

Манаков С.М.

**Исследование морфологии  
эпитаксиальной структуры  
NiSb-GaAs методом  
оптической и атомно-силовой  
микроскопии**

В работе проведено исследование морфологии эпитаксиальных GaAs пленок, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии на монокристаллических интерметаллических подложках антимонида никеля (NiSb). Применение оптической и атомно-силовой микроскопии для контроля качества эпитаксиальных пленок выявило зависимость их морфологии от качества обработки подложки перед процессом эпитаксии. Установлено, что чем более однородная и гладкая поверхность подложки, тем меньше размеры островков на поверхности пленки и ее шероховатость. Показано, что функция распределения характерных размеров островков на поверхности пленок следует нормальному гауссовскому закону. Исследование фотолюминесценции данных пленок подтвердило, что среднее значение и полуширина кривой распределения коррелирует с однородностью структурных образований на поверхности и ее шероховатостью. Чем меньше среднее значение пиков на поверхности пленок и полуширина кривой распределения, тем более совершенной является их структура. Интенсивность фотолюминесценции в таких пленках выше, а полуширина линии уже по сравнению с более неоднородными пленками.

**Ключевые слова:** арсенид галлия, эпитаксиальные пленки, морфология, оптическая и атомно-силовая микроскопия.

Manakov S.M.

**Research of epitaxial structure  
NiSb-GaAs morphology by  
optical and atomic- force  
microscopy**

Study of morphology of epitaxial GaAs films which have been grown up by a method molecular beam epitaxy of an epitaxy on monocrystal intermetallic substrate of nickel antimonide (NiSb) was carried out. By using of optical microscopy and atomic-force microscopy for a quality control of epitaxial films has revealed dependence of their morphology on quality of substrate processing before epitaxial growth. It is found, that the more homogeneous and smooth is film surface, the less dimensions of islets on surfaces of a film and its roughness. It is shown, that the frequency function of the characteristic dimensions of islets on a surface of films follows Gaussian distribution. Analysis of a photoluminescence of the test specimens has confirmed, that the mean value and a distribution curve half-half-width correlate with homogeneity of structural formations on a surface and its roughness. The mean value of peaks on a surface of films and a half- half-width of a distribution curve less, the more perfect is their structure. Intensity of a photoluminescence in such films is, higher and peak half-width is wider in comparison with more nonuniform films.

**Key words:** gallium arsenide, epitaxial films, morphology, optical and atomic- force microscopy.

Манаков С.М.

**Оптикалық және атомдық-күш  
микроскопия әдісімен  
эпитаксиалды NiSb-GaAs  
құрылымдарының  
морфологиясын зерттеу**

Бұл жұмыста молекулярлы-түйінді эпитаксия әдісімен монокристалдық антимонид никелінен (NiSb) жасалған аралас-металдық түптөсемде өсірілген GaAs эпитаксиалды қабыршақтар морфологиясы зерттелді. Эпитаксиалды қабыршақтар сапасын бақылау үшін оптикалық және атомдық-күш микроскопиясын қолдану арқылы эпитаксия процесі алдында олардың морфологиясының түптөсемді өңдеу сапасына тәуелділігі бақыланды. Түптөсем беті біртектірек және тегісірек болса, қабыршақ бетіндегі құрылымдардың өлшемі мен бұдырлығы азырақ болатыны анықталды. Қабыршақ бетінде құрылымдар өлшемдерінің таралуының функциясы гаустық заңына сәйкес екені көрсетіледі. Берілген қабыршақтарының фотолюменесценциясының зерттемесі таралу қисығының жартыұзындығы және орташа мәні бетіндегі құрылымдардың біртекті болуымен және бұдырлығымен қатынасады. Қабыршақ бетінде шыңдардың орташа мәні және таралу қисығының жартыкеңдігі аз болған сайын, олардың структурасы жетілген болады. Мұндай қабыршақтарда фотолюменесценция қарқындылығы жоғары, ал жолдың жартыкеңдігі біртекті емес қабыршақтармен салыстырғанда тар.

**Түйін сөздер:** галлий арсениді, эпитаксиалды қабыршақтар, морфология, оптикалық және атомдық-күш микроскопиясы.

**ИССЛЕДОВАНИЕ  
МОРФОЛОГИИ  
ЭПИТАКСИАЛЬНОЙ  
СТРУКТУРЫ NiSb-GaAs  
МЕТОДОМ  
ОПТИЧЕСКОЙ И  
АТОМНО-СИЛОВОЙ  
МИКРОСКОПИИ**

**Введение**

Контроль структуры исходной монокристаллической подложки и выращенных на них эпитаксиальных пленок является неотъемлемой частью современной технологии изготовления полупроводниковых приборов и интегральных схем [1].

При эпитаксии рост кристалла происходит на поверхности затравочной пластины – подложки, вырезанной из монокристалла и обработанной для получения очень гладкой поверхности. Такие технологические операции, эпитаксия, химико-механическая обработка поверхности структур могут приводить к созданию повышенной плотности дефектов в кристаллах и тонких пленках.

При росте эпитаксиальных слоев соединений, имеющих кристаллическую структуру, совпадающую по типу и параметру решетки с подложкой, в растущем слое послойно воспроизводится правильная кристаллическая структура, зависящая от ориентации плоскости подложки относительно кристаллографических направлений [2]. При рассогласовании параметра решетки растущего материала и предыдущих слоев возникает механическая деформация слоев, которая приводит к росту напряженных слоев, к возникновению островкового роста или к появлению дефектов [3, 4]. Рассогласование параметра решетки является одним из важных факторов, определяющих характер роста слоев, которым можно управлять при помощи подбора состава растущего слоя.

Использование оптической микроскопии для быстрого контроля поверхности полупроводников относится к неразрушающим методам и широко используется при изготовлении полупроводниковых структур [5]. Данным методом можно обнаружить многие жировые, оксидные, механические загрязнения и дефекты роста. Более детальную информацию о морфологии поверхности полупроводниковых пленок можно получить используя метод атомно-силовой микроскопии [6, 7]. В данной работе представлены результаты исследования морфологии пленок арсенида галлия, выращенных на монокристаллических подложках из антимонида никеля.

### Экспериментальная часть

Подложки NiSb для создания гетероэпитаксиальных структур GaAs/NiSb изготавливались из пластин, вырезанных из монокристаллического слитка NiSb с ориентацией (0001), выращенного методом Бриджмена. Такая плоскость обеспечивала рост эпитаксиальной пленки GaAs в направлении (111), при этом рассогласование характерных параметров решеток NiSb и GaAs не превышало 0,4%, в результате чего исключается образование переходной области между подложкой и пленкой. Измерения электропроводности, проведенные на монокристаллах антимонида никеля, показывают, что по электропроводности NiSb более чем на порядок превосходит электропроводность сильнолегированного (до  $10^{19}$  см<sup>-3</sup>) арсенида галлия и составляет  $10^{-4}$ - $10^{-5}$  Ом<sup>-1</sup>см<sup>-1</sup>.

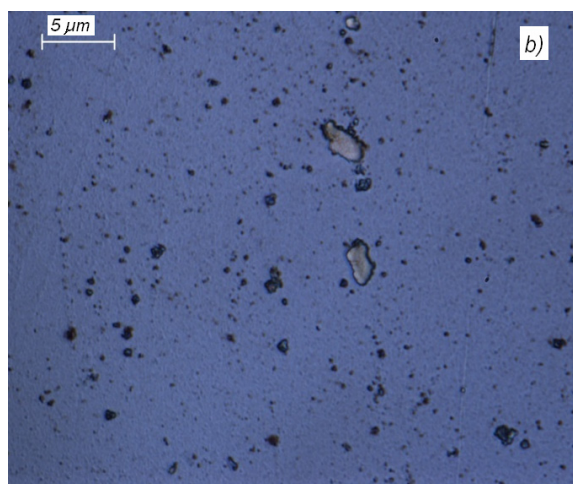
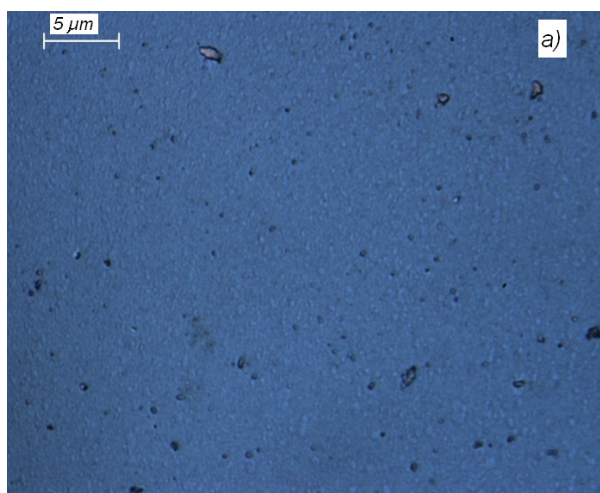
На установке молекулярно пучковой эпитаксии «Эпиарс» выращены эпитаксиальные слои арсенида галлия с кристаллографической ориентацией (111) на подложках из арсенида галлия (111) и на подложках из антимонида никеля (0001). Толщина полученных пленок GaAs составляла ~ 1 мкм. Эпитаксиальные слои арсенида галлия выращивались в режиме стандартных условий роста: предельный вакуум, достигнутый после недельного отжига ростовой камеры в наших условиях, составлял  $-2 \cdot 10^{-10}$  Па. Рабочий вакуум в процессе роста эпитаксиальных слоев  $-1 \cdot 10^{-2}$  или  $1 \cdot 10^{-3}$  Па, в зависимости от скорости напыления мышьяка, давление в камере в про-

цессе роста основном определяется упругостью паров мышьяка в ростовой камере.

### Результаты и обсуждение

Дефекты роста в процессе эпитаксии проявляются в местах расположения на поверхности подложки инородных частиц, в областях ускоренного роста или встречи быстро растущих зародышей, в случае большого пересыщения, когда полупроводник кристаллизуется конгломератами, то есть скоплениями атомов. В процессе роста эти дефекты превращаются в ямки, холмики и поликристаллические участки. Для выявления влияния предэпитаксиальной обработки подложки использовали два типа травителя: HNO<sub>3</sub>+HF и Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH (1:10). На рисунке 1 представлены результаты оптического контроля эпитаксиальной пленки GaAs, выращенной на подложке из NiSb. Снимки получены на оптическом микроскопе Leica DM 6000M, размер метки соответствует 5 мкм.

Как видно из рисунка 1, предварительная обработка поверхности подложки NiSb в полирующем травителе Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH перед процессом осаждения эпитаксиального слоя арсенида галлия способствует получению более однородной поверхности GaAs. Наоборот, обработка подложки в травителе HNO<sub>3</sub>+HF (1:1) сопровождается наличием на поверхности выращенной пленки инородных включений, представляющих, по-видимому, преципитат мышьяка.



**Рисунок 1** – Снимки поверхности эпитаксиальной пленки GaAs, выращенной на подложке NiSb, обработанной в травителе: а) Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH (1:10), б) HNO<sub>3</sub>+HF (1:1). Размер метки соответствует 5 мкм

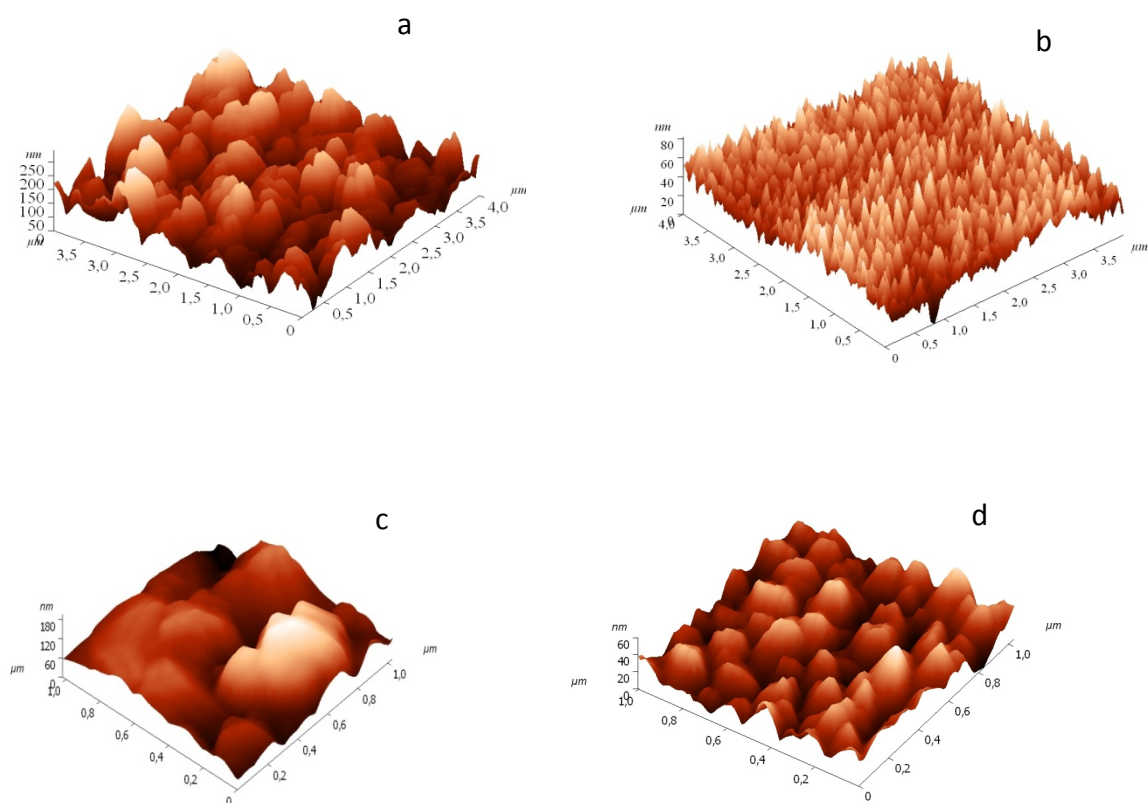
Косвенно это подтверждается результатами работы [8] по выращиванию эпитаксиальных пленок GaAs на разориентированных под углом  $4^\circ$  подложках кремния (100).

Таким образом, контроль качества эпитаксиальных пленок после их осаждения, с помощью оптической микроскопии является достаточно простым и эффективным для того, чтобы обнаружить различие в поверхностном слое пленок, выращенных в различных условиях. Для выяснения природы этих различий необходимо использовать другие, более сложные методы контроля.

Более информативным является метод контроля с использованием атомно-силовой микроскопии. Морфология пленок изучалась с помощью атомного силового микроскопа NT-MDT Ntegra Thermo. Исследование морфологии эпитаксиальных структур с использованием метода атомной силовой микроскопии выявило ее зависимость от морфологии подложки.

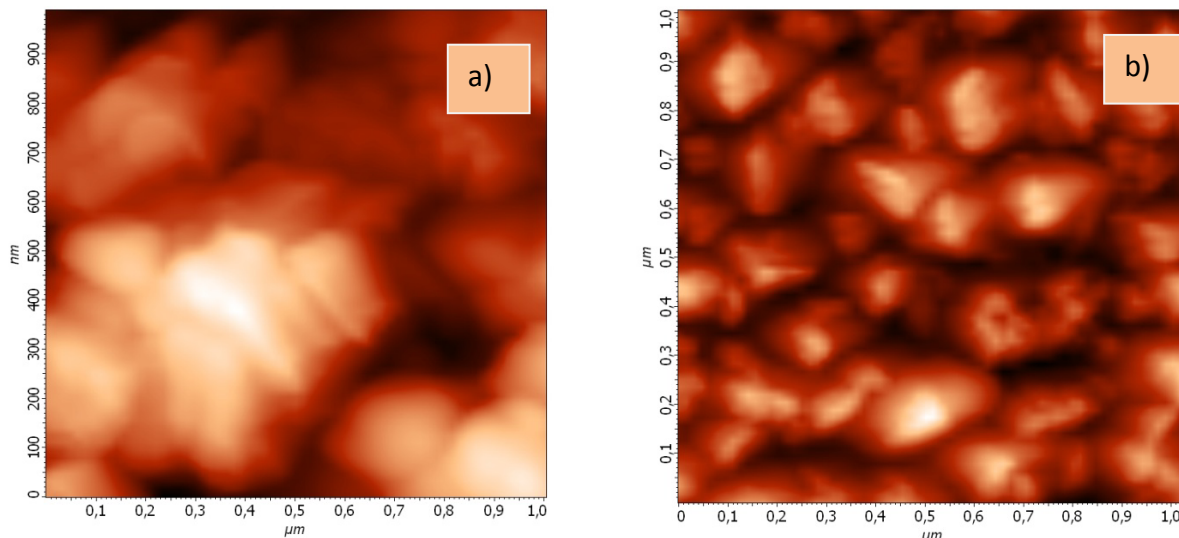
На рисунке 2 представлены 3D, а на рисунке 3 – 2D изображения поверхности эпитаксиальных пленок, выращенных на подложках из антимонида никеля, обработанными различными травителями. Необходимо отметить, что АСМ – снимки NiSb, подвергнутых различной обработке практически идентичны снимкам эпитаксиальных пленок.

Поверхность эпитаксиальных пленок GaAs, выращенных на подложках NiSb, предварительно обработанных в травителе  $\text{HNO}_3+\text{HF}$  (1:1), характеризуется островковой структурой с характерным размером 150-200 нм. Функция распределения высоты профиля для исследуемых пленок (рисунок 4) хорошо аппроксимировалась гауссовской кривой с максимумом на 160 нм. Расчет выполнялся на основе статистической обработки результатов атомно-силовой микроскопии (АСМ) для каждого образца по  $N=65536$  точкам для участков поверхности одинакового размера  $10 \times 10$  мкм.

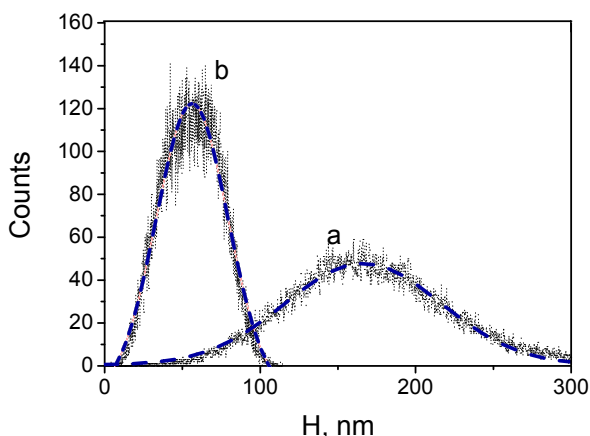


**Рисунок 2** – АСМ снимки поверхности эпитаксиальной пленки GaAs, выращенной на подложке NiSb, обработанной в травителе: а)  $\text{HNO}_3+\text{HF}$  (1:1), б)  $\text{Br}_2+\text{CH}_3\text{COOH}$  (1:10);  
с) и д) – изображения тех же пленок с большим разрешением





**Рисунок 3** – АСМ изображения поверхности эпитаксиальной пленки GaAs, выращенной на подложке NiSb, обработанной в травителе: а) HNO<sub>3</sub>+HF (1:1), б) Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH (1:10)



**Рисунок 4** – Функция распределения высоты профиля эпитаксиальных пленок GaAs, выращенных на подложках NiSb, обработанных в травителе: а) HNO<sub>3</sub>+HF (1:1), б) Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH (1:10). Пунктирными линиями показано разложение кривых на гауссианы

Для эпитаксиальных структур, выращенных на подложках NiSb, предварительно обработанных в травителе Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH (1:10), наблюдалось уменьшение размеров островков в 2-3 раза, а высоты островков в два раза по сравнению с образцами, обработанными в HNO<sub>3</sub>+HF, как показано на рисунке 4.

Меньшая полуширина функции распределения высоты профиля в таких пленках, по сравнению с пленками, полученными на подложках, обработанных в HNO<sub>3</sub>+HF, большую однородность поверхности таких пленок.

Для математической характеристики текстуры поверхности используем среднюю квадратичную шероховатость  $S_q$ , определяемую как:

$$S_q = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (H_i - \hat{H})^2}{N}}, \quad (1)$$

где  $N$  – число измеренных точек,  $\hat{H}$  – средняя высота (нулевой уровень),  $H_i$  – высота  $i$ -той точки.

В результате расчетов установлено, что  $S_q$  зависит от площади исследуемой области, а именно с уменьшением площади средняя квадратичная шероховатость также уменьшалась (рисунок 5). Для всех сканируемых областей  $S_q$  пленок GaAs, выращенных на подложках, обработанных в смеси азотной и плавиковой кислот (образец 1), превышает  $S_q$  для пленок, выращенных на подложках, обработанных в Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH (1:10) (образец 2).

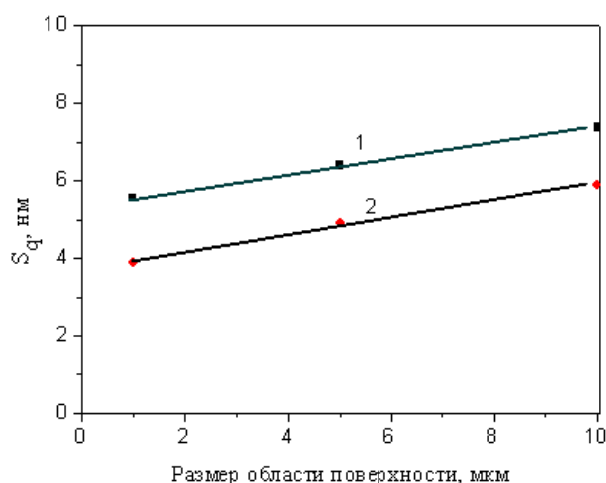
Так для области сканирования 1×1 мкм  $S_q=3,9$  нм для подложек, выращенных с использованием полирующего травителя, и  $S_q=5,5$  нм для подложек, выращенных с использованием кислотного травителя.

Влияние морфологии на физические свойства эпитаксиальных пленок GaAs оценивалось из спектров фотолюминесценции, измеренных при комнатной температуре с использованием спектрометра NT-MDT Ntegra Spectra. При возбуждении лазером мощностью 20 мВт на длине волны 477 нм диаметр лазерного пятна на образце составлял около 2 мкм.

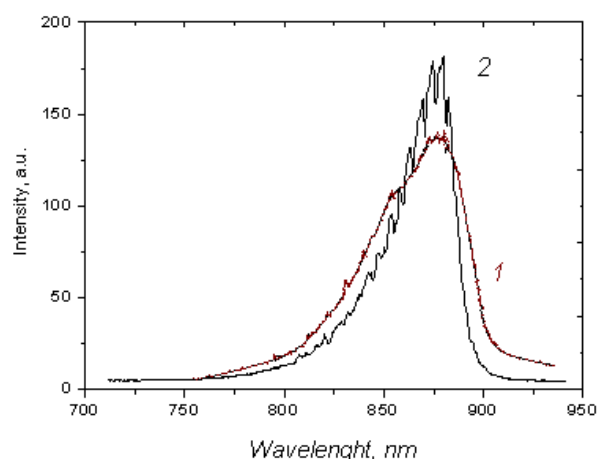
На рисунке 6 представлены спектры фотолюминесценции исследуемых образцов 1 и 2, характеризующихся различной морфологией поверхности. Оба образца характеризуются максимумом на 880 нм, но интенсивность пика для образца 2, имеющего большую шероховатость поверхности и большую неоднородность меньше, чем для образца 1, а полуширина линии на 20% больше. Это свидетельствует о большей концентрации дефектов в образце 2. Таким образом, морфология подложки определяет не только морфологию эпитаксиальной пленки, но и ее излучательные свойства. Чем более однородная и гладкая поверхность пленки, тем меньше она содержит дефектов, имеет более совершенную структуру и лучшие физические свойства.

### Заключение

В результате исследования эпитаксиальных пленок GaAs, выращенной на подложках NiSb, установлено, что предэпитаксиальная обработка подложек и морфология поверхности подложек существенно влияет на морфологию выращенных пленок. Использование оптической и атомно-силовой микроскопии выявило различие в структуре поверхности эпитаксиальных пленок. Функция распределения высоты островков на поверхности пленок подчиняется распределению Гаусса. Исследование спектров фотолюминесценции данных пленок подтвердило, что среднее значение и полуширина кривой распределения характерных размеров коррелирует с однородностью структурных образований на поверхности и ее шероховатостью. Чем меньше среднее значение пиков на поверхности пленок и полуширина кривой распределения, тем более совершенной является их структура.



**Рисунок 5** – Результаты измерения среднеквадратичной шероховатости эпитаксиальных пленок GaAs, выращенной на подложке NiSb, обработанной в травителе: 1) HNO<sub>3</sub>+HF (1:1), 2) Br<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>COOH (1:10)



**Рисунок 6** – Спектры фотолюминесценции образцов 1 и 2, измеренные при комнатной температуре

### References

- 1 Aspnes D.E., Dietz N., Rossov U., Bachmann K.J. Multilevel approaches toward monitoring and control of semiconductor epitaxy // *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* – 1997. Vol. 448. – P. 451-462.
- 2 Hudait M.K., Zhu Y., Jain N., Hunter J.L. Structural, morphological, and band alignment properties of GaAs/Ge/GaAs heterostructures on (100), (110), and (111)A GaAs substrates // *J. Vac. Sci. Technol. B.* - 2013. – Vol. 31, No. 1. – P.1206-1215.
- 3 Shi Y., Guo H., Ni H., Xue C., Niu Z., Tang J., Liu J., Zhang W., He J., Li M., Yu Y. Optimization of the GaAs-on-Si Substrate for Microelectromechanical Systems (MEMS) Sensor // *Application. Materials.* – 2012. – № 5.- P. 2917-2926.
- 4 Cederberg J.G., Leonhardt D., Sheng J., Li Q., Carroll M.S., Han, S. GaAs/Si epitaxial integration utilizing a two-step, selectively grown Ge intermediate layer // *J. Cryst. Growth.* - 2010. № 312. – P.1291-1296.
- 5 Cemine V.J., Buenaobra B., Blanca C.M., Saloma C. High-contrast microscopy of semiconductor and metal sites in integrated circuits by detection of optical feedback // *Optics Letters.* – 2004. – Vol. 29, No 21. – P. 2479-2481.
- 6 John DiNardo N. Nanoscale characterization of surfaces and interfaces // John Wiley & Sons. – 1994. – P.173.
- 7 Manakov S.M., Taurbayev T.I. Morphology and Structural Properties of a-Si:H and a-SiC:H Films Controlled in Nanoscale // *J. Nanoelectron. Optoelectron.* – 2012. Vol. 7. – P. 619-622.
- 8 Wong C.G., Benett N.S., McNally P.J., Galina B., Tejedor P., Benedicto M., Molina-Aldareguia J.M., Monaghan S., Yurley P.K., Cherkaoui K. Multi-Technique Characterisation of MOVPE-Grown GaAs on Si // *Microelectr. Engineering.* – 2010. – № 88.- P. 472-479.