. Экспериментально исследованы подложка и две гетероструктуры, выращенные на аналогичных подложках. Полученные в результате измерений углы качественно согласуются с расчетными. Количественное отличие предположительно объясняется неидеальностью поверхностного слоя подложки и неточностью исходных параметров для расчета. Рассмотрен алго-

ритм, позволяющий извлечь из измерений оптические параметры, характеризующие слой квантовой ямы в гетероструктуре. С помощью этого алгоритма определены значения n_w и κ_w в структуре, включающей 10 квантовых ям InGaAs, разделенных барьерами GaAs.

Список литературы

1. Weisbuch C., Vinter B. Quantum Semiconductor Structures (Fundamental and application). Academic Press Inc., 1991.
2. Interacting Electrons in Nanostructures / Eds. R. Houg, H. Schorller. Springer, 2001.
3. Harrison P. Quantum Wells, Wires and Dots. Wiley, 2005.
4. Keller U., Tropper A. Passively Modulated Surface-Emitting Semiconductor Lasers // Physics Reports. 2006. Vol. 429. P. 67.
5. Чалдышев В. В., Школьник А. С., Евтихьев В. П., Holden T. Оптическое отражение и бесконтактное электроотражение от слоев GaAlAs с периодически расположенными квантовыми ямами GaAs // Физика и техника полупроводников. 2006. Т. 40. С. 1466.
6. Герасимович А. А., Жоховец С. В., Гобш Г., Доманевский Д. С. Электроотражение и отражение структуры GaAs/AlGaAs с одиночной квантовой ямой при комнатной температуре // Физика и техника полупроводников. 2005. Т. 39. С. 729.
7. Ю Питер, Кардона Мануэль. Основы физики полупроводников. М., 2002.
8. Ковалёв А. А., Борисов Г. М. Способ оптических измерений для материала. Патент РФ № 2423684. 2011. Бюл. № 19.
9. Борн М., Вольф Е. Основы оптики. М.: Наука, 1973.
10. Optical Constants of Crystalline and Amorphous Semiconductors. Kluwer Academic Publishers, 1999.

Материал поступил в редколлегию 31.01.2012

G. M. Borisov, A. A. Kovalev

INVESTIGATION OF METHOD FOR DETERMINING THE OPTICAL PARAMETERS BASED ON THE MEASUREMENT OF ANGLES OF INCIDENCE

A method of determining the real and imaginary parts of the refractive index $n(\lambda)$ and $\kappa(\lambda)$ of thin layers in semiconductor heterostructures is proposed. The method is based on the measurement of angles on the two characteristic curves of the reflection from the sample formed from the substrate heterostructure grown on top of it, for p -polarized wave. The first characteristic angle θ_1 is an analogue of the Brewster angle, the second angle θ_2 corresponds to the inflection point of the curve. Measurements of θ_1 and θ_2 are carried out for two samples grown on GaAs. An algorithm for extraction from measurements the $n(\lambda)$ and the $\kappa(\lambda)$ of the quantum wells layers in heterostructures is proposed and tested.

Keywords: refractive index, optical properties of semiconductor multilayer heterostructure, non-invasive diagnostics.