

УДК 621.383.4/5

## Кристаллографический анализ гетероэпитаксиальных структур теллурида кадмия-ртути

А. Л. Сизов, А. Е. Мирофьянченко, А. В. Ляликов, Н. И. Яковлева

*Для кристаллографического анализа гетероэпитаксиальных структур теллурида кадмия-ртути использованы высокоточные методы микроскопии высокого разрешения, рентгеновской дифрактометрии, энергодисперсионного и микрорентгеновского анализа. Определен количественный состав химических компонентов внутри области структурного V-дефекта. Определены значения углов Брэгговского отражения, которые составили 47,1—47,5 градуса, и полуширины кривой качания, которая по измеренным образцам составила 74°.*

PACS: 42.79.Pw, 85.60.Gz, 07.57.Kp, 85.60.Dw

**Ключевые слова:** гетероэпитаксиальная структура, ГЭС, теллурид кадмия-ртути, КРТ, CdHgTe, инфракрасный, микроскопия высокого разрешения, рентгеноструктурный анализ.

### Введение

Необходимость уменьшения дефектов в гетероэпитаксиальных структурах тройного соединения кадмий-ртуть-теллур (КРТ) в процессе выращивания на гомо- и гетероподложках [1, 2], создание радиационно стойких и термостойких матричных фотоприемных устройств на основе ГЭС КРТ второго и третьего поколения [3—5], ужесточение требований к их частотным характеристикам привело к необходимости использования для контроля структурного совершенства ряда высокоточных наукоемких методов контроля, таких как микроскопия высокого разрешения [6] и рентгеновская дифрактометрия (РД) [7]. Данные методы в настоящее время широко используются как в исследовательских целях, так и при решении производственных задач. Они включают процедуры исследования качества поверхности, а также кристаллической структуры вещества на основе фиксации распределения в пространстве и по интенсивностям рассеянного на анализируемом объекте оптического и рентгеновского излучения. Как правило, расшифровка кристаллической структуры проводится по рентгенограммам монокристаллов или по картинам дифракционного отражения.

На сегодняшний день в России активно используются три основных метода эпитаксии КРТ: жидкофазная эпитаксия (ЖФЭ), молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ) и молибденная эпитаксия (МОСГЭ). Наиболее развитыми методами являются ЖФЭ и МЛЭ, с помощью которых выращиваются высококачественные структуры КРТ *p*- и *n*-типа проводимости. На основе этих структур разработан целый ряд фотоприемных устройств, готовых к промышленному выпуску [8, 9].

Методом молекулярно-лучевой эпитаксии выращиваются гетероэпитаксиальные структуры КРТ на подложках из арсенида галлия диаметром 50 мм [10, 11] и кремния [12]. Толщина слоя КРТ составляет 8—10 мкм, состав *x* от 0,2 до 0,3 мольной доли CdTe (однородность  $\Delta x = \pm 0,003$ ). Основные характеристики слоя при 77 К следующие: концентрация  $p = (5—20) \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ , подвижность  $\mu \geq 400 \text{ см}^2 \cdot \text{В}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$  (нелегированные слои) и  $\mu \geq 250 \text{ см}^2 \cdot \text{В}^{-1} \cdot \text{с}^{-1}$  (легированные слои), время жизни неравновесных носителей заряда  $\approx 10 \text{ нс}$  (нелегированные) и  $\geq 50 \text{ нс}$  (легированные).

Несоответствие кристаллических решеток (более 14 %) альтернативных подложек из арсенида галлия (GaAs) и кремния (Si) и эпитаксиальных рабочих фоточувствительных слоев HgCdTe может приводить к возникновению высокой плотности дефектов и пространственных композиционных неоднородностей в рабочих фоточувствительных эпитаксиальных слоях КРТ, выращиваемых на их основе [13, 14]. Релаксация напряжений, возникающих при эпитаксиальном росте слоев методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) из-за несоответствия кристаллических решеток, различия коэффициентов термического расширения рабочих фоточувствительных слоев и материала под-

---

Сизов Александр Леонидович, инженер.  
Мирофьянченко Андрей Евгеньевич, инженер.  
Ляликов Алексей Владимирович, ведущий инженер.  
Яковлева Наталья Ивановна, зам. начальника НИЦ.  
ОАО «НПО «Орион».  
Россия, 111123, Москва, шоссе Энтузиастов, 46/2.  
Тел. (499) 374-81-30. E-mail: orion@orion-ir.ru

Статья поступила в редакцию 29 сентября 2014 г.

---

© Сизов А. Л., Мирофьянченко А. Е., Ляликов А. В., Яковлева Н. И., 2014

ложки — всё это приводит к формированию большого количества дислокаций и структурных *V*-дефектов в слоях HgCdTe [15]. Более того, наличие в рабочих слоях гетероструктур неконтролируемых нерелаксированных напряжений, модифицирующих зонную структуру полупроводника, может приводить к нежелательным изменениям в распределении концентрации носителей заряда в эпитаксиальных слоях и неадекватной работе фотодиодов. Как правило, несовершенство структуры активных слоев является препятствием для реализации фоточувствительных приборов с заданными фотоэлектрическими параметрами. Вследствие данных обстоятельств, чрезвычайно сложно добиться приемлемого количества дефектов, плотность которых на сегодняшний день превышает  $400 \text{ см}^{-2}$ . При этом плотность дислокаций находится на уровне  $\sim 10^7 \text{ см}^{-2}$ . Дополнительно несовершенство эпитаксиальных слоев связано с тем, что мышьяк и галлий, образующие подложку, имеют достаточно высокие коэффициенты диффузии в КРТ, что приводит к температурной нестабильности слоев.

Очевидно, что для создания фоточувствительных приборов с заданными фотоэлектрическими параметрами необходимо иметь отработанный набор методик по определению структурных дефектов и кристаллического совершенства ГЭС КРТ МЛЭ. Целью данной работы являлось исследование возможностей и дифференциации различных методов исследования поверхности под конкретные задачи.

### Методы исследований

Для оптимизации работы была произведена дифференциация различных методов исследования поверхности под конкретные задачи. Для подсчета плотности дефектов использовался метод интерференционного контраста по Номарскому. Для определения высоты микрорельефа — метод атомно-силовой микроскопии. Для определения геометрических параметров дефектов — метод конфокальной профилометрии. Для определения элементного состава использовался энергодисперсионный спектрометр. Элементный состав определяется исходя из интенсивностей линий характеристического рентгеновского излучения. Пространственное разрешение при определении элементного состава зависит от состава образца и используемого ускоряющего напряжения и обычно составляет порядка 1 мкм.

Кристаллическая структура и ориентация решетки определялись с помощью детектора EBSD. Метод основывался на регистрации картины дифракции отраженных электронов с помощью чувствительной CCD камеры, захватывающей изображение с фосфоресцирующего экрана, рас-

положенного вблизи образца. В каждой точке образца определяется тип кристаллической решетки и ориентация элементарной ячейки. Теоретическая локальность определения структуры с помощью данного метода составляет около 10 нм.

Для рентгеноструктурного анализа использовался рентгеновский дифрактометр, построенный по двухкристальной схеме Брэгга-Бретано. Источником рентгеновского излучения являлась рентгеновская трубка, параллельный пучок формировался зеркалом Гёбеля, которое частично монохроматизирует отраженное излучение. Формирование луча излучения обеспечивалось монохроматором Бартеля, который состоял из двух германиевых щелевых кристаллов-монохроматоров. Монохроматизированный пучок направлялся на исследуемый образец, который закреплялся на кристаллодержателе. В свою очередь, кристаллодержатель прикреплялся к подвеске, которая обеспечивала перемещение образца. С осью вращения образца  $\theta$  совмещалась ось поворота блока детектирования  $2\theta$ . В качестве приемника рентгеновского излучения используется фотоэлектронный детектор.

### Характеристики образцов КРТ, полученных методом МЛЭ

Объектом исследования являлись гетероструктуры HgCdTe диаметром 50 мм, выращенные методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Структуры содержали буферные слои HgTe и CdTe, варизонные слои, фоточувствительный рабочий слой CdHgTe заданного состава  $x = 0,20—0,23$  мольных долей.

Для подтверждения структуры образца были получены изображения со скола (края) образца (рис. 1).

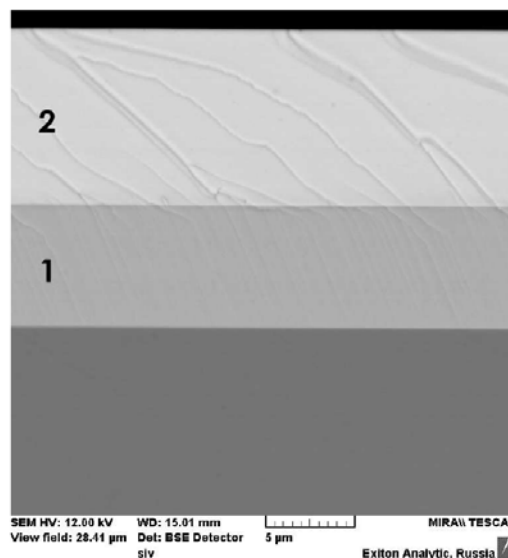


Рис. 1. Скол ГЭС КРТ, выращенной методом МЛЭ (вид эпитаксиальных слоев на сколе в отраженных электронах)

Для каждого слоя был определен элементный состав с помощью энергодисперсионного спектрометра X-MAX 80. Состав определялся при ускоряющем напряжении 12 кэВ, что позволило получить высокое латеральное разрешение и улучшить точность определения состава за счет уменьшения влияния соседних слоев. Полученные толщины слоев и их элементный состав образца ГЭС КРТ, выращенного методом МЛЭ, приведены в табл. 1.

Таблица 1

*Элементарный химический состав образца ГЭС КРТ, выращенного методом МЛЭ*

Слои структуры	Толщина, мкм	Состав, весовые %	Химическая формула
Подложка	—	—	GaAs
Слой 1 (буферный слой)	6,8	Cd 46,8; Te 52,2	CdTe
Слой 2 (рабочий слой)	9,9	Cd 9,8; Hg 48,1; Te 52,2	CdHgTe

Внешний вид типичного дефекта на поверхности образца ГЭС КРТ МЛЭ показан на рис. 2.

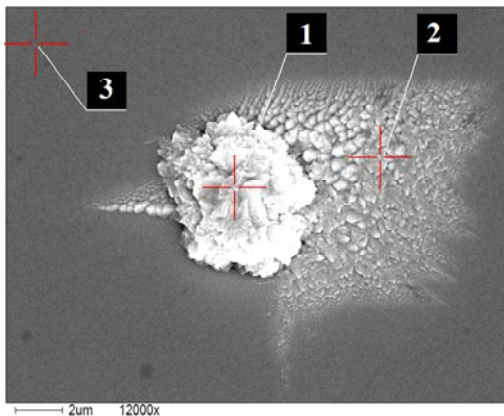


Рис. 2. Изображение *V*-дефекта, полученное на электронно-ионном микроскопе, с обозначением областей измерения элементного состава

Дефект имеет выраженную трехмерную кристаллическую структуру. Грани дефекта имеют отличную ориентацию от рабочего слоя фоточувствительного слоя. Методом рентгеновского микроанализа определен элементный состав различных областей вокруг и внутри дефекта. Наблюдалась однородность состава в пределах ошибки измерений, связанной с сильно выраженной топографией образца.

На основе анализа данных элементного состава *V*-дефекта и эпитаксиального слоя КРТ оказалось, что в центре *V*-дефекта (область 1) присутствует избыточное содержание теллура. Содержание кадмия уменьшается от центральной области *V*-дефекта к бездефектной (область 3). При этом в бездефектной области наблюдается недостаток кадмия — 0,45 %. Концентрация ртути заметно понижена в центре *V*-дефекта. Очевидно,

что дефектные области имеют дефицит ртути ~ 3,5 %. Результаты измерений представлены в табл. 2.

Таблица 2

*Элементный состав в областях, отмеченных точками 1, 2, 3, проведенный методом рентгеновского микроанализа*

Область исследований	Hg		Cd		Te	
	мас-совые %	атом-ные %	мас-совые %	атом-ные %	мас-совые %	атом-ные %
1	44,5	31,52	11,84	15,73	43,66	52,75
2	45,39	33,96	11,5	15,35	43,11	50,69
3	46,4	34,89	10,96	14,7	42,64	50,41

Избыточное содержания теллура в центральной области *V*-дефекта и некоторое отклонение от стехиометрического в сторону избытка в бездефектной области можно объяснить высоким коэффициентом поверхностной адсорбции Te. Поведение Te в дефектной и монокристаллической областях различно. В области образования и развития *V*-дефекта диссоциация  $Te_2$  затруднена и избыточный теллур переходит в кристаллическое состояние, инициируя рост поликристаллов. На поверхности бездефектной монокристаллической области молекулы теллура диссоциируют и встраиваются не только в кристаллическую подрешетку теллура, но и в вакантные места и в узлы подрешетки ртути. Ртуть имеет свойство выходить из узлов своей подрешетки, создавая вакансии, и диффундирует по междоузлиям к поверхности, легко испаряясь. Поэтому в КРТ наблюдается некоторый недостаток ртути, особенно в поликристаллической области *V*-дефекта (из-за большой площади поверхности *V*-дефекта). Атомы теллура более подвижны по сравнению с кадмием, в связи с этим теллур относительно легко занимает места в подрешетке ртути, чем кадмий.

Полирующее травление эпитаксиальных структур с последующим наблюдением поверхности КРТ на растровом электронном микроскопе (рис. 3) показывает, что *V*-дефекты располагаются на конгломератах дислокаций.

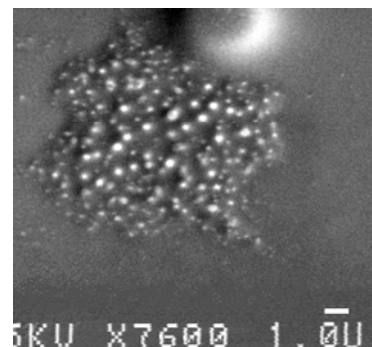


Рис. 3. *V*-дефект после полирующего травления эпитаксиального слоя ГЭС КРТ. Глубина съема ГЭС КРТ после травления — 3,5 мкм. (Изображение получено на растровом электронном микроскопе)

Хорошо заметно, что протравленная полирующим травителем область *V*-дефекта полностью покрыта бугорками травления. В результате полирующего травления выходы дислокаций образуют вдоль дислокационных линий бугорки из-за сегрегации примеси, которая замедляет скорость травления. Скопление бугорков травления на поверхности ГЭС КРТ в области расположения *V*-дефекта наглядно демонстрирует высокую плотность дислокаций в месте развития такого дефекта.

Рентгеноструктурный анализ проводился на дифрактометре высокого разрешения D8 DISCOVER HR фирмы Bruker (Германия). На анализируемых гетероструктурах рентгеновские измерения проводились в геометрии симметричной брэгговской дифракции от кристаллографических плоскостей, совпадающих с поверхностью рабочих эпитаксиальных слоев и границей раздела эпитаксиальный слой-подложка.

Исследования включали измерение дифракционных кривых для нахождения угла брэгговского отражения в режиме  $(\theta-2\theta)$ -сканирования, т. е. при повороте гетероэпитаксиальной структуры на угол  $\theta$  детектор поворачивается на  $2\theta$ . На рис. 4 представлен пик брэгговского отражения при максимальной интенсивности отраженного пучка.

Максимальное значение пика находится в положении  $2\theta_{бр} = 97,5^\circ$ , следовательно, угол брэгговского отражения пластины составляет  $\theta_{бр} = 47,25^\circ$ . По исследованиям интерференционной картины дифракции по пластине значения углов брэгговского отражения от поверхности различных структур изменялись в пределах 47,1—47,5 градуса.

Рентгенодифракционные исследования качества кристаллической структуры проводились путем измерения коэффициента отражения (кривой качания) при углах Брэгга. При исследовании интерференционной картины дифракции многослойной системы ГЭС КРТ, представленной на рис. 5, на дифракционной кривой наблюдался ряд отдельных пиков.

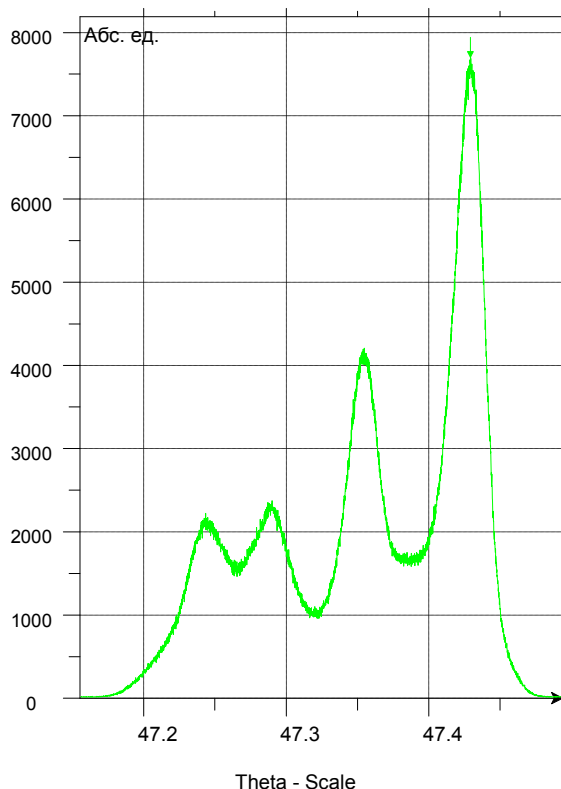
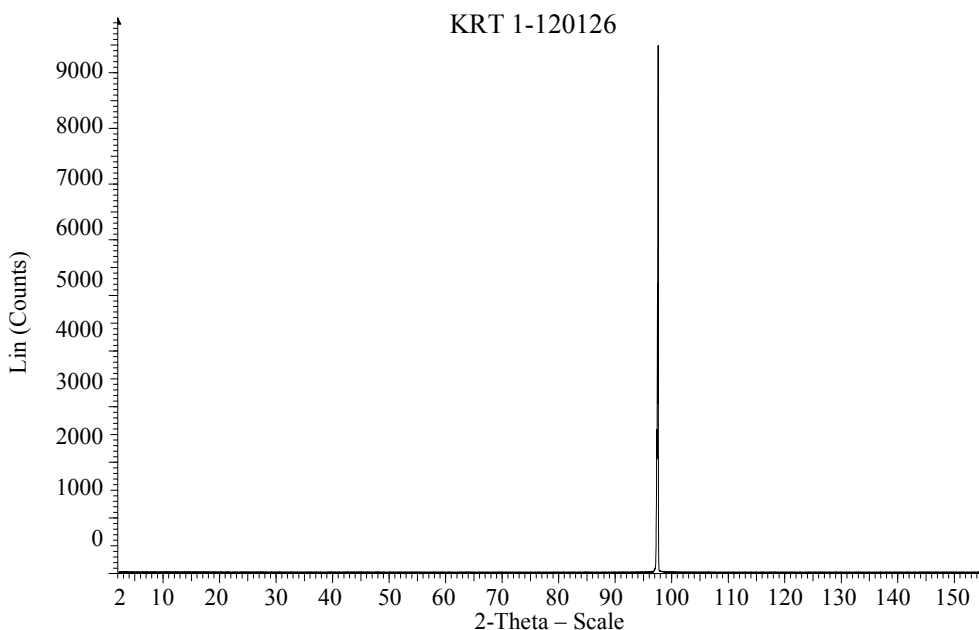


Рис. 5. Дифракционная кривая образца ГЭС КРТ

Рис. 4. Нахождение угла Брэгговского отражения



KRT 1-120126 - File: razstsep\_par\_V20\_popr\_m1\_4334\_19\_09\_12.raw - Type: 2Th/Th unlocked - Start: 2.0000° - End: 156.0000° - Step: 0.0200° - Step time: 0.1 s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 18 s - 2-Theta: Operations: Import

Для достаточно толстых поглощающих слоев определение последовательности расположения соответствующих слоев по глубине проводилось измерением двух порядков отражения с разным углом падения и, следовательно, разной глубиной проникновения. По относительному изменению интенсивности пиков можно было судить о том, какой из слоев лежит ближе к поверхности структуры, а какой глубже. Кроме того, по интенсивности отраженного излучения можно предположить, что наибольшую интенсивность имеет фоточувствительный рабочий слой (крайний правый пик на рис. 5), соседний слева пик принадлежит буферному слою. Более тонкие буферный и варизонный слои проработались в пики с меньшими максимумами, что говорит о переходном характере их структуры.

Для локализации каждого пика рентгеновский источник излучения устанавливался точно в брэгговское положение, соответствующее данному интерференционному максимуму, при этом интенсивность каждого пика резко возрастала, и хорошо детализировался профиль пика (рис. 6).

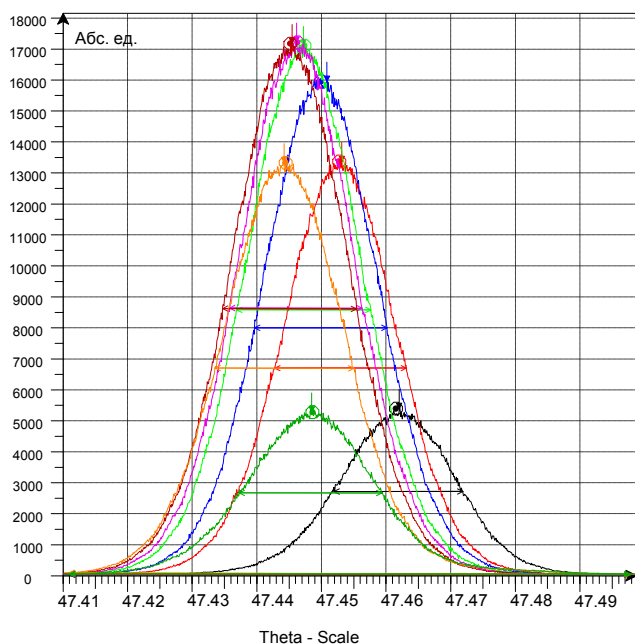


Рис. 6. Кривые качания гетероструктур HgCdTe

Среднее значение полуширины кривой качания по измеренным образцам составило  $74''$ , что свидетельствует о хорошем структурном совершенстве слоев КРТ, выращенных методом МЛЭ.

### Выводы

Взаимодополняющее использование методов микроскопии высокого разрешения и методов энергодисперсионного и рентгеноструктурного анализа позволяет проводить качественные и количественные исследования структурных дефектов и кристаллического совершенства ГЭС КРТ.

Исследовано кристаллическое совершенство гетероэпитаксиальных структур КРТ. Среднее значение полуширины кривой качания по измеренным образцам составило  $74''$ , что свидетельствует о хорошем структурном совершенстве исследованных гетероструктур. Определены геометрические характеристики структурных  $V$ -дефектов. Методом рентгеновского микроанализа определен элементный состав химических компонентов внутри области дефекта. В области дефекта наблюдается повышенное содержание теллура.

Для дальнейшего совершенствования ГЭС КРТ МЛЭ и производства фотоприемных устройств на их основе требуется проведение комплекса исследовательских работ по установлению четкой корреляции между дефектностью эпитаксиальных слоев, их деформационным состоянием, электрофизическими параметрами и технологическими режимами выращивания, а также параметрами формируемых на их основе фотоприемных приборов. Такой анализ может помочь в управлении свойствами активных фоточувствительных слоев при их выращивании, и, как следствие, увеличить процент выхода годных ФПУ второго и третьего поколения.

Работа выполнена по гранту Президента Российской Федерации НШ-2787.2014.9.

### Литература

1. Филачев А. М., Таубкин И. И., Трищенко М. А. Современное состояние и магистральные направления развития современной фотоэлектроники. — М.: Физматкнига, 2010.
2. Boltar K. O., Burlakov I. D., Ponomarenko V. P., et al. // Proc. SPIE. 2009. V. 7298. P. 72982P-1.
3. Дирочка А. И., Корнеева М. Д., Филачев А. М. // Прикладная физика, 2011. № 2. С. 37.
4. Бурлаков И. Д., Пономаренко В. П., Филачев А. М. и др. // Прикладная физика. 2007. № 2. С. 43.
5. Стафеев В. И., Болтарь К. О., Бурлаков И. Д. и др. // ФТП. 2005. Т. 39. Вып. 10. С. 1257.
6. Гоулдстейн Дж. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: в 2 т. — М.: Мир. 1984.
7. Афанасьев А. М. Рентгеновская структурная диагностика в исследовании приповерхностных слоев монокристаллов. — М.: Наука. 1986.
8. Boltar K. O., Burlakov I. D., Filachev A. M., et al. // Optical Memory and Neural Networks (Information Optics). 2007. V. 16. No. 4. P. 234.
9. Boltar K. O., Burlakov I. D., Ponomarenko V. P., et al. // Optical Memory and Neural Networks (Information Optics). 2008. V. 17. No. 1. P. 9.
10. Сидоров Ю. Г., Дворецкий С. А., Варавин В. С. и др. // ФТП. 2001. Т. 35. Вып. 9. С. 1092.
11. Varavin V. S., Vasiliev V. V., Dvoretzky S. A., et al. // Opto-Electron. Rev. 2003. V. 11. No. 3. P. 99.
12. Якушев М. В., Брунев Д. В., Варавин В. С. и др. // Автоматрия. 2009. Т. 45. № 4. С. 23.
13. Selvig E., Tonheim C. R., Lorentzen T., et al. // Journal of Electronic Materials. 2008. V. 37. No. 9. P. 1444.

14. Benson J. D., Smith P. J., Jacobs R. N., et al. // Journal of Electronic Materials. 2009. V. 38. No. 8. P. 1771.

15. Sabinina I. V., Gutakovsky A. K., Sidorov Yu. G., et al. // Journal of Crystal Growth. 2005. V. 274. P. 339.

## Crystallographic analysis of the CdHgTe heteroepitaxial structures

A. L. Sizov, A. E. Mirifianchenko, A. V. Lialikov, and N. I. Iakovleva

Orion R&P Association  
46/2 Entuziastov shosse, Moscow, 111123, Russia  
E-mail: orion@orion-ir.ru

Received September 29, 2014

*Crystallographic analysis of CdHgTe heteroepitaxial structures was carried out by high effective methods including high-resolution microscopy, X-ray diffractometry, mass spectrometry, and energy dispersive X-ray spectroscopy. Energy dispersive X-ray analysis is used as an analytical technique for the elemental analysis or chemical characterization within V-defect. The x-ray diffraction pattern was consists of one broad peak centered at  $\theta$  value of  $47.25^\circ$ . X-ray diffraction pattern of CdHgTe consists of multiple peaks with overlapping. Half-width of rocking curve was of  $74''$ .*

PACS: 42.79.Pw, 85.60.Gz, 07.57.Kp, 85.60.Dw

*Keywords:* heteroepitaxial structure, CdHgTe, IR, high-resolution microscopy, X-ray structural analysis.

### References

1. A. M. Filachev, I. I. Taubkin, and M. A. Trishenkov, *The Current Status and Main-Line Trackage for Development of Photoelectronics* (Fizmatkniga, Moscow, 2010) [in Russian].
2. K. O. Boltar, I. D. Burlakov, V. P. Ponomarenko, et al., Proc. SPIE **7298**, 72982P-1 (2009).
3. A. I. Dirochka, M. D. Korneeva, and A. M. Filachev, Prikl. Fiz., No. 2, 37 (2011).
4. I. D. Burlakov, V. P. Ponomarenko, A. M. Filachev, et al., Prikl. Fiz., No. 2, 43 (2007).
5. V. I. Stafeev, K. O. Boltar, I. D. Burlakov, et al., Semiconductors **39**, 1257 (2005).
6. J. Goldstein, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis* (Plenum Press • New York and London 1981; Mir, Moscow, 1984).
7. A. M. Afanas'ev, *X-ray Structural Analysis of Monocrystals* (Nauka, Moscow, 1986) [in Russian].
8. K. O. Boltar, I. D. Burlakov, A. M. Filachev, et al., Optical Memory and Neural Networks (Information Optics) **16**, 234 (2007).
9. K. O. Boltar, I. D. Burlakov, V. P. Ponomarenko, et al., Optical Memory and Neural Networks (Information Optics). **17**, 9. (2009).
10. Yu. G. Sidorov, S. A. Dvoretzky, V. S. Varavin, et al., Semiconductors **35**, 1092 (2001).
11. V. S. Varavin, V. V. Vasiliev, S. A. Dvoretzky, et al., Opto-Electron. Rev. **11** (3), 99 (2003).
12. M. V. Yakushev, D. V. Brunov, V. S. Varavin, et al., Optoelectron., Instrum. Data Process. **45** (4), 23 (2009).
13. E. Selvig, C. R. Tonheim, T. Lorentzen, et al., Journal of Electronic Materials **37**, 1444 (2008).
14. J. D. Benson, P. J. Smith, R. N. Jacobs, et al., Journal of Electronic Materials **38**, 1771 (2009).
15. I. V. Sabinina, A. K. Gutakovsky, Yu. G. Sidorov, et al., Journal of Crystal Growth **274**, 339 (2005).