

# Исследование примесного состава полупроводниковых структур на основе арсенида галлия с использованием нейтронно-активационного анализа

© А.Г. Дутов, В.А. Комар, С.В. Ширяев, Л.А. Смахин

Институт физики твердого тела и полупроводников академии наук Белоруссии, 220072 Минск, Белоруссия

(Получена 12 марта 1996 г. Принята к печати 22 мая 1996 г.)

С использованием высокочувствительного метода нейтронно-активационного анализа проведено исследование примесного состава в пластинах арсенида галлия. Определен уровень содержания в них Se, Cr, Ag, Fe, Zn, Co и Sb, а также вариации содержания этих примесей для различных партий пластин. Показаны возможности использования нейтронно-активационного анализа в сочетании с послойным химическим травлением для изучения объемного распределения примесных элементов в полупроводниковых структурах на основе арсенида галлия.

## Введение

Среди основных требований, предъявляемых в настоящее время к полупроводниковым структурам на основе арсенида галлия, таких как минимальное содержание различных дефектов, воспроизводимость распределения концентрации носителей вдоль оси роста и др., важное место занимает требование высокой чистоты (на уровне  $10^{15} \div 10^{14}$  ат/см<sup>3</sup>) слоев и пленок, составляющих структуру полупроводникового прибора [1,2], что весьма непросто обеспечить, учитывая те процессы, которые имеют место при выращивании и обработке пластин арсенида галлия [3–5]. Вместе с тем информация о посторонних примесях (тип примеси, концентрация, характер распределения) важна как для понимания физико-химических процессов, протекающих в формируемых полупроводниковых структурах, так и для технологии производства приборов на их основе.

Представленная работа связана с совершенствованием методов анализа полупроводниковых структур на основе арсенида галлия. Используя разработанные методики нейтронно-активационного анализа (НАА) было проведено исследование примесного состава для нескольких партий пластин арсенида галлия, а также исследование распределения примесей в полупроводниковых структурах, сформированных на этих пластинах.

## Образцы и методики анализа

При проведении чисто инструментального нейтронно-активационного анализа образцов на основе арсенида галлия возникают значительные проблемы, связанные с их высокой удельной активностью после облучения. Эта активность обусловлена образующимися из элементов матрицы долгоживущими радиоизотопами (табл. 1), что требует длительной выдержки образцов после облучения и затрудняет определение многих элементов, имеющих короткоживущие радиоизотопы. Поэтому, как правило, при анализе образцов на основе арсенида галлия используют различные методы радиохимического выделения определяемых элементов после облучения [6,7].

В своей работе мы использовали более простые процедуры при проведении анализа, позволяющие в то же время значительно снизить помехи от высокой активности матрицы элементов. В качестве исследуемых объектов служили поставляемые промышленностью пластины арсенида галлия, а также полупроводниковые структуры, сформированные на этих пластинах в условиях опытного производства.

Подготовленные образцы арсенида галлия облучались потоком тепловых нейтронов  $\Phi = 10^{13} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$  в вертикальном канале ядерного реактора ВВР-Ц. Масса образцов составляла  $50 \div 250$  мг. Время облучения — 100 ч. После "остывания" в течение  $30 \div 40$  дней, образцы разлагались в смеси азотной и плавиковой кислот с возгонкой фторида мышьяка для снижения активности <sup>74</sup>As, самого долгоживущего матричного радиоизотопа, что позволяло значительно повысить чувствительность определения элементов в сравнении с чисто инструментальным методом НАА.

**Таблица 1.** Основные радиоизотопы, дающие вклад в активность образцов GaAs при облучении их нейтронами ядерного реактора

Ядерная реакция и образующийся радиоизотоп	Период полураспада	Сечение активации, б	Удельная активность после облучения, Бк/мг
<sup>69</sup> Ga(n, γ) <sup>70</sup> Ga	20 мин	1.4	$1.85 \cdot 10^8$
<sup>71</sup> Ga(n, γ) <sup>72</sup> Ga	14.1 ч	5.0	$1.52 \cdot 10^8$
<sup>69</sup> Ga(n, 2n) <sup>68</sup> Ga	68 мин	0.55	$2.8 \cdot 10^4$
<sup>69</sup> Ga(n, p) <sup>69</sup> Zn	14.0 ч	0.024	$1.1 \cdot 10^2$
<sup>71</sup> Ga(n, p) <sup>71</sup> Zn	3.9 ч	0.05	$2.6 \cdot 10^1$
<sup>69</sup> Ga(n, α) <sup>66</sup> Cu	5.1 мин	0.105	$4.0 \cdot 10^3$
<sup>71</sup> Ga(n, α) <sup>68</sup> Cu	30 с	—	—
<sup>75</sup> As(n, γ) <sup>76</sup> As	26.5 ч	4.5	$2.0 \cdot 10^8$
<sup>75</sup> As(n, 2n) <sup>74</sup> As	18 дней	0.55	$2.8 \cdot 10^4$
<sup>75</sup> As(n, p) <sup>75</sup> Ge	82 мин	0.118	$5.0 \cdot 10^1$
<sup>75</sup> As(n, α) <sup>72</sup> Ga	14.1 ч	0.123	$5.2 \cdot 10^1$

Примечание. Время облучения 12 ч, доза  $\Phi = 2.5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ .

Таблица 2. Результаты нейтронно-активационного анализа пластин монокристаллического арсенида галлия

Образец	Содержание элемента, ат/см <sup>3</sup>						
	Se (×10 <sup>14</sup> )	Cr (×10 <sup>15</sup> )	Ag (×10 <sup>13</sup> )	Fe (×10 <sup>16</sup> )	Zn (×10 <sup>15</sup> )	Co (×10 <sup>13</sup> )	Sb (×10 <sup>13</sup> )
C1	0.97	0.65	0.43	0.90	0.83	0.25	0.92
C6	0.81	0.35	0.76	1.34	0.47	0.20	1.81
C81	0.99	0.26	0.64	1.70	0.70	0.20	2.40
C82	0.95	0.80	0.81	1.36	0.80	0.41	2.65
B18	0.91	1.16	0.68	0.81	1.11	0.33	2.46
B61	1.22	0.51	1.34	1.82	1.59	0.32	3.22
B95	6.05	0.93	1.19	2.51	3.92	0.57	3.36
B121	0.96	0.66	0.53	0.71	0.59	0.24	2.47
B221	7.48	0.63	0.32	1.24	1.49	0.26	2.38
B251	3.64	1.84	1.26	2.04	1.31	0.52	5.84
B261	4.61	1.81	0.48	2.25	1.07	0.72	8.11
B1	6.33	0.33	0.44	1.43	1.44	0.29	1.88
B2	3.15	0.13	0.65	1.52	0.81	0.25	1.23
B31	8.75	0.34	0.46	2.53	1.11	1.12	2.90
B41	6.58	0.11	0.46	1.02	0.72	0.18	0.93
B61	1.66	0.83	0.41	0.95	0.38	0.22	1.25
M32	0.89	3.10	0.12	1.63	0.84	0.33	1.81
M42	1.25	3.15	2.18	1.12	0.94	0.56	16.50
M52	0.64	0.67	2.48	1.43	1.49	0.34	20.05
M62	0.74	1.68	1.14	1.48	4.30	0.36	12.30

Для измерения  $\gamma$ -спектров образцов использовался полупроводниковый Ge(Li) детектор типа ДГДК-160 в сочетании с многоканальным амплитудным анализатором LP4900В.

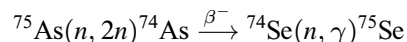
При исследовании полупроводниковых структур часть пластины арсенида галлия ( $\sim 1 \text{ см}^2$ ) с нанесенной по всей площади структурой облучалась дважды. Первое облучение ( $\sim 20 \text{ ч}$ ) необходимо для активации примесей, имеющих долгоживущие радиоизотопы, повторное (1 мин) проводилось непосредственно перед измерением для активации элементов с короткоживущими радиоизотопами, а также матричных элементов, по радиоактивности которых осуществлялся контроль толщины стравливаемых слоев.

Была разработана методика последовательного снятия тонких плоско-параллельных слоев на пластине облученного арсенида галлия с использованием химического травления. В качестве травителя применялась обладающая полирующими свойствами смесь  $\text{NH}_4\text{OH}-\text{H}_2\text{O}_2-\text{H}_2\text{O}$  в различных соотношениях, в зависимости от необходимой скорости травления образца и толщины снимаемых слоев. Техника снятия слоев была такой же, как при травлении пластин кремния, описанная в работе [8]. Контроль толщины снимаемых слоев осуществлялся по активности  $^{72}\text{Ga}$  и  $^{76}\text{As}$  в стравленном слое и эталоне, вес которого был точно известен. В качестве эталона использовалась небольшая навеска ( $\sim 0.2 \text{ мг}$ ) монокристаллического арсенида галлия, облучаемого вместе с образцом.

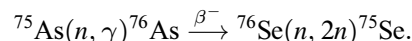
## Результаты анализа и их обсуждение

Результаты анализа четырех различных партий пластин монокристаллического арсенида галлия приведены в табл. 2.

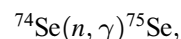
При определении селена и цинка учитывалось, что при облучении образцов в ядерном реакторе радиоизотопы  $^{65}\text{Zn}$  и  $^{75}\text{Se}$ , по которым велось определение цинка и селена, образуются не только из самих примесных элементов, но и из матричных элементов (As, Ga). В частности, для  $^{75}\text{Se}$  возможны два пути его образования из мышьяка:



и

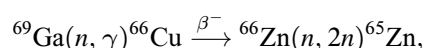


Для наших условий проведения анализа количество изотопа  $^{75}\text{Se}$ , образующегося из мышьяка, было сопоставимо с количеством  $^{75}\text{Se}$ , образующегося из примесного селена по реакции



поэтому концентрация селена определялась относительно образца с наименьшим его содержанием.

Вклад изотопа  $^{65}\text{Zn}$ , образующегося из матричного галлия по реакции



в концентрацию примесного цинка, по нашей оценке, был незначительным и не превышал 0.5%.

Среди обнаруженных в пластинах арсенида галлия элементов (табл. 2) самым высоким было содержание металлических примесей железа, цинка и хрома, наиболее вероятным источником которых является технологическое оборудование, используемое при выращивании и обработке монокристаллического арсенида галлия. При этом разброс в содержании этих примесей от партии к партии незначителен и находится в пределах одного порядка. Более широкий разброс наблюдался в содержании селена, сурьмы и серебра. Четко прослеживаются и различия в концентрации этих элементов для различных партий пластин. Из всех исследованных образцов наиболее чистыми являлись образцы партии "С", в которой имеет место не только более низкое содержание примесных элементов, но и наименьший разброс в содержании примесей от образца к образцу.

Более широкие возможности для контроля примесного состава дает использование нейтронно-активационного анализа в сочетании с послойным химическим травлением облученных образцов. На рис. 1 показано распределение хрома в структуре САГ-2БК, буферный слой которой ( $d_b$ ) был легирован хромом. Как видно из полученного распределения при проведении последующих операций имеет место диффузия хрома из буферного слоя в рабочие слои полупроводниковой структуры, причем его концентрация на поверхности  $n^+$ -слоя весьма значительна и сравнима с концентрацией в буферном слое.

Было исследовано также распределение в полупроводниковых структурах металлических примесей натрия и меди (рис. 2), которые не вводились в формируемую структуру специально, а попадают в нее в ходе различ-

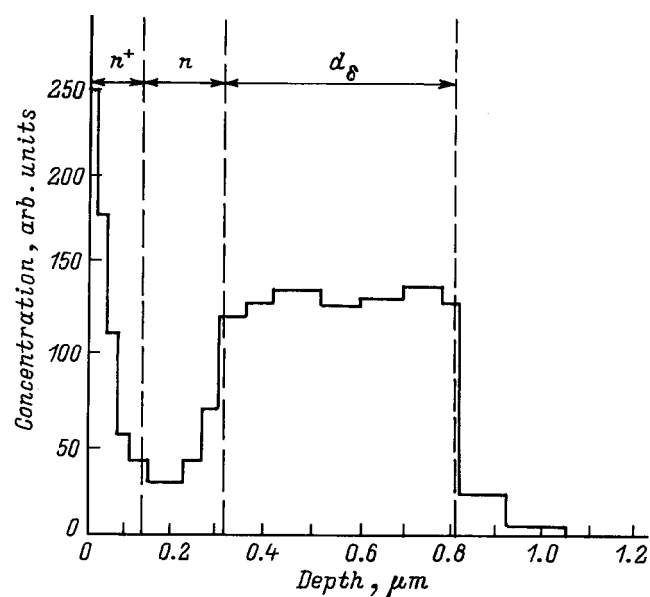


Рис. 1. Распределение хрома в структуре САГ-2БК, полученное методом НАА в сочетании с послойным химическим травлением образца.

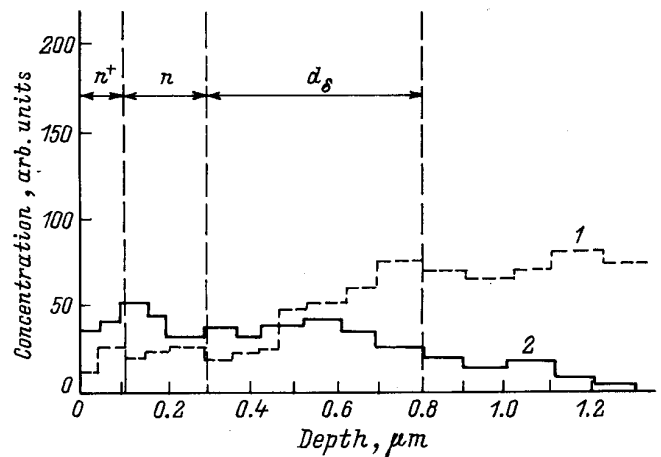


Рис. 2. Распределение меди и натрия в структуре САГ-2БК, полученное методом НАА в сочетании с послойным химическим травлением образца: 1 — медь, 2 — натрий.

ных технологических операций как неконтролируемые примеси. Обладая высокой подвижностью и электрической активностью, они могут оказывать заметное влияние на параметры формируемых полупроводниковых структур, поэтому характер их распределения представляет определенный интерес.

Как видно из представленного на рис. 2 распределения этих элементов по объему структуры САГ-2БК, для меди характерно более высокое содержание в монокристаллической подложке арсенида галлия и ее общее содержание в сформированной полупроводниковой структуре определяется содержанием этого элемента в исходных пластинах арсенида галлия. Для натрия наблюдается прямо противоположная картина, основное его количество попадает в полупроводниковую структуру в ходе формирования ее рабочих слоев.

Таким образом, приведенные выше результаты показывают, что использование предложенных методик нейтронно-активационного анализа, во-первых, дает возможность достаточно надежно контролировать примесный состав пластин арсенида галлия по целому ряду элементов на уровне  $10^{12} \div 10^{16}$  ат/см<sup>3</sup>, а, во-вторых, позволяет получить детальную картину распределения примесей по структуре формируемого прибора и открывает дополнительные возможности для контроля и совершенствования технологии изготовления полупроводниковых приборов.

## Список литературы

- [1] Б.В. Луфт, В.А. Переводчиков, Л.Н. Возликова. В сб.: *Физико-химические методы обработки поверхности полупроводников* (М., Радио и связь, 1982) с. 136.
- [2] Т.Г. Югова, А.В. Говорков, А.С. Брук. *Электрон. техника. Материалы*, 2, 24 (1984).
- [3] D. Brice. *J. Mat. Sci.*, 2, 131 (1967).
- [4] W. Kern. *J. Electrochem. Soc.*, 109, 200 (1962).

- [5] E. Bujdosó. *Proc. Conf. Appl. Phys. Chem. Methods* (Budapest, 1963) v. 2, p. 262.
- [6] K. Kudo, N. Hishinuma. *J. Radioanal. Chem.*, **3**, 369 (1969).
- [7] K. Kudo, N. Hishinuma. *J. Radioanal. Chem.*, **5**, 331 (1970).
- [8] А.Г. Дутов, В.А. Комар, С.В. Ширяев, К.Е. Лобанова, В.В. Забродская, Л.П. Можейко. *ЖАХ*, **49**, 76 (1994).

*Редактор Л.В. Шаронова*

### **Investigation of impurities in GaAs semiconductor structures by neutron activation analysis**

A.G. Dutov, V.A. Komar, S.V. Shiryayev, L.A. Smahtin

Institute of Solid State Semiconductor Physics,  
Belarussian Academy of Sciences,  
220072 Minsk, Belarus

**Abstract** Neutron activation method has been applied to study the impurity distribution in GaAs substrates and semiconductor structures grown on GaAs substrates. The conditions and the results of the analysis are given in this paper.

Fax: (0172) 324694 (Komar)

E-mail: ifttpnb%iftt.basnet.minsk.by@demos.su (Komar)