

С.К. Губа, І.В. Курило

Виявлення дислокаційних дефектів у багатошарових структурах на основі арсеніду галію препаративним методом

*Національний університет “Львівська політехніка”, кафедра напівпровідникової електроніки,
вул. Степана Бандери, 12, м. Львів 79013, Україна, E-mail: gubask@polynet.lviv.ua*

За допомогою методу проєкційного травлення досліджено дефектоутворення в перехідних ділянках багатошарових структур на основі арсеніду галію. Установлено, що на утворення дефектів типу дислокацій вирощуваного гомоепітаксійного шару найбільше впливають тип і концентрація легувальної домішки у підкладці, або попереднього епітаксійного шару.

Ключові слова: епітаксійні шари, травлення, дислокації, арсенід-галієві багатошарові структури.

Стаття постуила до редакції 18.02.08; прийнята до друку 15.12.08.

Вступ

Діагностування структурних дефектів охоплює якнайповніше встановлення їх кристалографічної та хімічної природи. На цьому базується термодинамічне підґрунтя моделей, із яких можна зробити висновок про механізм виникнення і взаємодію дефектів між собою та встановлення рекомендацій для їх анігіляції в процесі росту і створення в технологічному процесі конструктивних елементів.

Будь-який метод, такий наприклад, як зображення кристалічної решітки за допомогою електронної мікроскопії високого розділення, дає завжди лише часткову інформацію про неї. Ось чому аналіз реальної структури – це результат теоретичних міркувань і спостережень за допомогою різноманітних методів щодо цілеспрямованого генерування дефектів.

У цій роботі використовували препаративний метод виявлення дефектів. Основною його перевагою є просте технічне оснащення, висока чутливість, можливість використання зразків великих розмірів.

І. Методика експерименту

Препаративний метод травлення [1] полягає в тому, що в процесі неперервного травлення на поверхні зразка досить чітко проявляються особливості мікрорельєфу, як початкової поверхні, так і утвореної внаслідок травлення.

В окремих випадках після вибіркового хімічного травлення проявляється чітко виражений ефект “пам’яті”, коли сліди дефектів залишаються після

травлення шарів, які в десятки або й сотні разів перевищують висоту мікрорельєфу травлення.

Велика товщина “запам’ятовуючого” шару настільки перевищує інформативність картин травлення, що виявлення дефектів структури таким травленням можна розглядати як самостійний різновид вибіркового хімічного травлення – “проєкційне” травлення [1].

Якщо травник, який спричиняє ефект пам’яті, створює в місцях виходу дефекту на поверхню ямки або горбки, то на поверхні зразка залишаються сліди дефектів, що були в протравленому шарі. При цьому геометрична форма слідів відповідає проєкції дефектів на поверхні зразка.

Проєкційне травлення дає змогу отримувати чіткі сліди дислокацій у шарах завтовшки до декількох сотень мікрометрів. У цьому разі слід являє собою канавку, яка звужується до місця виходу дислокації на поверхню кристала після травлення. Широкий кінець цієї канавки відповідає виходу дислокації на первісну поверхню зразка. Відповідність слідів на картинах травлення проєкцій дислокацій підтверджувалась неодноразово.

По мірі збільшення товщини стравленого шару поверхнева щільність слідів мікрodefektів на картинах проєкційного травлення зростає, і, крім того, збільшується неоднорідність їх розподілу. Виражена властивість пам’яті і висока чутливість до мікронеоднорідностей розподілу домішок проявляється за деяких співвідношень складників травника.

Обов’язковим етапом проведення досліджень є підготовка зразків. Для очищення поверхні від пилу зразки промивали в проточній дейонізованій воді. Для знежирення поверхні зразки обробляли в

кип'ячому толуолі, чотирьохлористому вуглеці та ацетоні. У цій роботі всі скісні шліфи готували хімічним травленням. Ми розробили методику отримання таких шліфів, яка відрізняється від описаної в [2]. Відмінність полягає в тому, що зразок розташовується нерухомо, а рівень травника змінюється за допомогою прецизійного багатофункційної дозувальної помпи МДН-01. Щоб запобігти додатковому забрудненню травника був обраний такий напрямок руху кулачків, за якого травник видаляється з посудини.

Для вибору травника було випробувано кілька стандартних полірувальних травників для арсеніду галію [1]. Для кожного з них дослідним шляхом визначали швидкість травлення. На частину поверхні зразка наносили парафін, потім зразок на деякий час занурювали в травник. Згодом, після ретельного промивання, робили сколювання. На поверхні сколювання за допомогою мікроскопа вимірювали висоту отриманої сходинок.

До основних вимог, яким повинен задовільняти травник, належать невелика швидкість травлення та добрі полірувальні властивості.

Для виготовлення скісних шліфів на структурі GaAs найбільше підходить так званий силікатний травник $\text{NH}_4\text{OH} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1 : 1 : 3$, який забезпечує швидкість травлення приблизно 2 мкм/хв.

Однією з переваг описаного методу є можливість виготовлення скісних шліфів під різними кутами, що легко здійснюється зміною швидкості видалення травника. Як виявилось, найбільш зручним з погляду дослідження перехідних ділянок є використання шліфів, виготовлених під кутом приблизно 3° . Проявляючий АВ-травник був складу: 40 мл $\text{AgNO}_3 + 5 \text{ г } \text{Cr}_2\text{O}_3$, розчиненого в 10 мл H_2O , після чого доливали 5 мл HF [3].

Наявність плавикової кислоти в цьому травнику виключає використання скляного посуду. Тому для досліджень були виготовлені фторопластові посудини та пристосовання. У процесі травлення здійснювалось інтенсивне перемішування травника за допомогою магнітного змішувача.

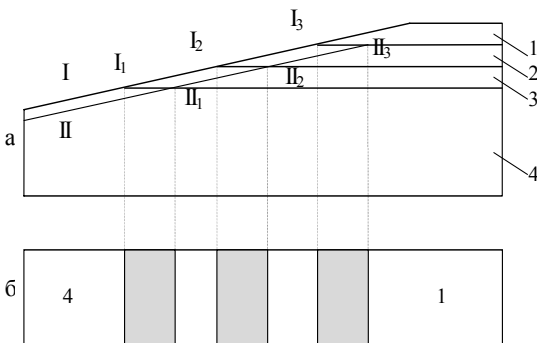


Рис. 1. Схема утворення перехідних ділянок у результаті травлення в АВ-травнику скісного шліфа тришарової структури GaAs: епітаксійні шари (1, 2, 3); підкладка (4). Положення поверхні до (I) і після травлення (II); а – поперечний переріз скісного шліфа; б – його поверхня.

Можливість використання методу проєкційного травлення для дослідження дефектоутворення в перехідних ділянках багатошарових структур ілюструє рис. 1.

По мірі стравлювання шару зі скісного шліфа межа підкладки – 1-й шар, 1-й шар – 2-й шар і 2-й шар – 3-й шар переходить з первісних положень I_1, I_2 і I_3 у положення II_1, II_2 і II_3 відповідно. При цьому на поверхні зразка проявляються три смуги, кожна з яких характеризує відповідну ділянку. У проміжках між цими заштрихованими смугами повинні виявлятися смуги, що відповідають травленню власне епітаксійних шарів. Як показано на рис. 2, ці смуги чітко розмежовують перехідні області. Таким чином, описана методика дає змогу провадити пряме спостереження дефектів перехідних областей багатошарових арсенід галієвих структур.



Рис. 2. Мікрофотографія перехідних областей після травлення в АВ-травнику тришарової структури: підкладка (1); перехідна частина підкладки – епітаксійний шар (2); перехідна частина – третій епітаксійний шар (3).

II. Експериментальні результати та їх обговорення

Підкладки арсеніду галію типу АГЧПХ вирізняються достатньо високою неоднорідністю структури від центра до периферії, та існуванням залишкових напружень [4]. Щільність розподілу дислокацій становила $5 \cdot 10^3 - 3 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ [5, 6]. У роботі експериментально досліджено планарні нелеговані півки арсеніду галію.

Розподіл дислокацій виявляли за ямками травлення. Установлено, що збільшення товщини плівок суттєво не впливає на щільність розподілу дислокацій. Зазначимо, що недосконалість структури підкладок проявляється у структурі епітаксійних шарів. На рис. 3 зображена картина послідовного проєкційного травлення однієї і тої самої ділянки епітаксійної структури. Після стравлювання шару товщиною 10 мкм (рис. 3, а) на поверхні виявляються плоскодонні ямки, які відповідають мікрodefектам епітаксійного шару. Після стравлювання шару 30 мкм, більшого за товщину епітаксійного шару, на картині до слідів мікрodefектів епітаксійного шару додаються сліди дефектів самої підкладки. Зазначимо, що довжина плоскодонних ямок

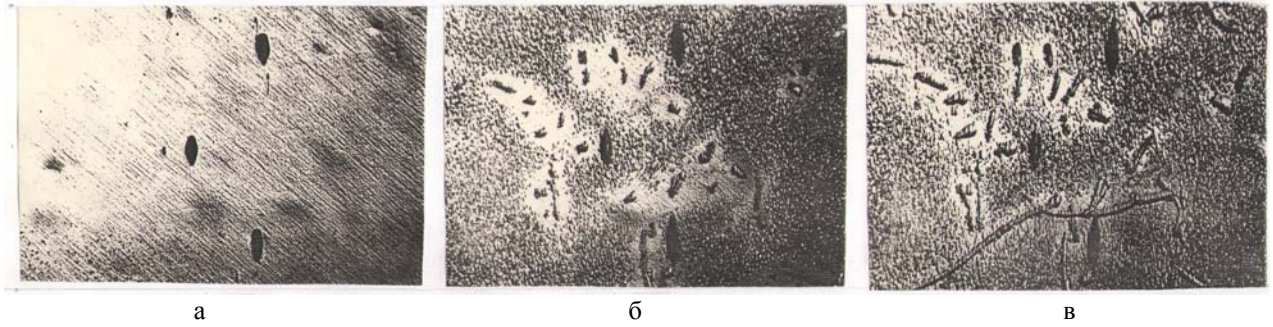


Рис. 3. Мікрофотографія послідовного проекційного травлення однієї і тої самої ділянки епітаксійної структури після стравлення шару на глибину 10 (а), 30 (б), 50 мкм (в).

збільшується майже в два рази при збільшенні товщини стравленого шару від 10 до 50 мкм. (рис. 3, в). Після травлення виявлено комірчасту структуру. Розміри комірок сильно змінюються по площині зразків у межах 50–5000 мкм. Установлено, що концентрація неконтрольованих домішок, які дифундують з підкладки в епітаксійні нелеговані шари, різко спадає на відстані 1–3 мкм. Збільшення товщини плівок суттєво не впливає на щільність розподілу дислокацій (рис. 4). Це однаково стосується положення підкладок в реакторі та зміни температури підкладок під час епітаксії (700–750°C). Однак, зниження температури епітаксії спричинює збільшення мікронеоднорідності шарів унаслідок зменшення значень коефіцієнтів дифузії домішок і власних точкових дефектів, для яких дислокації служать ефективними гетерами.

Для дослідження дефектоутворення у перехідних ділянках використовували арсенід-галієві багатошарові структури. Нелеговані і леговані S, Sn, Zn шари були нарощені на різні підкладки з домішками Sn, Zn і Te.

Унаслідок різного ступеня легування підкладки і шарів, значення невідповідності сталих решіток багатошарових структур змінювались від $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-5}$. Кількість шарів у структурах становила від 1 до 3.

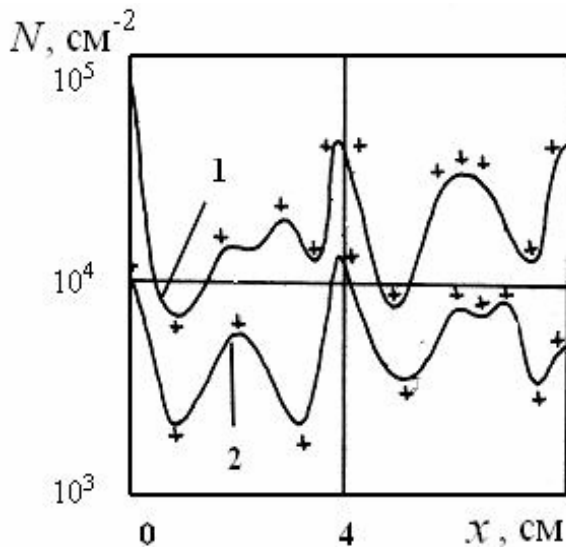


Рис. 4. Залежність щільності ямок травлення епітаксійних шарів GaAs від координати підкладки за різних товщин шару: 5 мкм (1); 20 мкм (2).

Ми досліджували перехідні ділянки структур з нелегованими шарами і шарами, легованими Sn до концентрації $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$.

У процесі газофазної епітаксії шарів на напівізолювальних підкладках, вони ростуть в умовах стискування ($\Delta a > 0$), оскільки легування приводить до зменшення сталої решітки арсеніду галію. Травленням поверхні не виявило дислокацій у підкладці. При детальному дослідженні підкладок без епітаксійних шарів були виявлені лінійні дислокації після тривалого травлення у АВ-травнику, коли товщина стравленого шару становить 30 мкм. Проекції слідів виходу дислокацій мають вигляд трикутників зі сторонами 3–4 мкм, на яких розміщені дрібні ямки.

Під час травлення у АВ-травнику підкладок, легованих Zn до концентрації $4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$, дислокації виявляються у вигляді чітких гребенів таких самих розмірів, але без ямок. У таких кристалах сліди у вигляді гребенів відповідають дислокаціям, які паралельні поверхні підкладки. У процесі епітаксії нелеговані шари GaAs ростуть на підкладках з домішкою Zn в умовах розтягування ($\Delta a < 0$). Значення невідповідностей сталих решітки лежать у межах від $6 \cdot 10^{-4}$ до $7 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$ залежно від наявності легованого шару у структурі. У процесі травлення структур, які містять один нелегований шар ($\Delta a = 7 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$), на межі з підкладкою виявляється сітка дислокацій невідповідності (СДН), яка не має строгої кристалографічної форми. Щільність розподілу дислокацій у сітці становить $4 \cdot 10^{-6} \text{ см}^{-2}$. При цьому проявляється асиметрія розташування дислокацій, тобто існує різна лінійна щільність дислокацій у двох взаємоперпендикулярних напрямках у площині (100). Така асиметрія проявляється і в шарах, легованих In і Sb, вирощених на напівізолювальних підкладках.

У процесі дослідження структур, які містять декілька шарів, на межі нелегованого шару і шару з домішками Zn ($\Delta a = 6 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$) виявлено ще менш чітку СДН щільністю $2.2 \cdot 10^{-6} \text{ см}^{-2}$ за відсутності асиметрії. Очевидно, що до зниження густини дислокацій невідповідності в перехідній ділянці привело зменшення Δa внаслідок присутності додаткового шару Zn.

Таким чином, шляхом збільшення кількості шарів, легованими різними домішками, у таких структурах можна знизити густину СДН на межі з верхнім нелегованим шаром майже на порядок.

Шари GaAs, леговані Sn, S, і нелеговані шари, нарощені на вказаних підкладках з домішкою Te, ростуть в умовах розтягування, а шари, леговані Zn, незалежно від місцезнаходження їх в структурі, – в умовах стискування, оскільки легування приводить до значного збільшення сталої решітки шару. Для дослідження були вибрані структури, які відрізнялись не тільки кількістю і типом шарів, але і концентрацією Te в підкладці. Травлення підкладок у АВ-травнику виявило деяку відмінність у картинах травлення залежно від легування підкладки.

За концентрації Te $(2-5) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ на поверхні виявляються сліди нахилених дислокацій без мікрodefektів. За більш високого вмісту домішок (10^{18} см^{-3}) АВ-травник виявляє мікрodefekти у вигляді ямок травлення, розташованих на деякій відстані від слідів дислокацій.

Як показало дослідження, у перехідних ділянках структур вирощених на підкладках з концентрацією домішки Te $2.5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, незалежно від кількості і типу шарів, дислокації невідповідності не спостерігалось, хоч величина невідповідностей сталих решітки при цьому лежала в межах $1 \cdot 10^{-4} - 6 \cdot 10^{-4}$.

При вирощуванні багатошарових структур на підкладках, легованих Te до концентрації $2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ значення Δa знаходилось в інтервалі $2.9 \cdot 10^{-4} - 3.8 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$. У окремих ділянках таких структур, які містять один легований чи нелегований шар ($\Delta a = 2.9 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$), виявлена гексагональна СДН з деякими проявами асиметрії розташування дислокацій. Густина СДН в перехідних ділянках таких структур становила $(3-4) \cdot 10^6 \text{ см}^{-3}$, що більше від розрахованої величини.

Під час дослідження двошарових структур у другій перехідній ділянці також була виявлена СДН, але з меншою густиною дислокацій.

Якщо порівняти межу з нелегованим шаром в одношаровій структурі з аналогічною перехідною ділянкою зразка, який має додатковий шар з домішкою S, то в останньому разі спостерігається деяке зменшення щільності дислокацій невідповідності в межах $3.6 \cdot 10^6 - 1 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$. При іншому розміщенні цих шарів, коли зверху знаходиться шар з S, на межі виявляється нечітка сітка, яка відповідає окремим сегментам дислокацій. Таким чином, якщо в багатошарових структурах як підкладки використовують арсенід галію з домішкою телуру, то суттєвий вплив на утворення дефектів у перехідній ділянці має концентрація цієї домішки, а також кількість і послідовність розташування шарів у структурі.

Висновки

За допомогою препаративного методу проєкційного травлення проведено аналіз утворення дефектів у чистих буферних шарах GaAs, а також у багатошарових епітаксійних плівках GaAs, легованих домішками S, Zn, Sn, які вирощувались на напівізолювальних підкладках GaAs (нелегованих) та легованих домішками Te, Sn і Zn.

Одержані експериментальні результати свідчать про складну залежність дефектоутворення в перехідних ділянках багатошарових структур на основі GaAs. На дефектоутворення найбільше впливають тип і концентрація легувальної домішки у підкладці. Так, у перехідних ділянках структур, вирощених на підкладках з домішкою Cr, Sn і Te $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ дислокації невідповідності не виявлено. У структурах, вирощених на підкладках, легованих Zn і Te (10^{18} см^{-3}), дислокації невідповідності виявились у вигляді сіток або окремих сегментів, залежно від величини невідповідності сталих решітки, яка, своєю чергою, залежить від типу легувальної домішки, її концентрації у шарі та послідовності розміщення шарів у структурі.

У всіх випадках спостерігали збільшення густини дислокацій у перехідних ділянках зі збільшенням невідповідності сталих решітки, хоча й існує деяка розбіжність між експериментальними і теоретичними даними, наведеними в [7]. Так, значення щільності розподілу дислокацій невідповідності у перехідних ділянках структур, вирощених на підкладках з домішкою Te, в інтервалі малих значень невідповідності сталих решітки, виявилось трохи більшим від розрахункового, а в інтервалі більших значень – меншим.

Можливо, що такий вигляд залежності щільності розподілу дислокацій від значення параметра невідповідності в інтервалі малих Δa зв'язаний з суттєвим впливом дефектності підкладки, що призводить до збільшення кількості дефектів на межі розділення. Зниження щільності розподілу дислокацій невідповідності в інтервалі великих Δa свідчить про наявність тетрагональної координації решітки, з неповною компенсацією напружень невідповідності. Таким чином, для створення багатошарових структур з досконалими перехідними ділянками необхідно враховувати тип і концентрацію легувальної домішки у підкладці та шарі, кількість шарів і послідовність їх розміщення в структурі.

Курило І.В. – д.ф.-м.н., професор кафедри напівпровідникової електроніки;
Губа С.К. – к.т.н., доцент кафедри напівпровідникової електроніки.

- [1] Дж. Фост. Травление соединений типа $A^{III}B^V$. / *Травление полупроводников*. Мир, М. 215 с. (1965).
- [2] О.М. Асанов, В.Г. Кустов., Ф.Н. Сивков. Изготовление косоугольного шлифа химическим травлением // *Электронная техника, Сер. Материалы*. № 10 (171), сс. 59–67 (1982).
- [3] M.S. Abrahams, C.J. Bucchi. Etching of dislocations on the low-index faces of GaAs // *J. Appl. Physics*, **36**, pp. 2855–2891 (1985).

- [4] В.Ф. Коваленко, В.Д. Лисовенко, И.Е. Марончук, М.Г. Мильвидский, В.Ю. Рогулин, К.А. Тузовский, Л.Г. Шепель. Остаточные напряжения в монокристаллах арсенида галлия // *Неорган. материалы*, **26** (2), сс. 233–236 (1990).
- [5] В.О. Воронін, С.К. Губа., Л.С. Плахотна. Спосіб одержання структур арсеніду галію для інтегральних схем на основі польових транзисторів Шотткі / *Патент України, № 48755598/SU*, 25.12.1997.
- [6] М. Г. Мильвидский, В.Б.Освенский. *Структурные дефекты в эпитаксиальных слоях полупроводников*. Металлургия, М. 160 с. (1985)
- [7] S.K. Guba, I.V. Kurilo. Some features of defect formation in transition regions of multilayer GaAs homoepitaxial structures // *Functional Materials*, **7** (42), pp. 815–818. (2000).

S.K. Guba, I.V. Kurilo

Detection of Dislocation Defects in Multiplayer Structures Based on Gallium Arsenide by Preparative Technique

Lviv Polytechnic National University, 12, Bandera Str., Lviv, 79013, Ukraine
E-mail: gubask@polynet.lviv.ua

The investigation of the dislocation defects in multiplayer structures based on gallium arsenide by preparative technique was carried out. It is shown

It is shown that the most effect of type and concentration of impurities in GaAs substrate on defects formation.