

⑨

287-291

分子束外延 HgCdTe 材料生长参数 的实时监测研究*

TN213
~~TN25~~
14
TN304038

王善力 于梅芳 乔怡敏 杨建荣 巫艳 袁诗鑫 何力

(中国科学院上海技术物理研究所半导体薄膜材料研究中心及红外物理国家重点实验室, 上海, 200083)

摘要 报道了用椭圆偏振技术和红外辐射测温技术对 HgCdTe 生长关键参数实时监测的结果, 建立了 HgCdTe 材料在生长温度下的标准光学常数数据库, 在研究中对生长过程中材料的发射率以及红外辐射强度进行了理论分析, 为生长温度的实时精确控制提供了理论依据, 并在实验上获得了小于 $\pm 1^\circ\text{C}$ 的生长温度控制精度。

关键词 分子束外延, HgCdTe, 实时监测, 椭圆偏振, 红外辐射测温。

引言

汞镉碲

在碲镉汞 ($\text{Hg}_{1-x}\text{Cd}_x\text{Te}$) 薄膜材料的分子束外延 (MBE) 技术中, 材料组份 x 值、生长速率以及生长温度是十分重要的控制参数。由于椭圆偏振技术具有高灵敏度、非损伤性等优点, 最近在确定薄膜材料的生长参数研究上有了很大的发展^[1,2,3]。红外辐射测温探测来自材料生长表面的直接辐射, 可直接对表面温度进行测量使其控制在高质量晶体生长的温度范围内。但是由于红外辐射波长与生长薄膜材料的厚度接近而导致的 Fabry-Perot 效应以及材料的热辐射量在生长过程中随材料参数、结构的不断变化而发生变化等因素, 使红外辐射信号十分复杂。在本项研究中, 我们将椭圆偏振以及红外辐射测温技术应用于 HgCdTe 材料的 MBE 生长中, 在生长实验中取得了较好的结果。

1 原理

椭圆偏振技术中, 偏振光的状态参数 ρ 是 P 分量反射系数 r_p 与 s 分量反射系数 r_s 的比值, 它和材料的光学常数 $n-ik$ 以及结构参数通过菲涅耳公式联系在一起。不同组份或结构的 HgCdTe 材料对应于不同的 Ψ 和 Δ 频率色散关系。偏振态参数 Ψ 和 Δ 对材料光学常数及结构参数十分敏感, 通过连续地监测这些参数的变化情况可以获得材料生长参数信息。在实验中, 需要通过实验测定不同温度下已知组份、结构的 HgCdTe 材料光学常数随波长变化的标准数据, 建立结构模型, 利用菲涅耳公式, 计算反射系数分量, 建立标准数据库。在材料生长过程的实时监测时, 通过把测得的未知样品不同波段的 Ψ 和 Δ 值与标准数据库计算的比较, 确定出该材料的组份和结构参数。红外辐射测温仪通过测量表面的辐射量来确定温

* 国家杰出青年科学基金 (69325002)、上海市科学研究基金资助项目
稿件收到日期 1997-01-24, 修改稿收到日期 1997-10-07

度. 根据普朗克定律, 物体表面辐射量 M , 的大小与表面温度 T 以及表面发射率 ϵ 有关. 根据能量守恒以及 Kirchoff 定律有 $\epsilon_\lambda(T, \lambda) = \alpha(T, \lambda)$; ϵ_λ 为单色发射率, $\alpha(T, \lambda)$ 为材料的吸收比. 材料的发射率 ϵ 可以从下式得出:

$$\epsilon(T) = \frac{\int_0^{\infty} W(T, \lambda) \epsilon_\lambda(T, \lambda) d\lambda}{\int_0^{\infty} W(T, \lambda) d\lambda} \quad (1)$$

发射率决定了生长过程中材料样品热量的辐射损失, 它与材料的组份 x 值以及结构参数紧密相关. 材料的结构参数在生长中随生长时间的不断变化, 导致了发射率或样品的辐射能量损失随生长时间发生变化, 给稳定控制生长温度带来了困难. 在实际利用红外辐射测量材料表面的温度时, 测得的辐射量 M 是样品本身的表面热辐射 M_s 与加热衬底从薄样品中透射部分辐射 M_t 的叠加, 其中 M_t 可由下式得出:

$$M_t(T) = \int M(T, \lambda) \tau(T, \lambda) d\lambda, \quad (2)$$

式(2)中 $\tau(T, \lambda)$ 为样品的透射比. 透射比和吸收比的计算可采用多层光学薄膜干涉矩阵的方法^[4]得出. 上述两式表述了生长过程中样品在不同温度下红外辐射的变化情况.

2 实验结果与讨论

HgCdTe 的生长是在 RIBER 32P MBE 系统上进行的, 详细生长过程见文献[5]. 我们在 MBE 生长中利用椭圆偏振仪以及红外辐射温度计对材料的生长的参数进行了实时监测. 椭圆偏振仪采用 J. A. Woollam 公司 44 波段光谱椭圆偏振仪, 波长范围为 410~761nm. 通过无应力石英窗口将探测光束引入到 MBE 生长室, 光的入射角、反射角均为 70°, 为防止窗口污染, 窗口在闲置状态下加一定的温度. 红外辐射测温采用 IRCON 2600 InSb 探测器, 探测波长 2~2.6 μm .

2.1 材料组份 x 值和生长速率的实时监测

由于椭圆参数对材料有很高的灵敏度, 利用椭圆仪测得的数据对 HgCdTe 的组份进行拟合时, 组份的相对精度可达 0.0005^[5], 完全可以满足精度要求. 在真空环境中, 我们对一些已知组份的标准 HgCdTe 样品进行了椭圆测量, 获得了在生长温度下的光学常数, 建立了标准数据库, 利用此数据库对 HgCdTe 的组份进行了实时拟合. 图 1 为 HgCdTe 生长 4min 后, 在部分波段上实时采集到的 Ψ 值随生长时间的变化. 在生长初期, 大于 623nm 的较长波段上可以清楚地观察到迅速衰减的干涉振荡, 这是因为 HgCdTe 层较薄并且在这些波段上的吸收系数相对较小, 从而可以看到在 HgCdTe 层内的干涉作用, 干涉振荡的周期反映了 HgCdTe 薄层的厚度^[3]. 利用外延最初阶段干涉峰间距与厚度的关系, 可以计算出薄膜的生长速率. 从图 1 所示曲线实例看, 可以立即得出该样品的生长速率为 8.63 \pm 0.14 $\text{\AA}/\text{s}$, 与生长后用红外透射曲线拟合后的结果相吻合.

图 2 给出任选的两个时刻(5.50min 和 30.02min)椭圆参数及用 HgCdTe 标准数据进行的拟合结果, 得到的组份分别是 0.2995 \pm 0.0018 和 0.3024 \pm 0.0017. 在 HgCdTe 材料的实际生长过程中, 我们通过对生长初期的材料组份以及生长速率的监测, 可以及时发现这些

参数与预定目标的偏差,为及时调整生长参数,保证材料的生长合格率奠定了基础.对整个生长过程中的不同时刻的测量结果进行拟合,可以方便地掌握材料组份 x 值在生长方向(纵向)上的变化情况.对图 2 不同时刻下的组份拟合结果表明该 HgCdTe 材料在生长中组份 x 值的相对波动差小于 ± 0.002 ,反映了较好的纵向组份均匀性.利用椭偏仪我们对不同组份 HgCdTe 样品的生长过程进行了监测.对各样品在各时刻得到的组份求平均,得到各样品由椭偏仪测得的平均组份,再利用红外透射光谱对生长后的样品进行测量,采用文献 [9] 给出的方法对组份进行拟合(见图 3),两种方法得到的组份吻合较好.

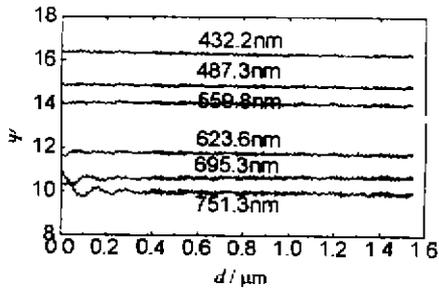


图 1 HgCdTe 生长中 Ψ 值
在一些波长上变化实例

Fig. 1 An example of the variation of Ψ values at different wavelength during HgCdTe growth

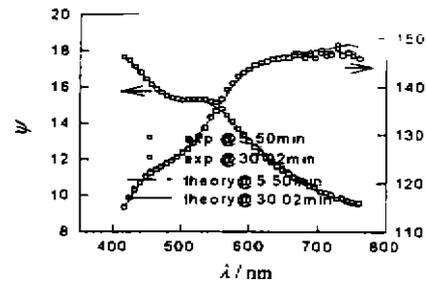


图 2 2 个不同生长时刻下实测
曲线与理论曲线的比较

Fig. 2 A comparison of experimental curves measured at 2 different growth time with the theoretically calculated curves

2.2 材料生长温度的实时监测

在 HgCdTe 分子束外延中,衬底温度是影响外延薄膜晶体质量的关键因素^[5].为了正确理解 HgCdTe 生长时的温度变化以及红外辐射测温仪读数与材料参数的复杂关系,我们模拟计算了 HgCdTe 生长过程中材料 ϵ 以及测温仪温度读数的相对变化情况.计算采用 HgCdTe/CdTe/GaAs 三层结构,CdTe 厚度为 $3\mu\text{m}$,HgCdTe 层的生长速率为 $2.5\mu\text{m/hr}$.值得指出的是:由于缺乏在生长温度下红外波段上的材料光学常数,在计算中我们采用了室温 HgCdTe、CdTe 的光学常数^[7],这将带来计算绝对数值上的一定偏差,但不影响获得的变化规律.图 4 给出了在 190°C 恒定温度下,HgCdTe 样品发射率随生长时间以及组份的变化关系.随着生长的进行,样品厚度不断增加,材料的发射率或吸收比逐渐增强,导致辐射能量损失增大,特别对于组份值较小的 HgCdTe 材料这个现象更为明显.在加热功率恒定或者(甚至)在衬底钼块背面用热电偶测温来恒定温度的条件下,表面发射率的这一变化将导致样品表面温度随生长时间逐渐下降,这个现象与大量的生长实验结果相吻合^[6].计算结果表明,在 HgCdTe 生长中必须按表面发射率的这一变化规律不断增加衬底加热功率以达到恒定的生长温度.

图 5 为模拟计算的红外辐射测温仪(探测波长 $2\sim 2.6\mu\text{m}$)的温度读数与材料组份以及生长厚度(时间)的变化关系.在样品温度为 185°C 下,测温仪的温度读数经过几次振荡后趋于稳定,达到稳定所需要的时间随 HgCdTe 的组份不同而不同.正确地理解生长过程中材料表面温度的变化规律及其红外辐射信号的相关关系,为实际准确地控制材料生长温度提供了必要的理论依据,有效地提高了材料生长的控制能力.图 6 是我们利用红外辐射测温的

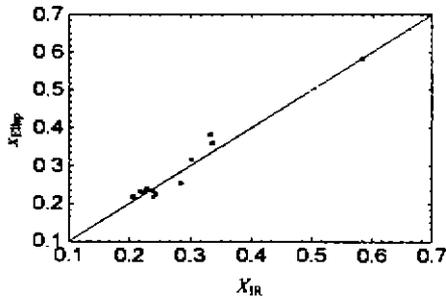


图3 用椭圆偏振技术(Ellip)和红外透射技术(IR)获得的组份 x 值的比较
Fig. 3 A comparison of x values obtained by ellipsometry (Ellip) and infrared transmission (IR)

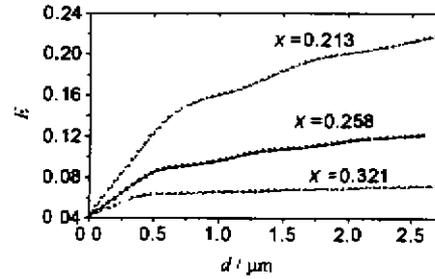


图4 在190°C下的生长过程中HgCdTe材料表面发射率随材料厚度和组份的变化
Fig. 4 The variation of surface emissivity of HgCdTe with the layer thickness and the material composition during the growth at 190°C

方法在生长中获得的实际温度曲线的一个实例.它与图5的计算结果比较,不难看出该样品在生长中表面温度的波动较小(小于 $\pm 1^\circ\text{C}$),完全达到了HgCdTe生长温度的控制要求,获得了较好的晶体质量^[5].

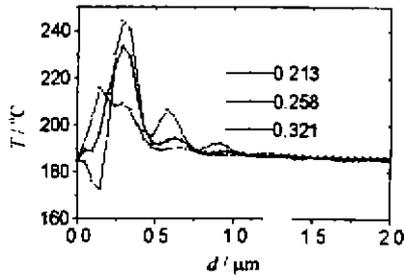


图5 在185°C下对应于不同HgCdTe材料组份的红外测温仪读数信号随生长厚度变化的理论模拟结果
Fig. 5 Theoretically predicted curves of the variation in temperature readings of an IR pyrometer with the layer thickness for different compositions of HgCdTe at the same growth temperature of 185°C

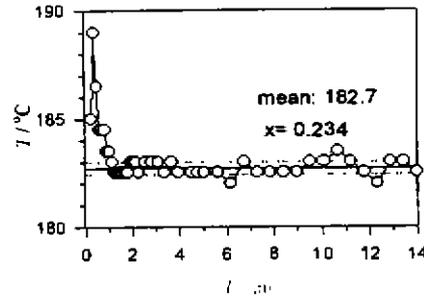


图6 HgCdTe材料生长实验中红外测温仪读数温度的变化实例
Fig. 6 An example of the variation in temperature readings of an IR pyrometer experimentally obtained during HgCdTe growth

3 结论

在椭圆偏振研究中,我们初步建立了HgCdTe材料在生长温度下的标准光学常数数据库.生长中用椭圆偏振实测的组份 x 值以及生长速率与生长后的红外透射光谱的测量结果吻合较好,证明利用椭圆偏振技术可以有效地监测生长过程中的材料组份和生长速率2个关键参数.利用实时测得的结果,对HgCdTe材料组份在生长方向上的波动进行了评价,其结果表明用MBE技术制备的HgCdTe薄膜材料具备较好的组份纵向均匀性.

我们对MBE生长过程中HgCdTe/CdTe/GaAs多层结构的发射率变化进行了理论分

析,揭示了生长中材料表面发射率随生长以及 HgCdTe 材料组份的变化规律.通过对红外辐射测温信号的计算机模拟,解释了实验上观测到的红外辐射信号与材料温度、材料结构、组份之间复杂的相互关系,为生长温度的实时精确控制提供了理论依据,在实验上获得了 $\pm 1^\circ\text{C}$ 的生长温度控制精度.

致谢 作者感谢俞锦陞,许颐璐,杜美荣在本项工作中在技术上的支持.

REFERENCES

- 1 Hartley R H, Folkard M A, et al. *J. Cryst. Growth*, 1992, **117**:166
- 2 Demay Y, Gailliard J P, Medina P. *J. Cryst. Growth*, 1987, **81**:97
- 3 Benson J D, Cornfeld A B, et al. *J. Electro. Mater.* 1996, **25**(5):1406
- 4 Fowles G R. *Modern Optics*, Dover Publication, Inc, New York, 1968
- 5 WANG Shan-Li, YANG Jiang-Rong, HE Li, et al. *J. Infrared Millim. Waves*(王善力,杨建荣,何力等, *红外毫米波学报*), 1996, **15**(5): 333
- 6 Price S L, Boyd P R. *Semicond. Sci. Technol.* 1993, **8**(6s): 842
- 7 YANG Jiang-Rong, WANG Shan-Li, HE Li, et al. *J. Infrared Millim Waves* (杨建荣,王善力,何力,等, *红外与毫米波学报*) 1996, **15**(5):327
- 8 Kawano M, Sasaki T, Oda N. *J. Electro. Mater.* 1995, **24**(5):431

REAL-TIME MONITORING OF GROWTH PARAMETERS OF MBE GROWN HgCdTe *

WANG Shan-Li YU Mei-Fang QIAO Yi-Min
YANG Jian-Rong WU Yan YUAN Shi-Xin HE Li

(Epitaxy Research Center for Advanced Materials, National Laboratory for Infrared Physics,
Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China)

Abstract Preliminary results on the real-time monitoring of critical growth parameters by using ellipsometry and infrared pyrometry techniques were described. In this work, a data base of standard optical parameters for HgCdTe at the growth temperature was established. The emissivity and IR radiation intensity for a HgCdTe/CdTe/GaAs multilayered structure were theoretically investigated, and a theoretical base for the experimentally real-time monitoring and controlling the growth temperature with high accuracy was established. A temperature variation of less than $\pm 1^\circ\text{C}$ during growth was experimentally obtained.

Key words MBE, HgCdTe, real-time monitoring, ellipsometry, infrared pyrometry

* The project supported by the National Science Foundation for Outstanding Youth and Shanghai Science Foundation
Received 1997-01-24, revised 1997-10-07