

06;07;15

Достоверность выявления пронизывающих дислокаций в эпитаксиальных пленках с помощью структурно-чувствительного травления

© А.С. Дерябин, Л.В. Соколов, Е.М. Труханов[¶], К.Б. ФрицлерИнститут физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
Новосибирск, Россия[¶] E-mail: trukh@isp.nsc.ru

Поступило в Редакцию 6 апреля 2018 г.

На примере гетероструктур Ge/Si(001) рассмотрено соответствие между пронизывающими дислокациями (ПД) и ямками, выявляемыми методом селективного структурного травления. Для пленок, толщина которых $h \leq 1 \mu\text{m}$, показано, что недостаточное разрешение оптической микроскопии приводит к значительному занижению плотности ПД. Приведены рекомендации для повышения достоверности оценки плотности ПД методом травления.

DOI: 10.21883/PJTF.2018.20.46803.17322

В эпитаксиальных гетероструктурах (ГС) с несоответствием параметров кристаллической решетки пленки и подложки напряжения снимаются дислокациями несоответствия (ДН), располагающимися на границе раздела. Каждая ДН соединена со свободной поверхностью пленки пронизывающей дислокацией (ПД), скольжение которой и обеспечивает удлинение ДН. Таким образом, ПД играют принципиально важную роль в процессе пластической релаксации напряжений несоответствия. Часть их сохраняется после завершения релаксационного процесса, что ухудшает электронные характеристики структуры. Проблема уменьшения количества ПД в выращенной пленке не может быть решена без адекватной методики их регистрации.

Если плотность пронизывающих дислокаций $n_{\text{ПД}}$ составляет величину порядка $5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ (или больше), то они надежно регистрируются с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) поперечных срезов. Если же плотность ПД меньше, то наиболее распространен метод селективного химического травления с использованием оптичес-

кой микроскопии (ОМ). Однако часто встречающийся некритичный подход к данному методу (см., например, [1–3]) снижает достоверность результатов, а в ряде случаев приводит к ложным выводам. В частности, в работе [2] заявлено о достижении в пленках GaAs на Si значений $n_{TD} = (1-2) \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Авторы наблюдали ямки травления, но не привели изображение поверхности пленки после травления. Демонстрируемые ими ПЭМ-изображения поперечного среза не позволяют подтвердить заявленную величину, так как охватывают слишком малый объем исследуемого объекта. В работах [1,3] демонстрируются ОМ-изображения пленок (GaAs [1] и Ge [3]) на Si с ямками травления, плотность которых также составляет $(1-2) \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$, однако нет доказательств того факта, что ямки являются дислокационными. Укажем, что в мировой литературе в целом природе ямок травления на поверхности ГС уделяется мало внимания (в качестве редкого исключения можно отметить работу [4]). Принципиально важно устанавливать природу ямок травления в тех случаях, когда авторы делают выводы о предельно низкой плотности ПД, как например в [1–3].

В настоящей работе на примере гетеросистемы Ge/Si рассмотрено соответствие между ямками и дислокациями, выходящими на поверхность. История метода селективного химического травления насчитывает несколько десятилетий. Он был разработан для визуализации дислокаций в объемных кристаллах [5–9]. В основе метода лежит ускоренное растворение кристалла в специально подобранном травителе в местах выхода дислокаций на поверхность. В указанных работах обращается внимание на форму ямок травления. Считается, что дислокационным ямкам травления соответствует форма перевернутой пирамиды или конуса, которые содержат вершину. Для ямок, обусловленных дислокациями, характерна плоскодонная форма, т.е. форма усеченной пирамиды. Как правило, появление плоского дна ямки связывается с микродефектами.

На рис. 1 представлены типичные изображения ямок травления, полученные от объемного монокристалла германия. Видно, что латеральные размеры ямок, содержащих вершину, и ямок с плоским дном одинаковы. Следовательно, скорость травления в латеральном направлении была одинаковой для ямок разного типа. Можно предположить, что на начальной стадии травления все ямки имели форму пирамиды с вершиной. После вытравливания у ямок 2 ограниченной области ускоренного травления, обусловленного присутствием микродефекта,

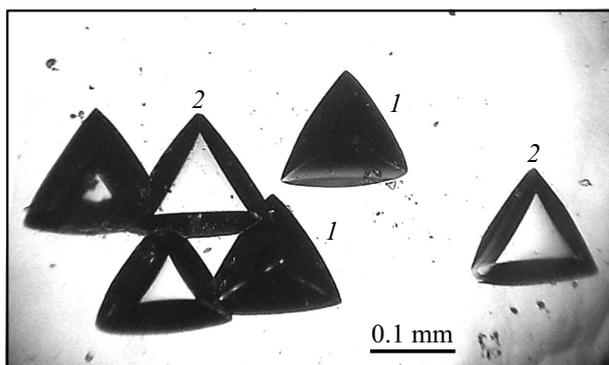


Рис. 1. Типичные изображения ямок травления, полученные от объемного монокристалла германия. Травитель имел состав $\text{HF}:\text{HNO}_3:5\% \text{AgNO}_3$ (1:1:0.2). 1 — содержащие вершину дислокационные ямки, 2 — плоскодонные ямки, связанные с микродефектами.

эти ямки стали плоскодонными, в то время как ямки 1, связанные с дислокациями, не изменили своей формы. Таким образом, при малых временах травления все ямки могли быть приписаны дислокациям, что в нашем случае внесло бы двукратную ошибку в оценку плотности. Следовательно, нельзя однозначно утверждать, что все пирамидальные ямки соответствуют дислокациям. Для того чтобы выявить, обусловлены ли ямки травления линейными дефектами (дислокациями), в [10] рекомендуется выполнять несколько последовательных операций полирования и травления поверхности кристалла („A few successive polishings and re-etchings of the surface will reveal whether the pattern of pits on a sample area is reproducible in depth, and thus whether line defects (dislocations) are responsible“ [10]).

Еще более неопределенная ситуация возникает при анализе дефектности ГС. Одним из факторов, осложняющих идентификацию ямок травления, является возможное присутствие гетерогенных включений (частицы SiC или проявление пылинок, осевших в процессе загрузки в камеру). Такие объекты могут провоцировать вытравливание крупных, хорошо заметных в оптическом микроскопе ямок травления, а мелкие дислокационные ямки, обусловленные дислокациями, могут оставаться за пределом разрешения метода визуализации ОМ.

Для надежного определения формы ямки методом ОМ необходимо, чтобы размер ямки превышал разрешение оптического микроскопа ($\geq 0.25 \mu\text{m}$) в 4–5 раз. Следовательно, при использовании ОМ размер ямки и соответственно толщина пленки должны быть не менее $1 \mu\text{m}$. При меньшей толщине необходимо использовать методы визуализации рельефа, обладающие более высоким разрешением. Такими методами, например, являются атомно-силовая микроскопия (АСМ) и сканирующая электронная микроскопия. Второй метод имеет низкую чувствительность к рельефу, и удовлетворительный результат может быть достигнут только при сканировании образца под малым углом и тщательном выборе энергии падающего пучка. Поэтому метод АСМ является более предпочтительным.

Отметим, что при использовании структурно-чувствительного травления ограниченная толщина пленки может быть причиной появления плоскодонных ямок дислокационной природы. Это происходит, когда вершина вытравленной пирамидальной ямки достигает границы раздела ГС и ямка начинает растравливаться только в латеральном направлении, превращаясь в плоскодонную.

На рис. 2 приведены АСМ-изображения ограниченных ямок, имеющих как пирамидальную (рис. 2, *a*), так и плоскодонную (рис. 2, *c*) форму. Они получены от гетероструктуры Ge/Si(001). На рис. 2, *b* и *d* представлены профили мелкой ямки (обозначена цифрой 1 на рис. 2, *a*) и крупной ямки (обозначена цифрой 2 на рис. 2, *c*). Все ямки с размером в плоскости рисунка порядка $1 \mu\text{m}$ имеют плоское дно, однако для ямок с размерами $0.1\text{--}0.25 \mu\text{m}$ плоское дно зарегистрировано только у одной, указанной стрелкой на рис. 2, *a*. Из сравнения глубины разных ямок следует, что плоское дно ямок большого размера обусловлено присутствием включений. Глубины ямок 1–5 равны 500, 245, 140, 230 и 35 nm соответственно. Даже если дно ямки 1 достигает границы раздела, то для остальных ямок оно находится в глубине пленки. Плотность мелких пирамидальных ямок составляет $\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$ и коррелирует с плотностью ПД, наблюдавшихся методом ПЭМ до отжига образца. Плотность крупных плоскодонных ямок составляет $\sim 4 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$.

На рис. 3 приведено ОМ-изображение поверхности того же образца. Наблюдаются только крупные ямки с плотностью $\sim 1.5 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$, профиль у большинства из них определить невозможно. Соответственно может быть сделан ложный вывод, что плотность ПД составляет $\sim 1.5 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$, что как минимум в 20 раз меньше фактической величины.

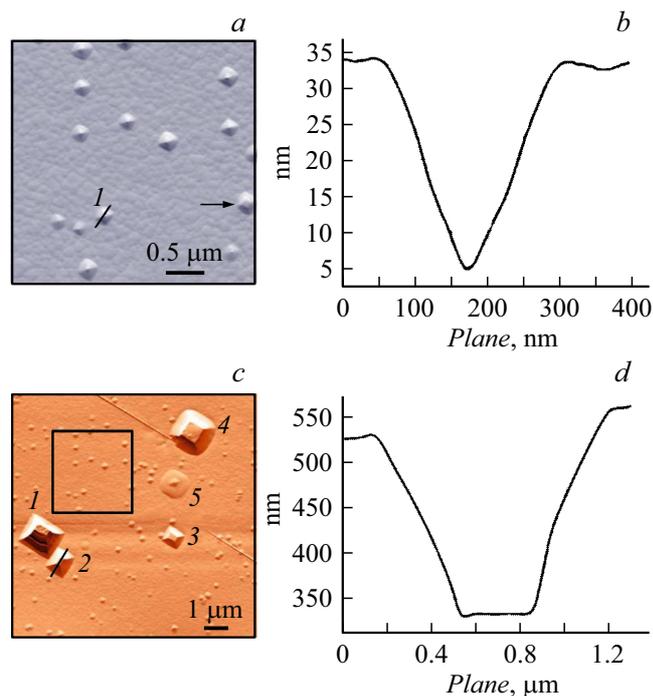


Рис. 2. Изображения поверхности гетероструктуры Ge/Si(001) (*a, c*) и профили ямок травления (*b, d*), зарегистрированные с помощью атомно-силового микроскопа. Профили ямок измерены вдоль прямолинейных отрезков, показанных на частях *a* и *c*. Часть *a* является увеличенным изображением фрагмента, выделенного рамкой на части *c*. Цифры 1–5 поясняются в тексте. Перед травлением с целью снижения плотности ПД образцы отжигались при $T = 850^\circ\text{C}$. Толщина пленки Ge до обработки в травителе Шиммеля составляла $0.6\ \mu\text{m}$.

Таким образом, при интерпретации результатов селективного травления необходимо учитывать разрешающую способность метода визуализации. Если с помощью ОМ невозможно идентифицировать ямки размерами $\leq 1\ \mu\text{m}$, имеющие плотность распределения порядка $10^8\ \text{cm}^{-2}$ и более, то метод АСМ позволяет надежно регистрировать ямки размером $\sim 0.1\ \mu\text{m}$, имеющие плотность до $\sim 10^9\ \text{cm}^{-2}$. Следовательно, при использовании селективного травления с применением того или иного

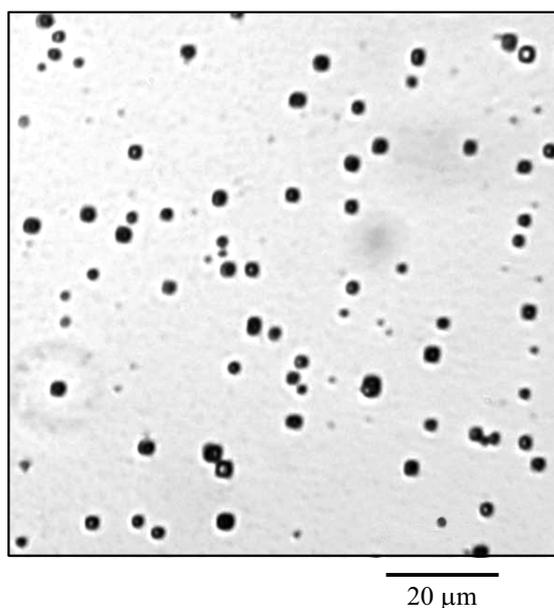


Рис. 3. Оптическое изображение поверхности гетероструктуры, показанной на рис. 2, после селективного травления.

метода визуализации необходимо убедиться, что размер и плотность ямок находятся в пределах разрешения используемого метода.

На основании рассмотренных примеров можно сделать вывод, что главной причиной недостаточной достоверности метода селективного травления, используемого для определения плотности дислокаций, является его косвенная природа. Как следствие, для эпитаксиальных пленок толщиной порядка микрометра невозможно выполнить корректный анализ их структурного состояния. В случае объемных кристаллов сравнительно низкие значения n_{TD} надежно регистрируются с помощью дифракционной топографии на отражение или прохождение. Однако использование рентгеновской топографии в случае гетероструктур осложняется дополнительным контрастом, вызванным присутствием ДН и напряженных ступеней на поверхности пленки. Поэтому необходима специальная доработка дифракционных топографических методов.

Тем не менее представленный материал дает возможность сформулировать несколько рекомендаций, позволяющих увеличить достоверность данного метода и помочь избежать грубых ошибок при оценке плотности пронизывающих дислокаций.

1. Перед применением метода селективного травления необходимо методом ПЭМ проверить выполнение условия $n_{TD} \lesssim 10^9 \text{ см}^{-2}$.

2. При использовании структурно-чувствительного травления принципиально важно установить форму ямок. Требуется контроль рельефа поверхности, например, с помощью АСМ. Оценка величины n_{TD} возможна только на основе данных о плотности ямок, имеющих форму неусеченного конуса или пирамиды.

3. При оценке плотности распределения дислокаций, выходящих на поверхность объемного кристалла, для повышения достоверности результатов необходимо провести несколько сеансов травления с разным временем и проследить за эволюцией плотности распределения и формы ямок.

Список литературы

- [1] *Buzynin A., Buzynin Y., Shengurov V., Voronkov V., Menke A., Luk'yanov A., Panov V., Baidus N.* // Green Sustainable Chem. 2017. V. 7. P. 217–233.
- [2] *Buzynin Y., Shengurov V., Zvonkov B., Buzynin A., Denisov S., Baidus N., Drozdov M., Pavlov D., Yunin P.* // AIP Adv. 2017. V. 7. P. 015304.
- [3] *Kil Y.-H., Yang J.-H., Kang S., Kim D.-J., Jeong T.S., Choi C.-J., Kim T.S., Shim K.-H.* // Mater. Sci. Semicond. Proc. 2014. V. 21. P. 58–65.
- [4] *Souriau L., Terzieva V., Meuris M., Caymax M.* // Solid State Phenom. 2008. V. 134. P. 83–86.
- [5] *Claeys C., Simoen E.* Extended defects in germanium: fundamental and technological aspects. Berlin–Heidelberg: Springer, 2008. 300 p.
- [6] *McCluskey M.D., Haller E.E.* Dopants and defects in semiconductors. CRC Press, 2018. 350 p.
- [7] *Ravi K.V.* Imperfections and impurities in semiconductor silicon. Wiley, 1981. 379 p.
- [8] *Rhodes R.G., Henisch H.K.* Imperfections and active centres in semiconductors. International series of monographs on semiconductors. Elsevier Science, 2014. 386 p.
- [9] *Фалькевич Э., Пульнер Э., Червоный И.* Технология полупроводникового кремния. М.: Металлургия, 1992. 408 с.
- [10] *Holmes P.* // The electrochemistry of semiconductors. London–N.Y.: Acad. Press, 1962. P. 329–377.