

УДК 620.186.84

PACS: 81.05.Ea, 61.72.Dd

Анализ разориентации монокристаллических блоков объемного кристалла InSb

А. Д. Шабрин, А. Е. Гончаров, Д. А. Пашкеев, А. В. Ляликов, А. В. Егоров

Разработана модель расчета угла разориентации отражающих кристаллографических плоскостей и поверхности полупроводникового образца средствами рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения. Модель позволяет минимизировать механические аппаратные погрешности, в том числе неточности позиционирования и перемещения, и определить оптимальные параметры расположения образца относительно падающего излучения для корректного проведения исследований совершенства кристаллической структуры. Описан принцип проведения эксперимента и математическая модель для обработки полученных результатов. Для определения наличия макродефектов в кристаллической структуре, в частности, блоков, проводилось построение карты распределения параметров кривых качания по всему образцу (картирование) с использованием разработанной модели. Это позволило определить границы блоков и их взаимную ориентацию в продольных относительно пластины направлениях. Модель опробовалась на пластине объемного монокристалла антимонида индия, выращенного методом Чохральского, при этом подготовленной методами химико-динамического и химико-механического полирования.

Ключевые слова: рентгеновская дифрактометрия, монокристалл, антимонид индия, InSb, блочность, разориентация.

Введение

Антимонид индия (InSb) является прямым зонным полупроводниковым материалом с малой шириной запрещенной зоны ($E_g = 0,17$ эВ при $T = 300$ К) и высокой подвижностью носителей заряда. Преимущества данного соединения позволяют успешно разрабатывать на его основе фотоприемные устройства (ФПУ) для спектрального диапазона 3–5 мкм [1, 2]. В качестве исходного материала используются как пластины из объемных кристаллов InSb [3], так и структуры, выращиваемые методом молекулярно-лучевой эпитаксии на тех же пластинах [4].

В настоящее время повышение уровня рабочих параметров таких ФПУ является важной зада-

чей в оптоэлектронике [5]. Технологически этого можно добиться, тщательно контролируя характеристики исходного материала, в частности, качество и однородность кристаллической структуры объемного кристалла InSb [6]. Таким образом можно заранее выявлять такие дефекты, как блочность кристалла или наличие областей с высокой плотностью дислокаций, которые при разработке приборов приводят к большим токам утечки, низкой фоточувствительности и высоким темновым токам, а при проведении эпитаксиальных процессов – к появлению макродефектов роста.

Среди аналитических методов, позволяющих контролировать кристаллическое совершенство полупроводниковых структур, можно выделить рентгеновскую дифрактометрию [7]. Она является неразрушающим методом и поэтому может быть использована в качестве инструмента межоперационного контроля для предварительной отбраковки пластин. Основой рентгеновской дифрактометрии является измерение кривых качания и их интерпретация, а именно: определение ширины, высоты, положения в угловой плоскости и т. д. [8]. Это позволяет рассчитать следующие характеристики исследуемого материала: степень структурного совершенства, ориентацию кристалла, параметры кристаллической решетки, толщины слоев и т. д. В частности, данный метод позволяет выявлять такое нарушение кристаллической структуры, как образование больших (десятки

Шабрин Алексей Дмитриевич, инженер 2 категории.

Гончаров Андрей Евгеньевич, инженер.

Пашкеев Дмитрий Александрович, главный специалист, к.ф.-м.н.

Ляликов Алексей Владимирович, ведущий инженер.

Егоров Александр Васильевич, ученый секретарь, доцент, к.т.н.

АО «НПО «Орион».

Россия, 111538, Москва, ул. Косинская, 9.

E-mail: alexey.shabrin@gmail.com

Статья поступила в редакцию 30 мая 2017 г.

© Шабрин А. Д., Гончаров А. Е., Пашкеев Д. А., Ляликов А. В., Егоров А. В., 2017

миллиметров) блоков в монокристалле, которые имеют различную ориентацию кристаллографических плоскостей относительно поверхности и друг друга. Наличие таких разориентированных областей в пластине приводит к образованию границ раздела между ними, характеризующихся большим скоплением дислокаций, возникающих в процессе роста.

В данном исследовании разработана модель, позволяющая на основе экспериментальных данных, полученных методом рентгеновской дифрактометрии, определять границу раздела соседних блоков, имеющих различную ориентацию, и вычислять величину угла разориентации. Описан принцип проведения эксперимента и обработки полученных результатов. Показаны результаты применения разработанной модели на пластине объемного кристалла антимида индия, выращенного методом Чохральского.

Модель расчета разориентации отражающих плоскостей и поверхности

В процессе роста объемных кристаллов и дальнейшего изготовления из них пластин кристаллографические плоскости могут быть сориентированы к поверхности под некоторым углом. Значение этого угла может меняться вдоль поверхности, если структура характеризуется высокой степенью блочности. Для определения данного угла, прежде всего, необходимо определить ориентацию кристаллографических областей и поверхности образца относительно опорной плоскости, задающейся геометрией эксперимента. В данном случае опорной является плоскость, параллельная поверхности предметного столика дифрактометра, установленного в нулевое положение по угловым координатам вращения в пространстве. На рис. 1 в общем виде показана ориентация опорной плоскости дифрактометра (плоскость 3) относительно поверхности пластины (пл. 1) и кристаллографической плоскости (пл. 2).

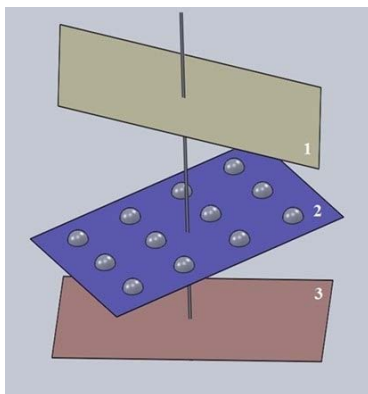


Рис. 1. Схематическое изображение плоскостей в исследуемой кристаллической пластине.

На рис. 2 указаны направления движения предметного столика дифрактометра, на котором располагается исследуемая пластина (экспериментальная схема выполнена по принципу Брэгга–Брентано). Технически указанные движения осуществляются при помощи электромагнитных приводов: движения по углам θ , χ и φ обеспечивают вращательное движение, по координатам x , y и z – поступательное.

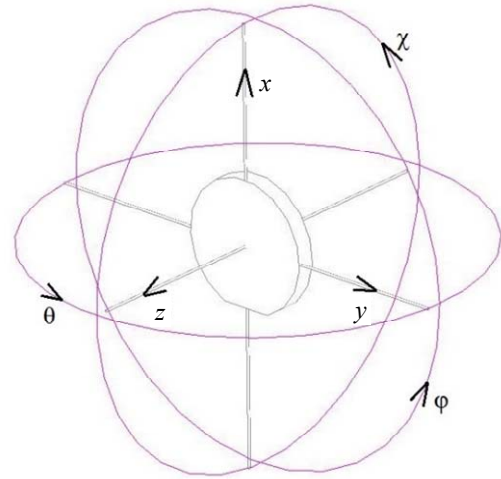


Рис. 2. Схема движения предметного столика дифрактометра.

Определение угла разориентации произойдет в результате проведения эксперимента, состоящего из двух этапов, описанных ниже.

На первом этапе поверхность пластины располагается параллельно пучку падающего излучения за счет привода оси θ (остальные приводы зафиксированы). При этом минимизируются механические приборные ошибки, неточность расположения образца на столике.

Так, при повороте вокруг оси φ параллельность нарушается из-за механических неточностей позиционирования столика, и пластину необходимо снова выравнять по направлению θ . Поэтому значения углов θ при разных φ описывают около нуля гармоническую кривую (см. рис. 3, нижняя кривая).

На втором этапе отражающее положение требуемого семейства кристаллографических плоскостей устанавливается с помощью приводов θ и χ относительно направления рентгеновского излучения так, чтобы для них выполнялось условие Вульфа–Брэгга ($2d \sin\theta_{\text{Бр}} = n\lambda$, где n – порядок максимума дифракции, λ – длина волны падающего излучения, d – межплоскостное расстояние, $\theta_{\text{Бр}}$ – угол скольжения). При этом определяется оптимальное положение пластины, которое позво-

ляет получить максимальное отражение от данного набора плоскостей и рассчитать угол разориентации.

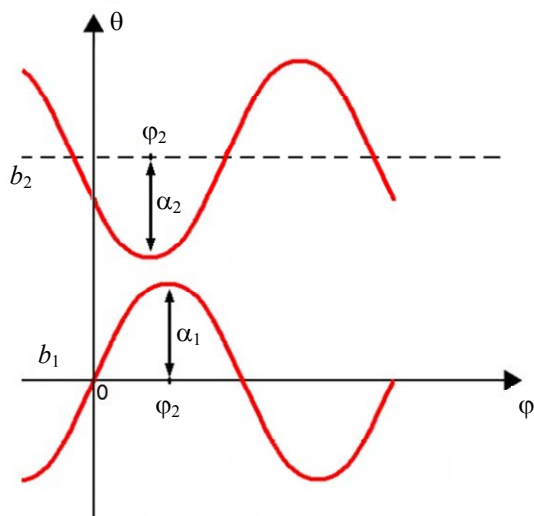


Рис. 3. Определение параметров из аппроксимированных кривых.

Опытным путем было установлено, что оптимальное значение угла χ нельзя определить по максимуму интенсивности сигнала. Даже при небольшом изменении угла θ форма кривой по χ сильно изменяется, и, наоборот, при изменении угла χ резко меняются положение и высота кривых качания. Поэтому следует записывать набор кривых качания, изменяя значение χ с небольшим шагом, и далее определять оптимальные значения из изменения положения максимума кривой качания в зависимости от χ .

Изменение значения угла ϕ также приводит к тому, что полученное расположение отражающих плоскостей перестает быть оптимальным, и всю процедуру необходимо повторить. Полученные при этом значения θ в таком случае тоже описывают гармоническую кривую из-за вышеупомянутых биений, а также из-за наличия разориентации отражающих плоскостей и поверхности пластины. Кривая будет проходить вокруг значения, близкого к теоретическому положению кривой качания для данного материала b_2 (см. рис. 3, верхняя кривая).

Таким образом, результатом проведения эксперимента будут являться наборы точек, описывающих гармонические кривые. Чтобы выделить из них полезную информацию и использовать ее для расчетов, необходимо аппроксимировать их функциями синуса. Для этого разработана модель вычисления угла разориентации и направления, в котором этот угол является максимальным.

Разориентация β поверхности кристалла и отражающих плоскостей при этом определяется соотношением:

$$\beta = \beta_2 - \beta_1 = \arcsin\left(\sin \alpha_2 \frac{\cos(\phi_2 - \phi_1)}{2}\right) - \arcsin\left(\sin \alpha_1 \frac{\cos(\phi_2 - \phi_1)}{2}\right),$$

где β_1 – угол между поверхностью кристалла и опорной плоскостью, β_2 – угол между семейством отражающих кристаллографических плоскостей и той же опорной плоскостью, α_1 , α_2 , ϕ_1 и ϕ_2 определяются из рассчитанных кривых. Физически амплитуды кривых α_1 и α_2 являются максимальными отклонениями, возникающими в процессе исследования: α_1 определяется механическими погрешностями прибора и кривизной поверхностей пластины, α_2 зависит от разориентации отражающих плоскостей относительно поверхности. Значение ϕ_2 соответствует оптимальному расположению, когда влияние всех погрешностей можно компенсировать, повернув столик на угол α_2 приводом θ , но это внесет поправку в положение кривой качания. Поэтому правильнее работать в точках пересечения синусоиды со средней линией b_2 , когда все неточности можно компенсировать наклоном вокруг оси χ на ту же величину α_2 (так как оси θ и χ ортогональны).

Установив столик в оптимальное положение, можно провести картирование поверхности кристалла с целью исследования его совершенства. На карте блоки будут проявляться в виде областей с различающимися параметрами кривых качания, а именно: положениями пиков, их высотой и шириной. Разработанная модель позволит определить величину и направление разориентации таких областей.

Экспериментальные результаты применения модели

Исследования проводились на рентгеновском дифрактометре высокого разрешения Bruker Discover D8 с длиной волны излучения $\lambda = 1,54$ нм (линия Cu $K_{\alpha 1}$), мощность рентгеновской трубки составляла 2,2 кВт, а поперечное сечение пучка имело размеры $2,1 \times 0,8$ мм (площадь $1,68$ мм²). Точность позиционирования угла θ составляет $0,36''$, $\chi - 3,6''$ и $\phi - 7,2''$.

В качестве образцов использовались пластины из объемных монокристаллических слитков InSb, выращенных методом Чохральского [9] и сориентированных по кристаллографической плоскости (100). Пластины нарезались из слитков проволочной резкой с дальнейшей обработкой методами химико-динамического и химико-механического полирования [10].

Измерения кривой качания в точке $x = 0, y = 0$ показали, что ее ширина на полувысоте состав-

ляет $14,4''$. Данное значение близко к расчетным значениям и говорит о высоком качестве образца. Но ее положение не соответствует теоретическому условию Брэгга и имеет небольшое смещение в пределах угла рассогласования в зависимости от поворота образца по углу φ . С помощью разработанного алгоритма были определены оптимальные параметры расположения образца относительно падающего излучения.

На рис. 4 представлены экспериментальные кривые, где квадратиками показана зависимость $\theta(\varphi)$, а кружками – $\chi(\varphi)$. Для последующего анализа экспериментальные кривые аппроксимировались синусоидами. На рис. 4 им соответствуют красная и оранжевая кривые соответственно. Видно, что они имеют одинаковую амплитуду, но смещены относительно друг друга на 90° , потому что приводы осей θ и χ ортогональны, и когда все неточности компенсируются одним приводом, другой стоит параллельно опорной плоскости, и наоборот.

Черной горизонтальной кривой показана средняя линия. Ее пересечение с кривой $\theta(\varphi)$ в точке $\theta = 28,43^\circ$ для $\varphi = 120,83^\circ$ соответствует по-

ложению, когда отражающие плоскости располагаются под брэгговским углом к падающему излучению (теоретически для антимонида индия эта величина составляет $\theta_{\text{бр}} = 28,4^\circ$), а все неточности можно компенсировать, установив предметный столик дифрактометра в $0,8^\circ$ по оси χ . Точно также и наоборот, т. е. можно выставить образец в положение, соответствующее пересечению средней линии и кривой $\chi(\varphi)$, когда χ близко к 0, тогда все неточности скомпенсируются приводом θ , но это внесет сдвиг в положения кривых качания, исказив результаты исследования. Таким образом, с использованием разработанной математической модели с учетом механических биений оптимальное позиционирование образца было рассчитано и составляет: $\varphi = 120,83^\circ$, $\chi = 0,8^\circ$.

С учетом полученных значений была построена карта распределения положений кривых качания по площади пластины. Шаг перемещения точки падения излучения по пластине составлял 2,1 мм вдоль оси x и 0,8 мм вдоль y . Полученная карта показана на рис. 5.

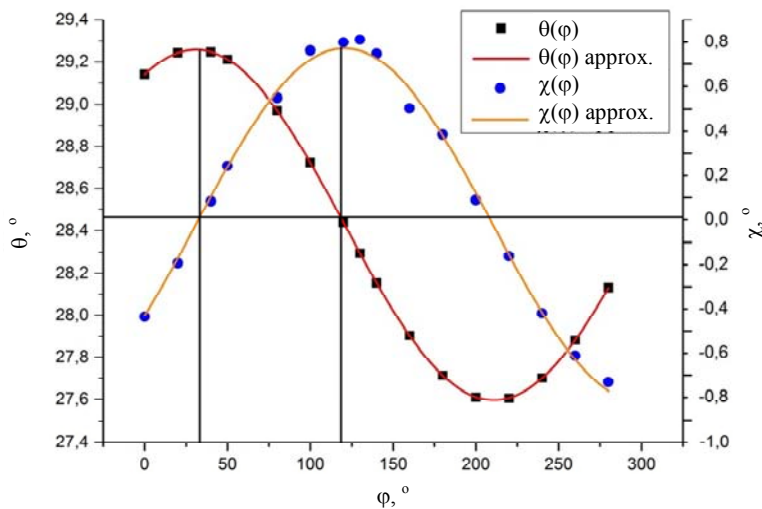


Рис. 4. Зависимости положения максимума кривых качания и оптимального значения χ от угла поворота φ , полученные на пластине из объемного монокристалла InSb. Точками показаны экспериментальные данные, сплошными линиями – соответствующие им аппроксимированные кривые.

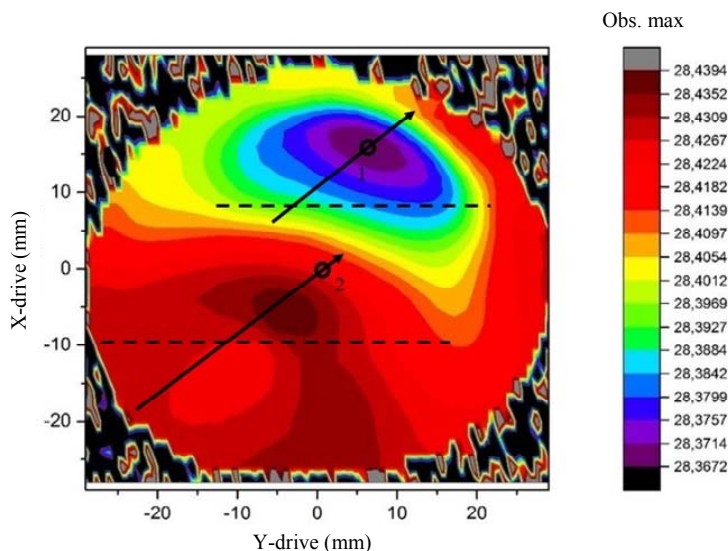


Рис. 5. Данные с экрана дифрактометра Bruker Discover D8: карта распределения положений пиков кривых качания по приповерхностному слою пластины из объемного монокристалла InSb (Obs. Max – угловое положение пиков кривых качания в градусах).

Исследования структуры пластины проводились после каждого этапа обработки, начиная с нарезки слитка. Измерения кривых качания показали, что технологическая обработка, заключающаяся в химико-механическом и химико-динамическом полировании, позволила удалить механические дефекты поверхности, например, такие как пластические деформации. Поэтому резкие изменения положений кривых качания в определенных областях вдоль площади образца соответствуют дефектам, возникшим в процессе роста монокристалла.

В частности, можно видеть в структуре наличие двух разориентированных блоков. Разориентация семейства плоскостей (004) относительно поверхности была измерена на соответствующих им участках пластины (точки 1 и 2 на рис. 5). Она составила $0,54^\circ$ (в плоскости, перпендикулярной рисунку) и $-0,61^\circ$ (противоположное направление) соответственно. Таким образом, суммарная разориентация двух блоков составляет $1,15^\circ$. Направление разориентации в плоскости поверхности для обеих точек одинаково и составляет $52,5^\circ$, что показано стрелками относительно пунктирных линий на рис. 5.

Наличие границы блоков выделяется областью с резким изменением положения пиков кривых качания. Именно в этой области пластины не рекомендуется располагать чувствительные элементы ФПУ.

Заключение

Разработана модель расчета величины разориентации кристаллографических плоскостей и поверхности полупроводника. В ее основе лежат средства рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения. Модель позволяет свести к минимуму влияние аппаратных ошибок, таких как неточности позиционирования и перемещения гониометра, на положения кривых качания и определить оптимальные параметры расположения образца относительно падающего излучения. С учетом этих параметров можно более точно проводить исследования структурного совершенства полупроводников и его изменение по поверхности (картирование), что, в числе прочего, дает возможность выявлять наличие блочности в кристалле.

Модель опробована на пластинах, нарезанных из объемного монокристалла антимоноида индия, при этом подготовленных методами химико-

механического и химико-динамического полирования. В ходе исследования обнаружены разориентированные блоки, возникшие в процессе роста кристалла. С помощью данной модели рассчитана разориентация плоскостей в блоках относительно поверхности пластины и взаимная разориентация самих блоков, а также построена карта распределения положений пиков кривых качания, которая наглядно показывает границу между блоками.

Разработанная модель не позволяет оценить степень дефектности граничной области (плотность дислокаций и пр.), но, благодаря визуальному контролю расположения блоков и границ по поверхности образца и возможности оценить величину угла разориентации, можно наиболее рационально располагать чувствительные элементы ФПУ по пластине на последующих этапах обработки, что должно положительно сказаться на качестве изготавливаемых приборов.

Для подтверждения корректности разработанной модели в дальнейшем планируется сравнение полученных результатов с исследованием плотности дислокаций методом селективного травления [11], что может позволить количественно оценивать дефектные участки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Rogalski A. // Progress in Quantum Electronics. 2003. Vol. 27. No. 2. P. 59.
2. Болтарь К. О., Власов П. В., Лопухин А. А., Полунеев В. В., Рябова А. А. // Успехи прикладной физики. 2013. Т. 1. № 6. С. 733.
3. Яковлева Н. И., Болтарь К. О. // Прикладная физика. 1999. № 2. С. 45.
4. Бурлаков И. Д., Болтарь К. О., Власов П. В., Лопухин А. А., Торопов А. И., Журавлев К. С., Фадеев В. В. // Прикладная физика. 2016. № 3. С. 58.
5. Бурлаков И. Д., Пономаренко В. П., Филачев А. М., Дегтярев Е. В. // Прикладная физика. 2007. № 2. С. 43.
6. Dhanaraj G., Byrappa K., Prasad V., Dudley M. Handbook of Crystal Growth – Berlin: Springer, 2010.
7. Dixit V. K., Rodrigues B. V., Bhat H. L., Kumar R., Venkataraghavan R., Chandrasekaran K. S., Arora B. M. // Journal of Applied Physics. 2001. Vol. 90. No. 4. P. 1750.
8. Боуэн Д. К., Таннер Б. К. Высокорастворимая рентгеновская дифрактометрия и топография – СПб: Наука, 2002.
9. Godines J. A., Castillo R., Martinez J., Navarro M. E., De Anda F., Canales A., Guzman J., Rios-Jara D. // Journal of Crystal Growth. 1997. Vol. 178. P. 422.
10. Киселева Л. В., Лопухин А. А., Мезин Ю. С., Савостин А. В., Власов П. В., Вяткина О. С. // Прикладная физика. 2015. № 5. С. 84.
11. Capper P. Bulk Growth of Electronic, Optical and Optoelectronic Materials – Chichester: Wiley, 2005.

A mismatching angle analysis for monocrystalline blocks of bulk InSb crystals

A. D. Shabrin, A. E. Goncharov, D. A. Pashkeev, A. V. Lyalikov,
and A. V. Egorov

Orion R&P Association
9 Kosinskaya str., Moscow, 111538, Russia
E-mail: alexey.shabrin@gmail.com

Received May 30, 2017

A model has been created to determine a mismatching angle between reflecting crystallographic planes and the surface of a semiconductor by means of the high-resolution X-ray diffractometry. The model allows minimizing the mechanical hardware mistakes including the positioning and moving mistakes and determining the optimal parameters to place a sample relatively to the grazing radiation to be able to study the quality of crystal structure correctly. It has been shown how to hold an experiment, and a mathematical model has been suggested for processing the achieved results. To find macrodefects in crystal structure including blocks, a mapping of rocking curves parameters has been held using the created model. This has let to definite the boundaries of blocks and their relative orientation in the lateral direction. The results of using the created model have been shown for a sample of bulk crystal InSb grown by the Czochralski method and prepared by means of dynamical and chemical mechanical polishing.

Keywords: X-ray diffractometry, monocrystal, indium antimonide, InSb, blocks, mismatching.

REFERENCES

1. A. Rogalski, Progress in Quantum Electronics **27**, 59 (2003).
2. K. O. Boltar, P. V. Vlasov, A. A. Lopuhin, V. V. Poluneev, and A. A. Ryabova, Usp. Prikl. Fiz. **1** (6), 733 (2013).
3. K. O. Boltar and N. I. Iakovleva, Prikl. Fiz., No. 2, 45 (1999).
4. I. D. Burlakov, K. O. Boltar, P. V. Vlasov, A. A. Lopukhin, A. I. Toropov, K. S. Juravlev, and V. V. Fadeev, Prikl. Fiz., No. 3, 58 (2016).
5. I. D. Burlakov, V. P. Ponomarenko, and A. M. Filachev, Prikl. Fiz., No. 2, 43 (2007).
6. G. Dhanaraj, K. Byrappa, V. Prasad, and M. Dudley, *Handbook of Crystal Growth* (Springer, Berlin, 2010).
7. V. K. Dixit, B. V. Rodrigues, H. L. Bhat, R. Kumar, R. Venkataraghavan, K. S. Chandrasekaran, and B. M. Arora. // Journal of Applied Physics **90**, 1750 (2001).
8. D.K. Bowen, B.K. Tanner, *High Resolution X-Ray Diffractometry and Topography* (Taylor & Francis, London, 1998; Nauka, Moscow, 2002).
9. J.A. Godines, R. Castillo, J. Martinez, M.E. Navarro, F. De Anda, A. Canales, J. Guzman, D. Rios-Jara, Journal of Crystal Growth **178**, 422 (1997).
10. L. V. Kiseleva, A. A. Lopukhin, Yu. S. Mezin, A. V. Savostin, P. V. Vlasov, and O. S. Vyatkina, Prikl. Fiz., No. 5, 84 (2015).
11. P. Capper, *Bulk Growth of Electronic, Optical and Optoelectronic Materials* (Wiley, Chichester, 2005).