

ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ГЕТЕРОЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СТРУКТУР НА ОСНОВЕ ФОТОЧУВСТВИТЕЛЬНОГО ТВЕРДОГО РАСТВОРА $Cd_xHg_{1-x}Te$ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННО-ЗОНДОВОГО АНАЛИЗА

*А.С. Кашиба, ведущий инженер-технолог, **А.В. Заблоцкий, научный сотрудник,

**Е.В. Коростылев, научный сотрудник, **А.А. Кузин, научный сотрудник, Е.В.

Пермикина, ведущий инженер, В.В. Арбенина, доцент

кафедра Материалы микро-, опто- и наноэлектроники, МИТХТ им. М.В. Ломоносова

*ФГУП «НПО «Орион»,

**Московский физико-технический институт

e-mail: arbenina@mitht.ru

Представлены результаты исследования морфологии эпитаксиальных слоев $Cd_xHg_{1-x}Te$, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках из арсенида галлия, ориентированных в плоскости (310). Особенности ростовых V-дефектов проанализированы с использованием методов электронно-зондовой микроскопии. Изучена их структура, ориентация, химический состав, причины возникновения и развития. Исследования выполнены с целью разработки методики технологического контроля процесса создания фоточувствительных многослойных гетероструктур на основе $Cd_xHg_{1-x}Te$.

Data of morphology of epitaxial layers $Cd_xHg_{1-x}Te$, which has been grown on substrates GaAs (310) by MBE, have been presented. Peculiarities of growing V-defects have been studied by scanning electronic microscopy techniques and EDS. The structure, orientation, chemical composition of V-defects, causes of appearance and formation have been studied.

Ключевые слова: твердый раствор теллурида кадмия-ртути $Cd_xHg_{1-x}Te$ (КРТ), молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ), V-дефекты, эпитаксиальный слой (ЭС), гетероструктура (ГС), растровая электронная микроскопия (РЭМ), электронно-зондовый рентгеновский микроанализ (РМА).

Key words: solid solution cadmium telluride - mercury telluride $Cd_xHg_{1-x}Te$, molecular beam epitaxy (MBE), V-defects, epitaxial layer, heterostructure, scanning electronic microscopy (SEM), electronic probe x-ray microanalysis (EPMA).

Введение

В настоящее время твердый раствор $Cd_xHg_{1-x}Te$ (КРТ) остается конкурентно способным полупроводниковым материалом для создания фотоприемников инфракрасного (ИК) спектрального диапазона. За последние годы число элементов фотодиодных «смотрящих» матриц ИК-приборов значительно увеличилось. Повышаются требования к однородности чувствительных элементов матриц в фокальной плоскости и, соответственно, к степени однородности состава и структурному совершенству эпитаксиальных слоев (ЭС) многослойных гетероструктур (ГС), на основе которых работают фотоприемники. В связи с этим растет потребность глубокого теоретического переосмысления механизмов образования ростовых дефектов в эпитаксиальных ГС.

Понимание причин возникновения и роста дефектов на поверхности ЭС, а также контроль их возникновения – важнейшая задача при выращивании эпитаксиальных слоев теллурида кадмия, а также для дальнейшей работы с ГС на основе этого материала [1–4]. Выявлено, что наибольшее влияние на однородность фоточувствительных характеристик элементов матриц в фокальной плоскости оказывают V-дефекты, формирующиеся в процессе роста ГС на подложках, поверхность которых совпадает с кристаллографическими плоскостями, отличны-

ми от (111) и (100). С использованием методов растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа нами были исследованы особенности ростовых V-дефектов, их структура, ориентация, элементный состав, причины возникновения и развития при выращивании эпитаксиальных ГС на основе КРТ.

Методики исследования

Исследование морфологии поверхности ЭС и ростовых V-дефектов проводили на полупроводниковых многослойных эпитаксиальных гетероструктурах на основе КРТ, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) в лаборатории ИФП СО РАН. В процессе МЛЭ на подложках из арсенида галлия GaAs, поверхность которых совпадала с кристаллографической плоскостью (310), выращивали буферный слой из теллурида кадмия CdTe толщиной около 7 мкм и нижний варизонный слой толщиной 2.5 мкм, затем формировали фоточувствительный рабочий слой из твердого раствора $Cd_xHg_{1-x}Te$ ($x = 0.22$) толщиной 8 – 10 мкм. Для защиты узкозонного рабочего слоя на поверхность ЭС КРТ наносили одномонокронный варизонный слой $Cd_xHg_{1-x}Te$ с увеличением содержания CdTe от $x = 0.22$ до $x = 0.34$. В процессе роста контролировали толщину эпитаксиальных слоев эллипсометром, а также измеряли однородность состава по площади структуры ИК Фурье-спектрометром.

Первоначальное изучение морфологии поверхности эпитаксиальных ГС на основе $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ с целью выявления областей с наибольшим количеством различных дефектов проводили на оптическом микроскопе Leika-DM2500. На этом же приборе определяли поверхностную концентрацию V-дефектов. Детальное исследование морфологии дефектных областей поверхности ГС в совокупности с измерением линейных размеров V-дефектов осуществляли на растровом электронном микроскопе FEI Quanta 200, оснащённом детекторами истинно-вторичных (SE) и обратно-рассеянных электронов (BSE) и приставкой с энергодисперсионным спектрометром (фирма EDAX) для рентгеновского микроанализа (EDS).

Подготовку образцов для исследования элементного состава ЭС в дефектных и прилегающих к ним бездефектных областях проводили на растровом электронном микроскопе FEI Quanta 3D DualBeam, оснащённом ионной пушкой, при этом маркерами выделяли подготовленные для исследования V-дефекты на поверхности ГС КРТ. Формирование перпендикулярного профиля ГС, выращенной методом МЛЭ, осуществляли путем травления сфокусированным пучком ионов галлия Ga^+ , полученных из жидкометаллического источника (LMIS). С помощью сфокусированного ионного пучка выполняли вырезы прямоугольной формы под углом 51° к поверхности ГС для измерения толщины ЭС и исследования состава слоев методом электронно-зондового рентгеновского микроанализа (РМА) в областях, содержащих V-дефект, и в бездефектных областях.

Элементный состав дефектной и бездефектной областей устанавливали методом РМА (установка Quanta 200, приставка EDS). Для проведения рентгеноспектрального микроанализа образец поворачивали на угол 39° для того, чтобы плоскость разреза располагалась перпендикулярно электронному пучку (энергия первичных электронов – 30 кэВ, диаметр электронного зонда ~ 1 мкм). Помимо количественного анализа ГС, сопоставляли рентгеновские спектры, зарегистрированные для каждого слоя КРТ в области, содержащей V-дефект, и в бездефектной области. С исследованных областей снимали также рентгеновские карты.

Чтобы выявить причины возникновения ростовых V-дефектов, применяли травление образцов в бромосодержащей травильной композиции [5], а затем исследовали возникающие на рабочей поверхности ГС фигуры травления.

Результаты и их обсуждение.

Микрофотография перпендикулярного профиля, сформированного на ГС $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ / CdTe / GaAs (310), представлена на рис. 1.

Толщины слоев гетероструктуры, определенные по электронно-микроскопическому изо-

бражению (рис. 1), составляют: толщина слоев $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te} \sim 10.5$ мкм, толщина буферного слоя $\text{CdTe} \sim 6.5$ мкм.

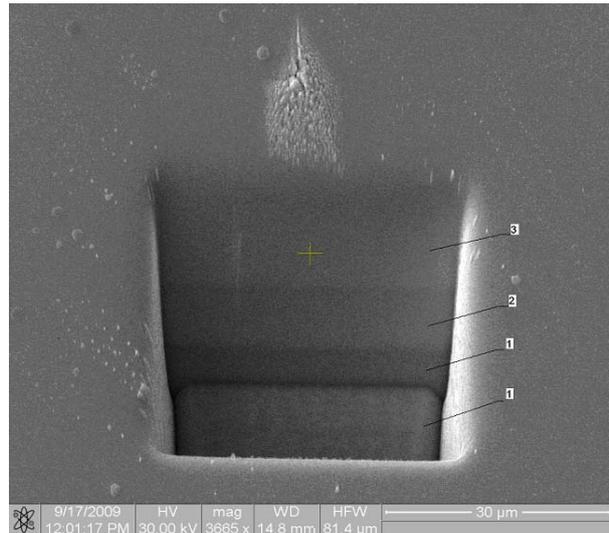


Рис. 1. Микрофотография профиля, сформированного на ГС КРТ ($\times 3665$): 1 – подложка $\text{GaAs}(310)$; 2 – буферный слой CdTe ; 3 – слой твердого раствора $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$

Рентгеновские спектры подложки и отдельных ЭС гетероструктуры $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ / CdTe / $\text{GaAs}(310)$, зарегистрированные на энергодисперсионном спектрометре, представлены на рис. 2. и подтверждают, что состав ЭС соответствует заданным.

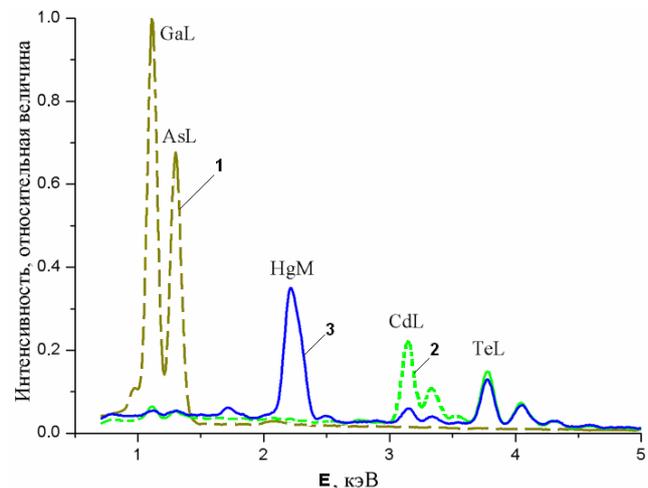


Рис. 2. Энергодисперсионные спектры ЭС гетероструктуры $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ / CdTe / $\text{GaAs}(310)$, выполненные по перпендикулярному профилю ГС: 1 – подложка GaAs ; 2 – буферный слой CdTe ; 3 – фоточувствительный слой $\text{Cd}_{0,22}\text{Hg}_{0,78}\text{Te}$.

Установлено, что наиболее характерными ростовыми дефектами на поверхности узкозонного нелегированного рабочего слоя КРТ p -типа проводимости, выращенного методом МЛЭ на подложках $\text{GaAs}(310)$, являются V-дефекты. Они представляют собой макродефекты протяженностью от нескольких до десятков микрометров. Анализ электронно-микроскопи-

ческих изображений показал, что все V-дефекты имеют одинаковое строение: они состоят из ансамбля кристаллитов, поперечные размеры которых колеблются в пределах от 0.5 до

1.5 мкм, а высота – от 0.3 до 1.0 мкм. Кристаллографическое направление оси кристаллитов в общем случае отличается от направления роста гетероструктуры в целом (рис. 3).

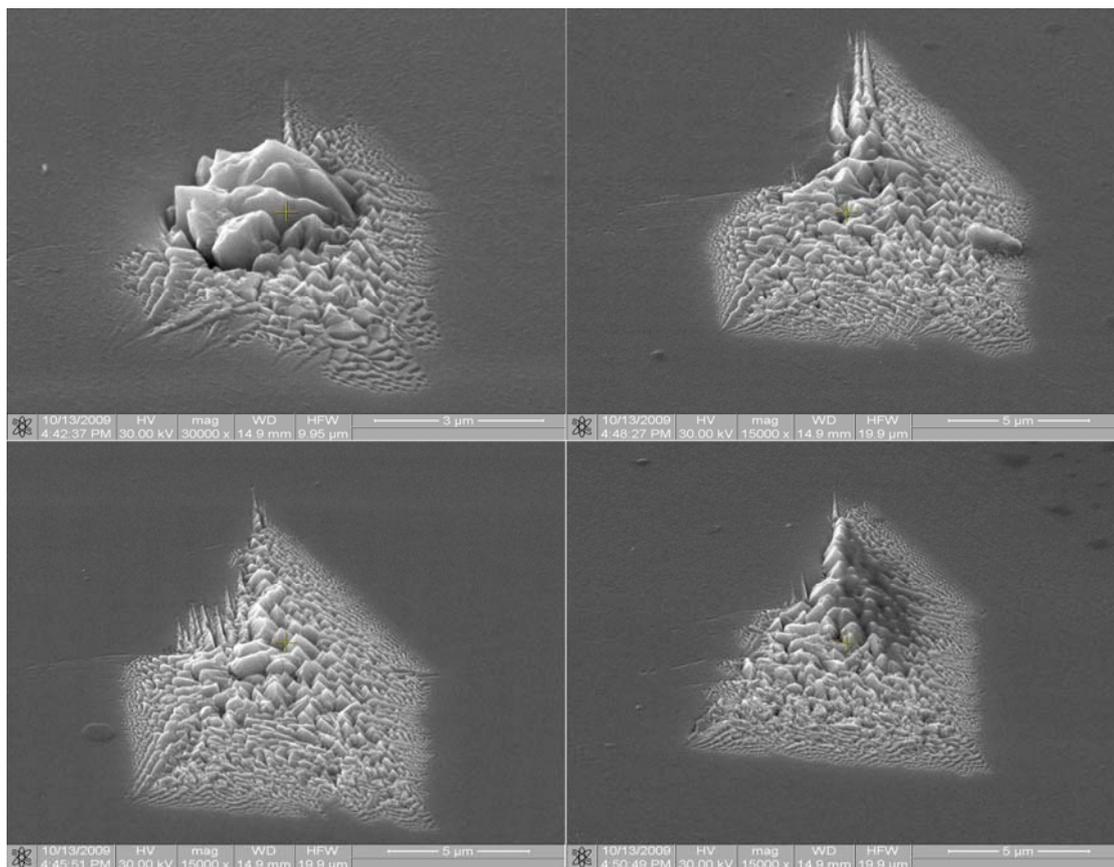


Рис. 3. Микрофотографии V-дефектов, возникающих на поверхности ЭС Cd_xHg_{1-x}Te (310): а) x 30000, б-г) x 15000.

Поверхностная концентрация V-дефектов на исследуемых образцах составила $\sim 1.7 \cdot 10^2$ шт./см². В среднем суммарная площадь, занимаемая V-дефектами, равна ~ 2700 мкм², что составляет 0.01% от площади образца. На поверхности эпитаксиальных ГС КРТ наиболее часто встречаются V-дефекты площадью $50 \div 75$ мкм².

Выполненные нами микроскопические исследования позволили обнаружить явление двойникования, наблюдавшееся и в других работах [6–8]. В результате двойникования монокристаллический эпитаксиальный слой КРТ оказывается разделенным на блоки, сопрягающиеся между собой по двойниковым дислокационным границам. Как показали наблюдения, V-дефекты часто сосуществуют с двойниками, и направленность кристаллитов V-дефекта зависит от ориентации поверхности двойника, с которым зарождается и развивается V-дефект (рис. 4). На рис. 4 справа изображен V-дефект на поверхности двойника, который изменил свою ориентацию («развернулся») по отношению к V-дефекту слева.

На изображениях в растровом электронном микроскопе видно, что для всех V-дефектов характерны поверхностные игловидные распо-

ложения кристаллитов, имеющие определенную направленность. Одинаковое строение V-дефектов и их сходное расположение на поверхности ЭС КРТ дали возможность предположить, что причины происхождения V-дефектов имеют общую природу.

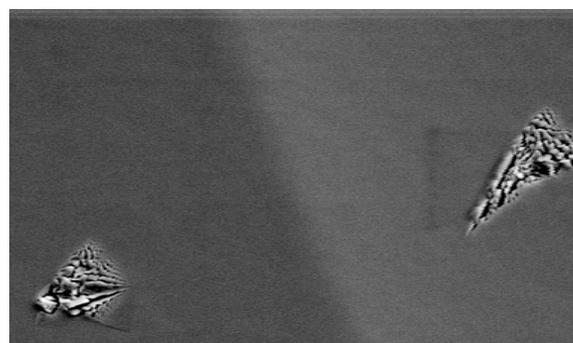


Рис. 4. V-дефекты, расположенные по разные стороны от двойниковой границы ЭС КРТ (x 3400).

Известно, что условиями, при которых происходит зарождение кристаллитов, являются высокая плотность дислокаций в ЭС при низких температурах роста, а также недостаточная степень подготовки поверхности подложки перед процессом эпитаксии [6]. Дислокации

могут наследоваться ЭС КРТ из подложки, а также зарождаться и развиваться в процессе эпитаксиального наращивания.

Для выяснения вопроса о причинах возникновения V-дефектов проводили травление эпитаксиального слоя КРТ в бромосодержащем травителе с последующей регистрацией внешнего вида кристаллитов V-дефекта после травливания эпитаксиального слоя толщиной 1, 3, и 3.5 мкм, соответственно. После удаления ЭС КРТ толщиной 1 мкм поверхность кристаллитов сглаживалась, их объем уменьшался, а самые тонкие игловидные расположения кристаллитов полностью «исчезали». После снятия ЭС КРТ толщиной 3 – 3.5 мкм в области расположения V-дефекта появлялись скопления бугорков травления (рис. 5). Бугорки травления обычно образуются в местах выходов дислокаций на поверхность ЭС из-за сегрегации примеси в ядре дислокации, замедляющей скорость травления. Скопления бугорков травления однозначно продемонстрировали высокую плотность дислокаций в области зарождения и формирования V-дефекта (рис. 5).

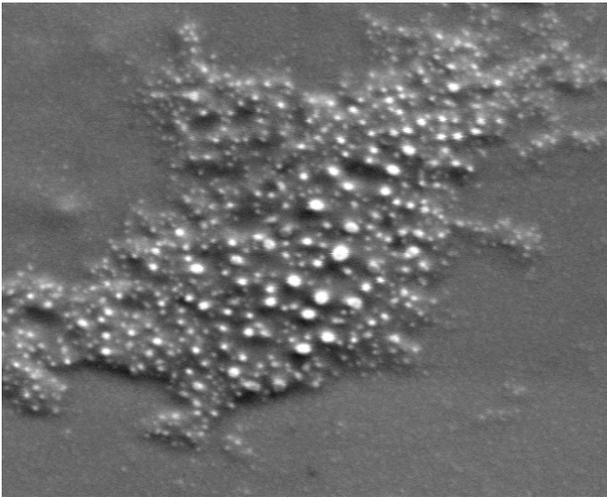


Рис. 5. Внешний вид области расположения V-дефекта после травления: толщина снятого слоя КРТ 3.5 мкм (x 4000).

Изучение перпендикулярных профилей ГС в областях, содержащих V-дефект, позволило заключить, что, как правило, V-дефекты зарождаются на дислокационных скоплениях, образовавшихся в процессе роста ЭС при сравнительно низких температурах, т.е. развиваются в процессе эпитаксиального наращивания. Внутри монокристаллического слоя КРТ дислокации в скоплении могут взаимодействовать между собой или образовывать дислокационные петли, если энергия скопления дислокаций превышает критическую. Принимая во внимание соотношение протяженности и толщины структуры (2 дюйма, т.е. 50800 мкм по отношению к 50 мкм, приблизительно 1000/1), и то, что типичная плотность дислокаций в ЭС

КРТ на подложках GaAs составляет $10^5 - 10^6$ см⁻², образование дислокационных петель более энергетически выгодно. Отсюда можно предположить образование в ГС КРТ дислокационных кластеров, представляющих собой скопления дислокационных петель либо дислокаций смешанного типа. Если считать, что свободная энергия в центре скопления дислокаций достаточно велика, то это должно привести к созданию энергетического барьера для осаждающихся атомов, вследствие чего скорость роста ЭС в этой области будет понижаться. Возникающие упругие напряжения в центре дефекта могут уменьшаться за счет частичной деформации кристаллической решетки, образования и размножения дислокаций или развития ребристого рельефа поверхности ЭС. По мере увеличения дислокационного кластера энергетический барьер возрастает и делает процесс роста в центрах скопления дислокаций энергетически невыгодным. В этом случае процесс испарения будет доминировать над процессом роста, и в ЭС формируются пустоты, внутри которых образуются и разрастаются зародыши кристаллитов соответствующих размеров, что существенно снижает упругие напряжения в системе.

В процессе постэпитаксиального отжига игловидные кристаллиты продолжают зарождаться, разрастаются, и формируется множество разориентированных относительно поверхности ГС кристаллитов, которые составляют V-дефект.

Композиционный контраст, возникающий на микрофотографиях поверхности ЭС КРТ, сделанных во вторичных и отраженных электронах, дал основание предположить, что дефектная и бездефектная области ЭС КРТ могут различаться химическим (элементным) составом. Были предприняты попытки выполнить количественный анализ элементного состава ЭС вокруг и внутри V-дефекта спектрометрическим методом. Однако точному определению элементного состава внутри V-дефекта мешал сильно развитый рельеф поверхности дефектной области. Поэтому элементный состав дефектной и бездефектной областей определяли методом РМА на энергодисперсионном спектрометре по срезу ГС, выполненному перпендикулярно поверхности эпитаксиальной структуры. На изображении, сделанном в упругоотраженных электронах, видно (рис. 6), что часть V-дефекта, выходящая на поверхность образца, более темная, что свидетельствует о том, что область V-дефекта более пористая, чем бездефектная область. На рис. 6 показано расположение точек, в которых выполняли количественный анализ. Полученные данные приведены в табл. 1. Необходимая точность количественного анализа элементного состава достигалась применением для обработ-

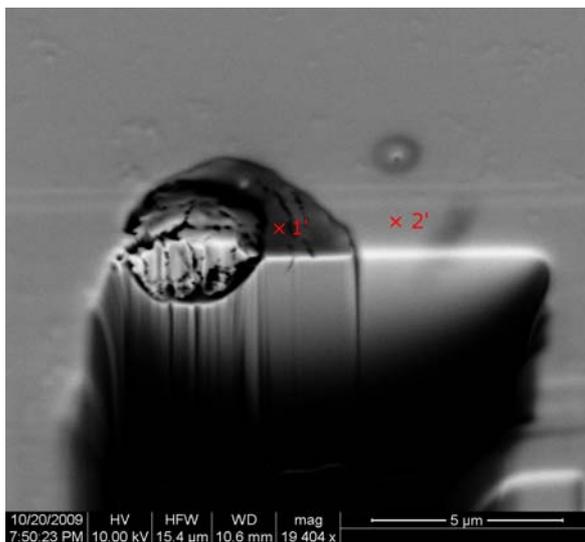


Рис. 6. Микрофотография дефектной области в отраженных электронах с расположением точек, в которых проводился количественный анализ: т.1. – дефектная область, т.2. – бездефектная область.

ки результатов измерений метода ZAF-коррекции. В качестве эталонов использовали нелегированные кристаллы соединений A^2B^6 :

для Cd – CdTe, для Hg и Te – HgTe. Расчет проводили с помощью программы CITZAF, разработанной Национальным институтом технологий и стандартов (NIST).

Из анализа рентгеновских спектров и данных табл. 1 можно сделать вывод о том, что в области V-дефекта ртути содержится больше, чем в бездефектной области.

Заключение

Исследованы ростовые дефекты на поверхности полупроводниковых эпитаксиальных гетероструктур теллурида кадмия-ртути на подложках из арсенида галлия с ориентацией (310), выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии. На основании результатов исследований предложен генезис V-дефекта, рассмотрены особенности его строения, ориентации и элементного состава. Установлено, что одной из основных причин зарождения и образования V-дефектов являются скопления дислокаций в эпитаксиальных слоях КРТ – дислокационные кластеры, возникающие в условиях формирования слоев методом МЛЭ при низких температурах.

Таблица 1. Результаты количественного анализа состава дефектной и бездефектной областей методом РМА.

Элемент	Содержание компонентов в области с V-дефектом (т. 1), ат.%	Содержание компонентов в бездефектной области (т.2), ат.%
Ртуть	38.4	32.5
Кадмий	9.60	11.8
Теллур	50.0	50.0

Методом РМА на энергодисперсионном спектрометре выявлено повышенное содержание ртути в области V-дефекта по сравнению с бездефектной областью поверхности гетероструктур на основе КРТ.

Электронно-зондовый анализ и исследование V-дефектов проведены с целью разработки методики технологического контроля процесса создания фоточувствительных многослойных гетероструктур на основе $Cd_xHg_{1-x}Te$.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Исследование состояния поверхности CdTe / А. К. Гутаковский [и др.] // Поверхность. – 1988. – № 9. – С. 80–88.
2. Defect formation during growth of CdTe(111) and HgCdTe films by molecular beam epitaxy / I. V. Sabinina [et al.] // J. Cryst. Growth. – 1992. – Vol. 117, № 1–4. – P. 238–243.
3. Defect formation during MBE growth of CdTe(111) / I. V. Sabinina [et al.] // Phys. stat. sol. (a). – 1991. – Vol. 126. – P. 181–188.
4. Фотолюминесценция пленок (111)CdTe, выращенных на (100) GaAs методом молекулярно-лучевой эпитаксии / Е. А. Милохин [и др.] // Физика твердого тела. – 1991. – Т. 33. – С. 1155–1160.
5. Sabinina, I. V. Preparation of TEM samples from compound semiconductors by chemomechanical polishing / I. V. Sabinina, A. K. Gutakovsky // Ultramicroscopy. – 1992. – Vol. 45. – P. 411–415.
6. Twinning in CdTe (111) films on (100) GaAs substrates / S. A. Dvoretzky [et al.] // Inst. Phys. Conf. Ser. – 1988. – Vol. 2, № 93. – P. 407–408.
7. Двойникование в пленках CdTe (111) на подложках GaAs(100) / В. И. Бударных [и др.] // Доклады АН. – 1989. – Т. 304, № 3. – С. 604–607.
8. Melt Growth of CdTe Crystals and Transmission Electron Microscopic Investigation of their Grain Boundaries / I. V. Sabinina [et al.] // Cryst. Res. Technol. – 1991. – Vol. 26, № 8. – P. 967–972.