## Mesures de flux in-situ en temps réel en épitaxie par jets moléculaire par spectrocopie dabsorption atomique modulée en longueur dabnde: application à des mesures de flux de gallium

temn

#### **D. Vignaud**

Institut de Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN, UMR CNRS 8520) Av. Poincaré, PO Box 60069, 59652 Villeneuve de Ascq Cedex FRANCE



### sommaire

# 1. modulated atomic absorption and MBE: how to achieve real-time flux measurements ?

(presentation 14<sup>th</sup> MBE, Tokyo, 09/2006)

# 2. absorption atomique modulée: analyse du signal et optimisation

#### **Element III flux measurements in MBE:**





#### **Requirements:**

- adapted photon source
- two facing flanges



Wavelength-modulated atomic absorption spectroscopy (WMAAS)



#### Wavelength-modulated atomic absorption spectroscopy (WMAAS)

laser diode

lens



WMAAS already used for yttrium evaporation rate measurements (at 668nm) *W. Wang et al., Appl. Phys. Lett.* 67, 1375 (1995)



temn

FIG. 1. Schematic of the diode-laser-based FM spectroscopy system for evaporation rate control in a deposition chamber. EOM, electro-optic modulator; HCL, hollow cathode lamp; L, lenses; SL, Selfoc lens; PD1, wideband photodetector; PD2, photodetector; CIG1,2, chopped ion-gauge monitors; QCM, quartz crystal monitor; I, optical isolator; HP, half-wave plate.





temn Institut de le ctronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie wavelength-modulated source (WMS) WMAAS set-up interferometer reference beam (active stabilization) lock-in 2 WMS<sup>2</sup>  $2f_2$ f2 and focusing into the fiber lock-in 1 WMS 1 2f<sub>1</sub> f<sub>1</sub> **ECDL** OF MBE chamber PD1 PD substrate FPI Lw W PD WBS OF LD L' ∕BS L2 PD2 PiA shutter cell **Riber Compact 21 chamber** stability better than 0.05 GHz over  $\Rightarrow$ a useful long time scale absolute growth rate measurement by RHEED intensity oscillation

*lettorique, de Microélectronique et de Nanotechnologie* 

#### Ga fluorescence (look at the Ga atoms !):



#### Ga absorption at 403 nm

temn



Ga transmission spectra (growth rate~0.8 ML/s on GaAs)

optimum scanning width for WMAAS signal at 2f



O. Marago et al., Appl. Phys. B 77, 809 (2003)

2x4 lines:

- hyperfine splitting
- isotopic distribution (60% Ga<sup>69</sup> and 40% Ga<sup>71</sup>)
- $\Rightarrow$  3 peak structure (Doppler broadening)

#### **RHEED-WMAAS simultaneous measurements**



#### **RHEED-WMAAS simultaneous measurements**



#### WMAAS low-flux sensitivity

1emn



growth rate = 0.027 ML/s Ga cell: T = 780°C

14/32

the laser diode output



15/32

### sommaire

1. modulated atomic absorption and MBE: how to achieve real-time flux measurements ?

# 2. absorption atomique modulée: analyse du signal et optimisation

#### absorbance dun flux de gallium

temn



- ⇒ simulation du spectre dabsorption par une somme de 8 gaussiennes
  - 3 paramètres ajustables
    - alignement en longueur dabnde
    - absorbance maximum
    - élargissement Doppler
- ⇒ élargissement Doppler ~ 0.7 GHz
- $\Rightarrow$  optimisation des paramètres de modulation :
  - v<sub>0</sub> (valeur moyenne)
  - $\Delta v$  (modulation totale)
  - harmonique mesurée

#### Mesures de transmission directe

temn



afin de conserver un fonctionnement monomode de la source modulée, nécessité de moduler le courant en même temps que la longueur d**D**onde:

⇒ signal détecté modulé en intensité présence des harmoniques impaires

 $\Rightarrow$  mesures différentielles (lock-in)

 $\Rightarrow$  chambre UHV dédiée, 1 seule cellule (T<sub>Ga</sub>=980°C)

absorption atomique modulée =  $f(\Delta v)$ 

*lemn* 



 $v_0 = v$ (absorbance maximum)

1 paramètre ajustable: - absorbance maximum

 $\Delta v = 2.6 \& 13 \text{ GHz}$ 

 $\Delta v = 5.2 \text{ GHz}$ 

 $\Delta v = 7.8 \text{ GHz}$ 



19/32



<u>absorption atomique modulée =  $f(v_0)$ </u>



#### mesures à large modulation

mesures à 2f (T<sub>Ga</sub>=980°C)



*lettorique, de Microélectronique et de Nanotechnologie* 

absorption atomique modulée = f(flux photons)



 $\Rightarrow$  saturation du signal à haut flux

saturation détecteur ?

saturation de labsorption induite par transitions stimulées ?

absorption atomique saturée: modèle du gallium à 3 niveaux

temn

 $N_3$ équations de volution: (3)  $\frac{dN_1}{dt} = \sigma \Phi \left( N_3 - N_1 \right) + A_{31} N_3$  $\frac{dN_2}{dt} = A_{32}N_3$  $\frac{dN_3}{dt} = \sigma\Phi(N_1 - N_3) - A_{31}N_3 - A_{32}N_3$  $\frac{d\Phi}{dt} = c\,\sigma\Phi(N_3 - N_1)$ 417 nm σΦ A<sub>32</sub> A<sub>31</sub> 403 nm (2)  $N_2$ avec  $N_i$ ,  $\Phi = f(x, y, z)$  $N_1$ (1)  $\gamma N_2^0$  $\gamma N_1^0$ γ supposant  $N_i$ ,  $\Phi = f(z)$ à faible absorbance  $\begin{cases} \frac{dN_1}{dt} = \sigma \Phi \left( N_3 - N_1 \right) + A_{31} N_3 + \gamma N_1^0 - \gamma N_1 \\ \frac{dN_2}{dt} = A_{32} N_3 + \gamma N_2^0 - \gamma N_2 \\ \frac{dN_3}{dt} = \sigma \Phi \left( N_1 - N_3 \right) - A_{31} N_3 - A_{32} N_3 - \gamma N_3 \end{cases}$ à T<sub>Ga</sub> = 980°C :  $N_1^0 / N_2^0 \sim 1.3$  $N_1^{0} / N_3^{0} \sim 10^{12}$ 

24/32





temn

*lettorique, de Microélectronique et de Nanotechnologie* 

absorption atomique modulée = f(T<sub>Ga</sub>)



27/32





temn

29/32



#### **Conclusions**

- système de mesure de flux en temps réel en MBE décrit, à partir de mesures dabsorption atomique modulée en longueur dande
- le cÊ ur du système est basé sur une diode laser montée en cavité étendue et un interféromètre pour stabilisation active de la longueur donde
- résultats obtenus pour des vitesses de croissance dans la gamme 0.01 Ë 2.6 ML/s
- dépendance linéaire du signal dabsorption atomique modulé avec la croissance
- bruit équivalent à 0.01 ML/s
- paramètres de modulation étudiés  $\Rightarrow$  harmonique optimum 4f ou 6f
- absorption saturée à fort flux de photons (modèle à 3 niveaux)
- réponse du système satisfaisante même avec des hublots peu transparents
  - ⇒ technique paticulièrement bien adaptée à des mesures de flux en temps réel en MBE (faible flux)



absorption atomique modulée et MBE: à suivre ???

- mesures pour dautres éléments III (AI et In) lévidentes
- mesures simultanées pour les 3 éléments III, en modulant la longueur de chaque élément à une fréquence différente
- mesures pour dautres éléments lexotiques D à voir au cas par cas Å

 $\Rightarrow$  recherche dun partenaire industriel intéressé

#### **Bibliographie**

- ÏReal-time *in-situ* flux monitoring by wavelength-modulated atomic absorption spectroscopy in molecular beam epitaxy: Application to Ga flux measurementĐ by D. Vignaud & F. Mollot, J. Crystal Growth 301, 79 (2007)
- ÏReal-time *in situ* flux monitoring in molecular beam epitaxy by wavelength-modulated atomic absorption spectroscopyĐ
  by D. Vignaud J. Vac. Sci. Technol. B 25, 1398 (2007)



#### **Remerciements**

- Dr. F. Mollot (IEMN)
- Dr. P. Verkerk (PHLAM, Villeneuve d DAscq)
- Dr. O. Marago (CNR, Messine, Italie)
- Dr. X. Wallart, L. Desplanque, J.F. Lampin et J.L. Codron (IEMN)
- travail accompli grâce au support financier de le pluion Européenne, du gouvernement français et du Conseil Régional Nord-Pas de Calais

### Thank you for your attentionÅ