

PRACE ITME

INSTYTUT
TECHNOLOGII
MATERIAŁÓW
ELEKTRONICZNYCH

**BADANIE DOSKONAŁOŚCI
STRUKTURY MONOKRYSTAŁÓW
GaAs O OBNIŻONEJ GĘSTOŚCI
DYSLOKACJI**

**INSTYTUT TECHNOLOGII
MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH**

**Marta PAWŁOWSKA
Krystyna MAZUR
Wojciech WIERZCHOWSKI
Irena DĄBROWSKA
Ewa KULESZA
Andrzej GŁADKI**

**BADANIE DOSKONAŁOŚCI
STRUKTURY MONOKRYSTAŁÓW GaAs
O OBNIŻONEJ GĘSTOŚCI DYSLOKACJI**

Redaktor naczelny **PRAC ITME**: doc. dr hab. inż. **WIESŁAW MARCINIAK**
Redaktor zeszytu: dr inż. **ŁUKASZ KACZYŃSKI**
Sekretarz redakcji: mgr **ELEONORA JABRZEMSKA**

Adres redakcji:

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

PL ISSN 0209-0066

Od redakcji:

Dla wygody czytelnika w pracy omówiono łącznie zastosowane metody badawcze. Mgr Marta Pawłowska opracowała część tekstu dotyczącą badań metodami elektronowej mikroskopii skaningowej i selektywnego trawienia chemicznego (przy współudziale mgr Ireny Dąbrowskiej, inż. Ewy Kuleszy i mgr Andrzeja Gładkiego), a mgr Krystyna Mazur opracowała część tekstu dotyczącą topografii rentgenowskiej (przy współudziale dr Wojciecha Wierzchowskiego). Przedstawione w pracy wyniki dotyczą badań prowadzonych w latach 1988 — 1989 w Zakładzie Badań Strukturalnych na arsenku galu wykonanym w Zakładzie Technologii Związków Półprzewodnikowych ITME.

M. PAWŁOWSKA, K. MAZUR, W. WIERZCHOWSKI, I. DĄBROWSKA, E. KULESZA, A. GŁADKI:

"Badanie doskonałości struktury monokryształów GaAs o obniżonej gęstości dyslokacji".

Przedstawiono wyniki badań doskonałości struktury monokryształów GaAs o obniżonej gęstości dyslokacji otrzymanych metodą horyzontalną Bridgmana.

Zastosowano metodę obserwacji mikroskopowych po selektywnym trawieniu chemicznym, metodę obserwacji obrazów katodoluminescencyjnych w skaningowym mikroskopie elektro-nowym oraz metody rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej (metodę spektrometru dwu-krystalicznego, metodę Langa, metodę Berga-Barreta). Oceniono, że w tego rodzaju monokryształach oprócz małej liczby dyslokacji mogą występować inne zakłócenia doskonałości struktury i jednorodności w postaci mikrowydzieleń oraz pasm segregacyjnych.

M. PAWŁOWSKA, K. MAZUR, W. WIERZCHOWSKI, I. DĄBROWSKA, E. KULESZA, A. GŁADKI:

"The investigation of low dislocation GaAs single crystals perfection".

The lattice perfection of GaAs single crystals, with low dislocation density, obtained by horizontal Bridgman method, was studied by the following methods:

- optical microscope observations of the wafer surface after the selective chemical etching,
- analysis of the cathodoluminescent images taken by means of the scanning electron microscope,
- X-ray topography (double crystals spectrometer's method, Lang's method, Berg-Barrett's method).

It was found, that in the GaAs single crystals with low dislocation density, the lattice perfection is perturbed by the microprecipitates and striations.

М. ПАВЛОВСКА, К. МАЗУР, В. ВЕРХОВСКИ, И. ДОМБРОВСКА, Е. КУЛЕША, А. ГЛАДКИ: "Исследование структурного совершенства низкодислокационных монокристаллов GaAs".

В работе представлены результаты исследования структурного совершенства монокристаллов GaAs с низкой плотностью дислокации. Кристаллы были получены по горизонтальному методу Бриджмена. Структурные исследования были проведены с помощью следующих методов:

- микроскопические наблюдения после селективного химического травления,
- катодолуминесцентные изображения поверхности при использовании растрового электронного микроскопа,
- рентгеновская топография /метод двухкристального спектрометра, метод Ланга, метод Берга-Баррета/.

Обнаружено, что в низкодислокационных монокристаллах GaAs наблюдаются структурные несовершенства в форме микропреципитатов и полос роста.

WPROWADZENIE

Problem konieczności opracowania techniki otrzymywania nisko dyslokacyjnych monokryształów GaAs pojawił się wraz z rozwojem systemów komunikacji optycznej i mikrofalowej. Niezależnie od postępu w technologii epitaksjalnego wzrostu i technologii wytwarzania przyrządów, podwyższenie niezawodności i poprawa funkcjonowania półprzewodnikowych laserów, diod emitujących światło, tranzystorów z efektem polowym w dużym stopniu zależy od poprawienia doskonałości strukturalnej monokryształów stosowanych na podłoża. Jednym z najczęściej używanych monokryształów podłożowych jest GaAs. W skali przemysłowej są stosowane głównie dwie metody otrzymywania monokryształów GaAs: horyzontalna metoda Bridgmana oraz metoda Czochralskiego z hermetyzacją cieczową. Analiza przyczyn generacji dyslokacji w procesie monokrysztalizacji wskazuje, że głównym ich źródłem są wysokie gradienty naprężeń termicznych powstających przy froncie krystalizacji. Prace technologów zmierzają w kierunku obniżenia gradientów naprężeń termicznych we wzrastających monokryształach. Drugim sposobem obniżenia gęstości dyslokacji jest tzw. blokowanie ruchu dyslokacji przez wprowadzenie dużej koncentracji domieszki o określonym typie lub o właściwościach izoelektrycznych. Jednakże w tej metodzie przy przekroczeniu granicy rozpuszczalności pojawia się niebezpieczeństwo generacji innych defektów strukturalnych - mikrowydzieleń.

Pracom technologów nad obniżeniem gęstości defektów strukturalnych towarzyszą badania doskonałości strukturalnej otrzymywanych monokryształów. Istnieją trzy podstawowe, wzajemnie uzupełniające się grupy metod ujawniania oraz określania cech krystalograficznych defektów strukturalnych w monokryształach:

- a) obserwacje mikroskopowe po selektywnym trawieniu chemicznym
 - najprostsza i najczęściej stosowana metoda ujawniania i określania gęstości dyslokacji; można ją stosować do ujawniania rozkładu defektów na różnych przekrojach monokryształów będących niskowskaźnikowymi płaszczyznami krystalograficznymi $\{111\}$ $\{00\}$ $\{110\}$, nie daje jednakże jednoznacznej informacji o mikrodefektach mających wymiary $1 \mu\text{m}$ oraz zastosowana samodzielnie nie pozwala na określanie cech krystalograficznych obserwowanych defektów;
- b) metody rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej
 - pozwalają na uwidocznienie rozkładu dyslokacji i określenie ich cech krystalograficznych oraz mikrodefektów dających pole naprężeń w sieci krystalicznej; są to metody nieniszczące, w połączeniu z metodą mikroskopowych obrazów po selektywnym trawieniu chemicznym ułatwiają jednoznaczną interpretację ujawnionych defektów;

c) metody mikroskopii elektronowej

- przy wykorzystaniu efektów ugięcia wiązki elektronów w obszarach zdeformowanej sieci monokryształu pozwalają ujawniać i określać cechy krystalograficzne dyslokacji oraz innych mikrodefektów, których nie są w stanie określić wyżej wymienione metody (np. mikrodefekty o wymiarach $1 \mu\text{m}$);
- przy wykorzystaniu efektów oddziaływania wysokoenergetycznej wiązki elektronów z siecią kryształu półprzewodnika w postaci obrazów luminescencji pozwalają na ujawnianie rozkładów dyslokacji, mikrowdzieliń, pasm niejednorodnego rozkładu domieszki; nie dają informacji o parametrach krystalograficznych ujawnianych defektów.

Żadna z metod zastosowana samodzielnie nie daje pełnego obrazu doskonałości struktury analizowanego monokryształu ze względu na ograniczenia zdolności rozdzielczej oraz wielkości obszarów dostępnych do badań. Dlatego w praktycznych zastosowaniach, aby uzyskać więcej uzupełniających się informacji o defektach strukturalnych, wykonuje się badania kilkoma metodami w miarę możliwości na sąsiadujących lub tych samych płytkach.

W opublikowanych w literaturze pracach uwzględniających badania doskonałości strukturalnej monokryształów o niskiej gęstości dyslokacji zwraca się szczególną uwagę na problemy technologiczne otrzymywania takich monokryształów, ponieważ są one istotnym źródłem defektów strukturalnych.

W pracy Suzuki i innych [1] przedstawiono wyniki prac doprowadzających do otrzymywania tzw. bezdyslokacyjnych monokryształów GaAs o dużych średnicach. Autorzy wybrali do udoskonalenia metodę Bridgmana, ponieważ kryształy wzrastają w korzystniejszym rozkładzie gradientu temperatury w stosunku do metody Czochralskiego i uzyskuje się o rząd niższą gęstość dyslokacji. W metodzie Bridgmana, gdzie proces monokryształizacji przebiega w układzie zamkniętym w łożdce kwarcowej, istnieje jednakże korzystny dla generacji dyslokacji efekt "przylepiania" spowodowany istnieniem naprężeń, których źródłem jest różnica we współczynnikach rozszerzalności termicznej kwarcu i GaAs; efekt ten zwiększa się przy wyższych koncentracjach domieszki.

Osiągnięciem autorów było wprowadzenie, do dwustrefowego pod względem temperatury procesu wzrostu, strefy o pośredniej temperaturze, co pozwoliło na uniknięcie efektu "przylepiania". Doskonałość strukturalną oceniano z obrazów na płaszczyznach (100) po selektywnym trawieniu chemicznym w roztopionym KOH. Otrzymano powierzchnię płytek $\sim 15 \text{ cm}^2$, które tylko miejscami przy brzegu miały dyslokacje. Przy monokryształach o większych średnicach powstaje duża różnica temperatury między środkową i zewnętrzną częścią kryształu i mogą powstać tzw. ścieżki dyslokacyjne. Duże bezdyslokacyjne obszary otrzymywano tylko po wprowadzeniu domieszki Si o koncentracji $> 1 \times 10^{18} \text{ at. cm}^{-3}$. Przy niższych koncentracjach domieszki Si obserwowano obniżanie się gęstości dyslokacji w miarę wzrostu koncentracji.

Autorzy uważają, że poprawianie doskonałości struktury monokryształów przez wprowadzenie dużej ilości domieszki zachodzi dzięki temu, że wzrasta energia wiązania w sieci podstawionego atomu domieszki w stosunku do atomu macierzystego i dyslokacjom jest trudniej przemieszczać się w kryształach. Autorzy sugerują, że powinny być

policzone energie wiązania dla atomów różnych domieszek i mogłyby one być wskaźnikiem przy wyborze w celu otrzymania kryształów bezdyslokacyjnych. W pracy dokonano również optymalizacji procesu studzenia doprowadzając do uzyskania płaskiego frontu krystalizacji, co również wpłynęło korzystnie na doskonałość strukturalną otrzymywanych monokryształów.

Interesujące wyniki uzyskali w swej pracy Chu, Darby Booker [2] przy badaniu defektów strukturalnych w GaAs domieszkowanym Fe oraz GaAs domieszkowanym Si. Zastosowano obserwacje w transmisyjnym mikroskopie elektronowym oraz badania katodoluminescencyjne w skaningowym mikroskopie elektronowym. Umożliwiło to autorom określenie cech krystalograficznych mikrodefektów obserwowanych na obrazach katodoluminescencyjnych tj. w powiązaniu z ich aktywnością rekombinacyjną. Badano następujące monokryształy:

a) otrzymane metodą Bridgmana domieszkowane Te w przedziale koncentracji

$$8 \times 10^{17} \div 5 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3},$$

b) otrzymane metodą Bridgmana z wędrującym gradientem domieszkowane Te w przedziale

$$\text{koncentracji } 9 \times 10^{16} \div 4 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3},$$

c) otrzymane metodą Bridgmana domieszkowane Si w przedziale koncentracji

$$1 \times 10^{18} \div 5 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}.$$

Górne granice poziomów domieszkowania przekraczały granicę rozpuszczalności domieszki. Głównym przedmiotem zainteresowania autorów były mikrowydzielenia tworzące się przy wzroście poziomu domieszkowania zarówno przy dyslokacjach, jak i w oddaleniu od nich. Określano intensywność tła (obszary poza defektami) w funkcji koncentracji domieszki. Określono, że dla GaAs:Te obserwuje się maksimum intensywności katodoluminescencji przy koncentracji $\sim 2 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$, dla GaAs:Si obserwowano defekty o zróżnicowanym zasięgu obniżenia wydajności rekombinacji promienistej. W monokryształach domieszkowanych Si na obrazach katodoluminescencji obserwowano jeden typ defektów występujących z gęstością $\sim 5 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$, defekty te miały średnicę $\sim 3 \mu\text{m}$. Analiza obrazów w transmisyjnym mikroskopie elektronowym dla poszczególnych zakresów domieszkowania ujawniła, że w przypadku domieszkowania Te, w obydwu modyfikacjach metody Bridgmana, do poziomu domieszkowania $\sim 1 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ oprócz dyslokacji w tle nie obserwowano innych defektów; przy koncentracji atomów domieszki $> 3 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ obserwowano w tle wzrastającą liczbę pętli dyslokacyjnych o wielkości około 500 \AA . Ponadto dużym defektom (które były dyslokacjami) dla wszystkich zakresów domieszkowania towarzyszyły gęste układy pętli dyslokacyjnych z błędem ułożenia. Przybliżony wymiar dużych defektów wynosił $5 \div 10 \mu\text{m}$, poszczególne pętle miały wymiary $\sim 0,5 \mu\text{m}$. Przy koncentracjach domieszki $> 4 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ w otoczeniu dużych defektów obserwowano obszary zubożone w pętle dyslokacyjne. Małe defekty widoczne w obrazach katodoluminescencyjnych okazały się być skupiskami pętli dyslokacyjnych z błędem ułożenia; średnia wielkość defektów wynosiła $2 \div 3 \mu\text{m}$, poszczególne pętle miały wymiary $\sim 0,5 \mu\text{m}$. Przy wyższych koncentracjach domieszki skupiska te podobnie jak dyslokacje były otoczone strefą zubożoną w małe pętle dyslokacyjne występujące w tle.

W monokryształach domieszkowanych Si obserwowano tylko dyslokacje, a przy koncentracji domieszki $> 3,5 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ obserwowano również małe pętli dyslokacyjne występujące w tle.

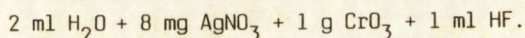
Autorzy wyciągnęli wnioski, że obniżenie intensywności katodoluminescencji tła powyżej pewnej krytycznej wartości koncentracji domieszki jest związane z powstawaniem małych pętli dyslokacyjnych oddziałujących jako centra rekombinacji niepromienistej.

Zmiany intensywności promieniowania katodoluminescencji w okolicy innych defektów są związane z rozkładem dyslokacji i pętli dyslokacyjnych. Różnice w uzyskiwanych obrazach przy domieszkowaniu Te i Si wskazują, że atomy Te łatwiej tworzą w sieci GaAs wydzielenia niż atomy Si, prawdopodobnie ze względu na ich dużo większe atomowe niedopasowanie w sieci GaAs.

Jako przykład wyników badań wykonywanych w ITME, uzyskiwanych za pomocą metody katodoluminescencji, można przytoczyć wyniki uzyskane podczas badania monokryształów GaAs domieszkowanych $\text{Te} \sim 1 \times 10^{18} \text{ at. cm}^{-3}$, otrzymywanych metodą Czochralskiego z hermetyzacją cieczową i stosowanych na podłoża do warstw heteroepitaksjalnych $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ ($x=0,4$) [3]. Uzyskiwano obrazy rozkładu dyslokacji, mikrowydzień, segregacji domieszki a także zmiany w obrazach tych defektów po obróce termicznej, jaką przechodzą monokryształy GaAs w procesie epitaksjalnego wzrostu warstw.

Najprostszą i powszechnie stosowaną metodą kontroli gęstości defektów strukturalnych jest metoda obserwacji mikroskopowych po selektywnym trawieniu chemicznym. Roztwory chemiczne selektywnie oddziałujące ze zdeformowanymi obszarami w sieci monokryształu różnie reagują w zależności od składu mieszanki i od parametrów fizycznych monokryształu (rodzaj i koncentracja domieszki, symetria płaszczyzny kryystalograficznej). Podsumowanie podstawowych cech obrazów trawienia w GaAs przedstawiono w pracy Takahasi [4].

Autor zestawił cechy obrazów trawienia uzyskiwanych przy stosowaniu mieszaniny 5 cz.obj. H_2SO_4 + 10 cz.obj. H_2O_2 + 10 cz.obj. H_2O oraz tzw. roztworu AB (wg Abrachamsa, Buiocchi) [5]:



Autor określił wielkość i głębokość figur trawienia w funkcji koncentracji domieszki Te, Si, Sn, Se, S, Zn i Cd oraz scharakteryzował obrazy figur trawienia na płaszczyznach kryystalograficznych o wysokiej symetrii $\{111\}$ Ga, $\{100\}$ As i $\{100\}$. Czytelność uzyskiwanych figur trawienia bardzo zależy od powyższych czynników.

Obrazy figur trawienia odpowiadających dyslokacjom ujawniane na płaszczyznach $\{111\}$ Ga i $\{111\}$ As są podobne przy stosowaniu obydwu roztworów i mają kształt stożkowych jamek. Na płaszczyznach $\{100\}$ uzyskiwano figury trawienia związane z defektami strukturalnymi tylko po zastosowaniu roztworu AB. Dyslokacjom odpowiadają liniowe figury trawienia. Ich obraz zależy od kąta przecięcia się dyslokacji z powierzchnią obserwacji oraz w znacznym stopniu od rodzaju i koncentracji domieszki.

Szczegółową analizę problemów związanych z trawieniem i charakterystyką defektów w GaAs jako materiale podłożowym przedstawiono w pracy Stirlanda i Straughana [6]. Autorzy zwrócili uwagę na praktyczne aspekty trawienia GaAs włącznie z problemami przygotowania powierzchni do zastosowania selektywnego trawienia oraz na praktyczne

przykłady procedury trawienia i interpretacji wyników. Badali monokryształy podłożowe domieszkowane różnymi pierwiastkami: Te, Si, Se i Cr.

Omówiono najczęściej stosowane roztwory:

a) 3 cz.obj. H_2SO_4 + 1 cz.obj. H_2O + 1 cz.obj. H_2O_2

- trawienie wykonuje się przeważnie w temperaturze pokojowej; roztwór ujawnia dyslokacje na płaszczyźnie $\{111\}$ Ga, poleruje płaszczyzny $\{111\}$ As, $\{100\}$ i $\{110\}$;

b) 0,0024 M roztwór $AgNO_3$ w (3 cz.obj. HNO_3 + 2 cz.obj. HF + 5 cz.obj. H_2O)

- warunki trawienia: 60°C, kilka minut; ujawnia trójścienne jamki trawienia na płaszczyźnie $\{111\}$ As i stożkowe na płaszczyźnie $\{111\}$ Ga;

c) tzw. AB: 8 mg $AgNO_3$ + 2 ml H_2O + 1g CrO_3 + 1 ml HF

- warunki trawienia: 25 + 60°C, do kilkunastu minut; ujawnia defekty strukturalne na wszystkich niskowskaźnikowych płaszczyznach krystalograficznych, daje zróżnicowany obraz trawienia dla dyslokacji i mikrodefektów na płaszczyznach $\{100\}$; figury trawienia odpowiadające dyslokacjom mają kształt linii z ostrym zakończeniem na jednym końcu i rozmywającym się obrazem na drugim, długość i kształt liniowych figur trawienia zależy od kąta usytuowania dyslokacji w stosunku do płaszczyzny obserwacji, obrazy dyslokacji w dużym stopniu zależą od rodzaju i koncentracji domieszki, czasami liniowym figurom trawienia towarzyszą małe okrągłe jamki (prawdopodobnie jest to obraz dyslokacji dekorowanej przez domieszkę); roztwór ujawnia również obraz segregacji domieszki;

d) roztopiony KOH

- warunki trawienia: 300 + 350°C, kilka do 30 min; stosowany powszechnie do ujawnienia i określania gęstości dyslokacji na płaszczyznach $\{100\}$, jamki trawienia mają określony piramidalny kształt, najbardziej jednoznaczny do określania gęstości dyslokacji; nie daje informacji o innych mikrodefektach.

H. Lessoff i R. Gorman [7] proponują do jednoznacznego ujawniania dyslokacji stosowanie nie samego roztopionego KOH, lecz mieszaniny 50% KOH + 50% NaOH. Proces trawienia wykonuje się również w wysokiej temperaturze 350°C, czas trawienia wynosi 15 + 60 minut. Zaletą tego roztworu jest możliwość wielokrotnego używania do trawienia oraz uniknięcie pęknięcia płytek przy wyjmowaniu z roztworu po zakończeniu trawienia.

Wśród publikacji istnieje grupa prac z ośrodka badawczego w Holandii - J.L. Weyher, J. Van De Ven i inni [8, 9, 10] - preferujących do ujawniania mikrostruktury GaAs trawienie w wodnych roztworach CrO_3 - HF z zastosowaniem oświetlenia trawionej powierzchni światłem laserowym lub lampą halogenową. Technika ta jest czuła na niejednorodności rozkładu elektrycznie aktywnych centrów (zanieczyszczenia, domieszki, defekty punktowe) Ogólnie szybkość trawienia wzrasta przy zastosowaniu oświetlenia. W obszarze defektów z powodu deformacji sieci istnieje przyspieszona rekombinacja nośników prądu wytworzonych światłem laserowym lub światłem lampy halogenowej. W wyniku tego efekt oświetlenia jest lokalnie obniżony; w tych obszarach zmniejsza się szybkość trawienia, dając

figury trawienia o chechach wzniesień. Stosowano roztwór o następującym składzie:
1 cz.obj. 2,3 M HF + 5 cz.obj. 1,8 M CrO₃ + 6 cz.obj. H₂O
Czas trawienia wynosił kilka minut.

METODYKA BADAŃ

Na podstawie wyników badań przedstawionych w literaturze oraz wyników badań własnych wykonywanych w ITME, do oceny doskonałości strukturalnej monokryształów GaAs o gęstości dyslokacji $< 10^3 \text{ cm}^{-2}$ stosowano następujące uzupełniające się metody:

1. W zakresie selektywnego trawienia chemicznego stosowano dwa rodzaje trawienia
 - tzw. subtelne trawienie chemiczne ujawniające oprócz dyslokacji inne mikrodefekty i niejednorodności (segregacja domieszki, mikrowydzielenia, ujawniany obraz dyslokacji nie pozwalają na obliczenie ich gęstości),
 - trawienie chemiczne ujawniające dyslokacje w postaci umożliwiającej jednoznaczne ich policzenie - wyraźne jamki trawienia w miejscu przecięcia dyslokacji z powierzchnią obserwacji; inne cechy mikrostruktury są niestety niewidoczne.

Subtelne trawienie chemiczne wykonywano posługując się dwoma podobnie działającymi roztworami, tzw. roztworem AB oraz wodnym roztworem kwasów chromowego i fluorowodorowego:

- roztwór AB o składzie 8 mg AgNO₃ + 2 ml H₂O + 1 g CrO₃ + 1 ml HF; temperatura trawienia 60°C, czas trawienia 5 ÷ 10 min, usuwano warstwę o grubości 20 ÷ 30 μm,
- wodny roztwór CrO₃ - HF o składzie 1 cz.obj. 2,3 M HF + 5 cz.obj. 1,8 M CrO₃ + 6 cz.obj. H₂O; temperatura trawienia pokojowa, czas trwania 2 ÷ 3 min, usuwano warstwę o grubości 3 ÷ 5 μm, powierzchnię trawioną oświetlono lampą halogenową o mocy 320 mW/cm².

Do obserwacji mikroskopowych ujawnionej mikrostruktury stosowano mikroskop optyczny z kontrastem Nomarskiego.

Do trawienia ujawniającego obraz umożliwiający policzenie dyslokacji stosowano również dwa roztwory dające równorzędne wyniki:

- roztopiony KOH, temperatura trawienia 380 ÷ 400°C, czas trawienia 5 ÷ 7 min,
- w mieszaninie KOH + NaOH, temperatura trawienia 350 ÷ 400°C, czas trawienia 10 ÷ 15 min.

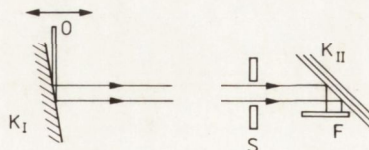
Trawienia wykonywano w piecu grzonym oporowo w tyglu niklowym.

Obserwacje dyslokacyjnych jamek trawienia wykonywano zwykłym mikroskopem optycznym bez podwyższonego kontrastu.

2. W zakresie badań metodą katodoluminescencji SEM CL obserwowano integralne obrazy CL w mikroskopie skaningowym typu ISM-2 z fotopowielaczem o katodzie S1 bez dodatkowego układu zbierającego promieniowanie katodoluminescencyjne.
3. W zakresie badań rentgenograficznych stosowano następujące metody:
 - metodę spektrometru dwukrystalicznego,
 - metodę Langa,
 - metodę Berga-Barretta.

W przypadku topografii realizowanej na spektrometrze dwukrystalicznym rozbieżność wiązki jest porównywalna lub nawet istotnie mniejsza od szerokości krzywych odbicia (schemat metody przedstawiono na rys. 1).

Rys. 1. Schemat metody spektrometru dwukrystalicznego
 0 - ognisko lampy podlegające ruchowi translacyjnemu, K_I - kryształ monochromator, K_{II} - kryształ badany, S - szczeliny, F - klisza



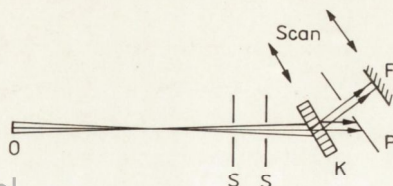
Dlatego metoda topografii dwukrystalicznej pozwala nie tylko na uzyskanie informacji o dyslokacyjnej strukturze kryształu i innych indywidualnych defektach, ale zapewnia unikalne możliwości wykrywania niewielkich nawet deformacji sieci.

Należy zaznaczyć, że nazwę "metoda spektrometru dwukrystalicznego" stosuje się do topografii realizowanej w tzw. układzie równoległym, gdy płaszczyzny odbijające dwu kryształów są równoległe. Układy o dużym odstępstwie od równoległości dają wyniki zbliżone do uzyskiwanych metodą Berga-Barretta. Większość badań na spektrometrze dwukrystalicznym wykonano w układzie z silnie asymetrycznym odbiciem na pierwszym kryształ (rys. 1). Początkowo jako monochromator stosowano kryształ Si z asymetrycznym refleksem 440, później kryształ GaAs z asymetrycznym refleksem 531. Układy tego typu zostały zaproponowane przez Renningera [11, 12] dla uzyskania lepszej kolimacji wiązki padającej na badany kryształ. Uzyskuje się w ten sposób zwiększoną czułość, a przy punktowym ognisku również możliwość separacji składowej.

Wiązka padająca na badany kryształ może być z dużym przybliżeniem traktowana jako fala płaska. Do badań zastosowano spektrometr o konstrukcji zbliżonej do opracowanej przez Bubakową [13, 14]. W spektrometrze tym wykorzystuje się teodolity WILD T 3A zapewniające ustawienie i odczyt kątów z dokładnością 0,1". Istotną cechą wykorzystywanego układu była możliwość ruchu translacyjnego lampy rentgenowskiej (o ognisku punktowym 0,4x0,4 mm²).

W funkcji wyłączzonego lub włączonego ruchu translacyjnego było możliwe uzyskiwanie odpowiednio małych pól przy dużej zdolności rozdzielczej lub dużych pól przy nieco gorszej. Do badań stosowano promieniowanie $Cu_{K\alpha}$.

Rys. 2. Schemat metody Langa
 0 - ognisko lampy rentgenowskiej,
 S' - szczeliny, K - kryształ badany,
 P - przesłona, F - klisza



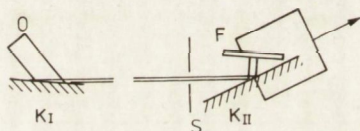
Metoda Langa (schemat przedstawiono na rys. 2) jest jedną z najbardziej popularnych i szeroko stosowanych metod rentgenowskiej topografii transmisyjnej. Jest ona czuła zarówno na kontrast ekstynkcyjny, jak i orientacyjny. Czułość na zmiany orientacji sięga 5×10^{-4} rad.

Dużą zaletą tej metody jest możliwość uzyskania informacji dotyczącej zarówno rodzaju defektów strukturalnych, jak i ich rozkładu w całej objętości badanej próbki. Odwzorowanie topograficzne uzyskuje się przez zastosowanie jednoczesnego ruchu skaningowego kryształu i filmu przy nieruchomej wiązce. Bardzo ważne jest tu zapewnienie ciągłego płynnego jednostajnego przesuwu, tak aby żadne fragmenty nie były eksponowane (naświetlane) ani dłużej ani krócej od innych, ponieważ spowodowałoby to powstanie pionowych prążków w obrazie topograficznym.

Inną trudność stanowią wygięcia badanych próbek. W metodach rentgenograficznych dyfrakcja promieni X następuje dla odpowiednich płaszczyzn krystalograficznych pod ściśle określonym kątem. Podczas skaningu próbki trzeba zadbać o to, by odpowiednia płaszczyzna krystalograficzna była stale ustawiona pod odpowiednim kątem w stosunku do padającej wiązki promieni X.

Wymaga to, dla wygiętych płytek, stałej korekty ustawienia badanego kryształu.

Zastosowano kamerę Langa LGL-3 firmy Rigaku-Denki wyposażoną w odpowiedni mechanizm korekcyjny, który pozwala na badanie płytek o średnicy do 10 cm o niewielkim jednorodnym wygięciu przy jednoczesnym ciągłym, płynnym - gładkim, jednostajnym skaningu. Źródłem promieniowania X był generator rentgenowski z wirującą anodą RU-200 PL firmy Rigaku-Denki. Do badań stosowano promieniowanie $\text{Cu}_{K\alpha}$.



Rys. 3. Schemat metody Berga-Barretta
 O - ognisko lampy, K_I - kryształ monochromator, K_{II} - kryształ badany, S - szczelina, F - klisza

Trzecia z metod - metoda Berga-Barretta (schemat podano na rys. 3) - jest możliwa do stosowania na stosunkowo prostych układach eksperymentalnych [15, 16]. W pierwotnej wersji metody stosuje się szeroką wiązkę bezpośrednio z lampy rentgenowskiej. Zasadniczą wadą takiego układu jest uzyskiwanie podwójnego obrazu wskutek odbijania się pod różnymi kątami dwu składowych widma charakterystycznego $K_{\alpha 1,2}$. W wiązce odbitej występuje ponadto duża część widma ciągłego. Tworzy ona silnie rozmyty obraz, powodujący obniżenie się kontrastu. W celu ograniczenia składu widmowego zastosowano szlifowany monochromator germanowy, refleks 111. Ponadto zastosowano standardową lampę dyfraktometryczną, ale z ogniskiem liniowym położonym poziomo. Ponieważ wiązka promieniowania wykazywała silną modulację intensywności związaną ze spiralną budową katody, to zastosowano układ translacyjny kryształu i filmu. Schemat układu przedstawiono na rys. 3.

W metodzie Berga-Barretta stosuje się wiązkę o rozbieżności kątowej znacznie większej od szerokości krzywych odbicia badanych kryształów. Do badań stosowano promieniowanie $\text{Cu K}\alpha$.

Topogramy Berga-Barretta wykonywano w refleksach 531, przy czym metodę tę stosowano jedynie do ujawnienia szczegółów struktury komórkowej.

Badano monokryształy GaAs otrzymywane metodą poziomej krystalizacji kierunkowej (metoda Bridgmana) z wędrującym gradientem domieszkowane Si, In oraz Si + In. Płytki do badań o grubości 500 μm wycinano z początku i z końca monokryształów (czasami też ze środkowej części). Powierzchnie płytek były prostopadłe do kierunku [100], ponieważ jest to orientacja głównie stosowana w technologii przyrządów półprzewodnikowych. Do badań mikroskopowych płytki były jednostronnie polerowane metodą mechaniczno-chemiczną. Do badań rentgenowskich płytki były polerowane dwustronnie. Do prób trawienia często płytki były dzielone na 4 części. Niektóre płytki miały niedostatecznie usuniętą warstwę uszkodzoną; było to utrudnieniem przy ujawnianiu subtelnych cech mikrostruktury. Dla tych płytek stosowano dodatkowe trawienie w roztworach polerujących (np. roztwór 1% Br w metanolu).

Obserwacje obrazów katodoluminescencyjnych SEM CL wykonywano na powierzchni - na płaszczyznach (100) lub na przełomach płytek - na płaszczyznach (110).

WYNIKI BADAŃ METODAMI MIKROSKOPOWYMI

Zastosowanie powyżej przedstawionej metodyki badań umożliwiło ujawnienie nie tylko dyslokacji, lecz również innych zakłóceń w doskonałości strukturalnej. Na kolejnych zestawach fotografii przedstawiono przykłady obserwowanych obrazów zarówno najczęściej występujących defektów strukturalnych, jak i osobliwych nietypowych mikrodefektów.

Na rys. 4 przedstawiono przykłady przeciętnych obrazów mikrostruktury na płytkach z początku i końca monokryształu nr 88/87 domieszkowanego Si, koncentracja nośników wynosiła odpowiednio $1,2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ i $3,65 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$.

Fotografie na rys. 4 a, b, c są obrazami doskonałości strukturalnej w początkowej części monokryształu ujawnionymi za pomocą SEM CL, po selektywnym trawieniu chemicznym w roztworze AB oraz po fototrawieniu. Fotografie na rys. 4 d i e demonstrują obraz mikrostruktury z końcowej części monokryształu dzięki obrazom SEM CL oraz po trawieniu w roztworze AB. Na początku monokryształu obserwowano dyslokacje oraz pasma segregacyjne szczególnie wyraźnie widoczne po fototrawieniu. W końcowej części monokryształu zanikał obraz pasm segregacyjnych, wyraźnie zmniejszyła się liczba dyslokacji; w środkowej części płytki obok nielicznych figur trawienia odpowiadających dyslokacjom pojawiły się bardzo małe figury trawienia odpowiadające prawdopodobnie mikrowydzienieniom.

Na rys. 5, 6 i 7 przedstawiono przykłady mikroskopowych obrazów mikrodefektów obserwowanych na początku (rys. 5), w środkowej części (rys. 6) oraz w końcowej części (rys. 7) monokryształu nr 92/87. Koncentracja domieszki Si w tym monokryształe wynosiła $\sim 4 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$. Koncentracja nośników prądu w badanych częściach

monokryształu wynosiła odpowiednio $1,18 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$, $1,44 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, $4,38 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. W początkowej części monokryształu obrazy katodoluminescencyjne SEM CL (rys. 5 a) ujawniały obecność pasm segregujących odtwarzających front krystalizacji oraz niewielką liczbę dyslokacji występujących nierównomiernie na powierzchni płytki, większą ich liczbę obserwowano w obszarach brzegowych. Podobny wynik uzyskiwano zarówno po zastosowaniu trawienia w roztworze AB (rys. 5 b i c), jak i techniki fototrawienia (rys. 5 d i e). Otrzymywano obrazy pasm segregacyjnych w postaci równoległych do siebie pasm o różnej szybkości trawienia oraz nieliczne pojedyncze dyslokacje w postaci liniowych figur trawienia, najczęściej wzniesień.

Podobny zestaw obrazów mikrostruktury ze środkowej części monokryształu przedstawiono na rys. 6. Rys. 6a jest obrazem SEM CL (ciemne długie linie są pozostałościami rys na polerowanej powierzchni płytki). Rys. 6 b i c przedstawiają obrazy mikroskopowe po trawieniu w roztworze AB, rys. 6d - po fototrawieniu, a rys. 6e - obraz obszaru brzegowego płytki po trawieniu w mieszaninie KOH + NaOH.

Na rys. 6f pokazano obraz po trawieniu w roztworze AB płytki dodatkowo polerowanej chemicznie.

Drobne figury trawienia widoczne zarówno po trawieniu w roztworze AB, jak i po fototrawieniu (rys. 6c i d) są obrazem pozostałości warstwy uszkodzonej. Po chemicznym usunięciu pozostałości warstwy uszkodzonej otrzymano obrazy tylko pasm segregacyjnych oraz nielicznych dyslokacji (rys. 6f). Zastosowanie trawienia w mieszaninie KOH + NaOH pozwoliło na uzyskanie wyraźnego obrazu przecięcia dyslokacji z powierzchnią obserwacji w postaci sześciokątnych figur trawienia (rys. 6e); obraz taki pozwala na policzenie gęstości dyslokacji, nie daje jednak dodatkowych informacji o mikrodefektach typu niedyslokacyjnego.

Obraz mikrostruktury znacznie zmienił się w końcowej części monokryształu nr 92/87. Przykłady obserwowanych obrazów przedstawiono na rys. 7. Dyslokacje obserwowano tylko sporadycznie. Rys. 7a jest obrazem SEM CL - w polu widzenia jest 1 dyslokacja, obraz pasm segregacyjnych staje się słabszy, pojawiają się małe ciemne plamki na obrazach SEM CL oraz drobne figury trawienia zarówno po trawieniu w roztworze AB, jak i po fototrawieniu (odpowiednio rys. 7 b, c i d). Najprawdopodobniej jest to obraz mikrowydzieleń - niestety nie było możliwości wykonania ich badań za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego.

Analogiczny obraz mikrostruktury obserwowano na próbce z bezdyslokacyjnego monokryształu GaAs nr 35N zarówno na obrazach katodoluminescencyjnych, jak i po trawieniu w roztworze AB - przykłady wyników badań przedstawiono na rys. 8 (a i b - obrazy SEM CL na powierzchni i na przełomie płytki, c i d - obrazy po trawieniu w roztworze AB). Na całej powierzchni płytki nie obserwowano dyslokacji, ale dużą liczbę bardzo małych figur trawienia. Także na obrazach katodoluminescencyjnych - zarówno na powierzchni, jak i na przełomie - występowały małe plamki o obniżonej wydajności promieniowania katodoluminescencyjnego o różnym stopniu zaciemnienia, co jest związane z różną głębokością istnienia tych obrazów.

Bardziej zróżnicowany obraz mikrostruktury przedstawiały płytki z monokryształów domieszkowanych jednocześnie Si i In lub samym In. Wprowadzie zmniejszała się liczba

dyslokacji, lecz bardziej złożony stawał się obraz rozkładu pasm segregacyjnych. Na rys. 9 przedstawiono przykłady obrazów mikrostruktury obserwowanych w wyniku badań płytek z monokryształu nr 98/88, dla którego domieszkę stanowiło $1\% \text{ In} + 1 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3} \text{ Si}$. Na płytce z początkowej części monokryształu obrazy po subtelnych selektywnych trawieniach wskazywały na istnienie małej liczby dyslokacji, jednakże w dwu obszarach płytki; przy brzegu oraz w środkowej części obserwowano ostrą granicę występowania pasm segregacyjnych.

Na rys. 9 a przedstawiono przykład, ujawnionego fototrawieniem w obszarze brzegowym płytki, obrazu granicy pasmowej segregacji z obszarem bez widocznych pasm segregacyjnych. Na rys. 9 b przedstawiono obraz, uzyskany po trawieniu w roztworze AB, z centralnej części płytki przedstawiające granicę zaniku pasm segregacyjnych.

W środkowej części płytki dyslokacje występowały tylko sporadycznie, pomimo ostrej granicy w rozkładzie pasm segregacyjnych.

Na płytce z końcowej części monokryształu obserwowano bardziej skomplikowany obraz mikrostruktury, szczególnie z powodu złożonego układu pasm segregacyjnych. W środkowej części płytki obserwowano charakterystyczne układy figur odzwierciedlających niejednorodny rozkład domieszki - fragmenty tego obrazu przedstawia fotografia na rys. 9 c (obraz po selektywnym trawieniu w roztworze AB) oraz fotografie na rys. 9 d, e, f, g (obrazy SEM CL). Dyslokacje występowały często w liniowych układach w obszarach między symetrycznymi figurami utworzonymi przez charakterystyczny rozkład pasm segregacyjnych. W zewnętrznej części płytki obserwowano niki, wzajemnie równoległe pasma segregacyjne oraz sporadycznie występujące dyslokacje - ilustrują to fotografie na rys. 9 h (obraz SEM CL) oraz rys. 9 i (obraz mikroskopowy po trawieniu w roztworze AB; małe figury trawienia są resztkowymi śladami warstwy uszkodzonej). Ten charakterystyczny efekt zaburzeń w rozkładzie domieszki jest opisywany w literaturze [8] i występuje przy ekstremalnych warunkach wzrostu, kiedy zachodzi przechłodzenie cieczy. W tych warunkach front krystalizacji ulega zerwaniu. Powstają piramidy wzrostu utworzone przez płaszczyzny $\{111\}$. Ponieważ w mikroskali wzrost przebiega w kierunkach równoległych do tych płaszczyzn, to pasma o jednakowej koncentracji domieszki są także równoległe do tych płaszczyzn wzrostu.

Podobny charakter w rozkładzie defektów obserwowano na płytkach z monokryształu nr 100/88 - również domieszkowanego Si + In, ale z przewagą In - $2\% \text{ In} + (3 \div 7) \times 10^{17} \text{ at.cm}^{-3} \text{ Si}$.

Przykłady charakterystycznych obrazów na płytkach pochodzących z różnych miejsc tego monokryształu podano na rys. 10. Na płytce z początku monokryształu obserwowano małą liczbę dyslokacji, pasma segregacyjne nie są widoczne - rys. 10 a (obraz SEM CL). Na płytce ze środkowej części monokryształu również dyslokacje występowały sporadycznie, wyraźniejszy natomiast stał się obraz pasm segregacyjnych - przedstawia to rys. 10 b (obraz SEM CL na przełomie płytki). Za połowę długości tego monokryształu pojawił się charakterystyczny obszar z zakłóceniami w jednorodnym rozkładzie domieszki z powodu przechłodzenia - rys. 10 c (obraz po fototrawieniu). Poza tym obszarem na płytce obserwowano małą liczbę dyslokacji - rys. 10 d (obraz po trawieniu w roztworze AB).

W końcowej części monokryształu wzrósł efekt związany z przechłodzeniem cieczy podczas procesu, wzrosła też liczba dyslokacji aż do wystąpienia obszarów mozaiki - przykład przedstawia rys. 10 e (obraz po fototrawieniu).

Najbardziej zróżnicowany pod względem doskonałości strukturalnej był monokryształ oznaczony M1, który był domieszkowany tylko In (1% In). Na brzegowym fragmencie płytki ze środkowej części monokryształu obserwowano zgrupowania dyslokacji tworzące zamknięte obszary - przykład przedstawia rys. 11 a (obraz po fototrawieniu). W środkowej części tej samej płytki obserwowano mniejszą liczbę dyslokacji oraz nikiłe pasma segregacyjne - rys. 11 b (obraz po trawieniu w roztworze AB). W końcowej części tego monokryształu ujawniono istnienie obszarów o różnym zagęszczeniu defektów a także o różnej wydajności luminescencji, aż do wystąpienia odwróconego kontrastu dyslokacji w obszarach dużych ich skupisk oraz w obszarach mozaiki - przykłady obrazów SEM CL podano na rys. 11 c, d, e. Złożony charakter mikrostruktury potwierdzają też obserwacje mikroskopowe po selektywnym trawieniu chemicznym - rys. 11 f, g (obrazy po fototrawieniu).

Po wykonaniu trawienia ujawniającego tylko wyraźny obraz dyslokacji (mieszanina KOH + NaOH) obserwowano, że w obszarach zagęszczeń defektów dających odwrotny kontrast katodoluminescencji występują zgrupowania dyslokacji często tworząc obszary mozaiki - rys. 11 h, i.

PODSUMOWANIE BADAŃ METODAMI MIKROSKOPOWYMI

Przedstawione wyniki badań metodami mikroskopowymi stanowią pewien przegląd różnego rodzaju niedoskonałości strukturalnych oraz niejednorodności w określonych niskodyslokacyjnych monokryształach GaAs otrzymywanych metodą poziomej krystalizacji z wędrującym gradientem temperatury domieszkowanych Si, In lub Si + In o różnej koncentracji domieszki. Zastosowano prostą metodę obserwacji mikroskopowych po różnych sposobach selektywnego trawienia chemicznego oraz badania uzupełniające poprzez analizę mikroskopowych obrazów promieniowania katodoluminescencyjnego.

Podkreślono, że w niskodyslokacyjnych monokryształach ważna jest informacja nie tylko o dyslokacjach i ich rozkładzie, lecz również o innych mikrodefektach (mikrowydzielenie, niejednorodny rozkład domieszki), ponieważ mogą one być przyczyną obniżenia niezawodności pracy przyrządów wytwarzanych na tych monokryształach.

Wydaje się celowym poszerzenie rutynowych badań gęstości dyslokacji o badania mikrostruktury możliwe poprzez trawienie w subtelnie działających selektywnych roztworach. To subtelne trawienie może poprzedzać trawienie ujawniające dyslokacje o obrazie umożliwiającym ich jednoznaczne policzenie. Na podstawie wykonanych badań oceniono, że do tzw. subtelnego selektywnego trawienia chemicznego można stosować roztwór AB lub mieszaninę kwasów chromowego i fluorowodorowego z podświetleniem trawionej powierzchni (tzw. fototrawienie). Przy wykonywaniu tzw. dyslokacyjnego trawienia równorzędne wyniki uzyskiwano stosując trawienie w roztopionym KOH lub w mieszaninie 50% KOH + 50% NaOH.

Ze względu na niską gęstość dyslokacji i ich bardzo nierównomierny rozkład na

powierzchni płytek, pomiar gęstości dyslokacji i ich średni wynik nie odzwierciedla właściwego stanu doskonałości strukturalnej. W przodujących laboratoriach są wykonywane mapy rozkładu dyslokacji informujące w postaci liczb lub zróżnicowanego stopnia zaczerńnienia o obszarach występowania dyslokacji.

Badania poprzez obserwacje obrazów katodoluminescencyjnych również wnoszą informacje o jednorodności własności fizycznych i mikrostrukturze, ale ponieważ są bardziej skomplikowane technicznie mogą być stosowane wyrywkowo lub na życzenie techników.

WYNIKI BADAŃ METODAMI RENTGENOWSKIEJ TOPOGRAFII DYFRAKCYJNEJ

Przeprowadzone badania wykazały, że spośród otrzymywanych w ITME kryształów silnie domieszkowanych krzemem trafiają się często monokryształy praktycznie bezdyslokacyjne (rys. 12) lub z pojedynczymi grupami dyslokacji (rys. 13, 14, 15). Widoczne tu bardzo słabe pasmowe zróżnicowania kontrastu są prawdopodobnie związane za zmianami koncentracji domieszki krzemu.

Z uwagi na duże zbliżenie promieni kowalencyjnych atomów krzemu i arsenu, obserwowane niewielkie kontrasty (odpowiadające zmianom stałej sieci na poziomie $10^{-5} \div 10^{-6}$) mogą wiązać się nawet z 20 procentowymi zmianami poziomu domieszki krzemowej.

Na wspomnianych próbkach obserwuje się skupiska dyslokacji grupujące się wyraźnie przy płaskiej krawędzi próbki. Część z tych dyslokacji jest stosunkowo płasko nachylona do powierzchni (kierunek $\langle 112 \rangle$ pod kątem około 20°) a jednocześnie układa się w rozszerzone pasma poślizgu. Wśród próbek zawierających większą koncentrację dyslokacji obserwowano często występowanie charakterystycznych sektorów ograniczających obszary o większych koncentracjach dyslokacji, dających obraz charakterystycznych ziaren (rys. 16). Badania prowadzone wszystkimi trzema metodami rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej pozwoliły zidentyfikować badane defekty jako strukturę komórkową analogiczną do opisywanej na przykładzie aluminium przez Takahashi [17] oraz do obserwowanych w półizolacyjnych monokryształach GaAs [18+20].

Podobnie jak w niedomieszkowanych kryształach półizolacyjnych defekty gromadzą się w pobliżu ścianek komórek, podczas gdy obszary wewnątrzkomórkowe są od nich często wolne. Z uzyskanych i przedstawionych topogramów jest trudno ustalić na ile - w przypadku ścian komórek - mamy do czynienia z dyslokacjami, a na ile z wytrąceniami.

Niektóre szczegóły topogramów uzyskanych zarówno metodą spektrometru dwukryształowego, jak Langa i Berga-Barretta sugerują, że kontrast jest powodowany przez obydwa typy defektów, przy czym jest tu trudno ocenić czy mamy do czynienia np. z wytrąceniami, czy blisko siebie położonymi dyslokacjami. W celu odpowiedzi na to pytanie prowadzono badania zmian kontrastu struktury komórkowej w funkcji różnych refleksów odbiciowych. Uzyskano praktycznie niezauważalne zmiany kontrastu w funkcji różnych refleksów, choć trudno wykluczyć przegrupowania kontrastu poszczególnych obiektów tworzących granice.

Następne rysunki (rys. 17) pokazują monokryształy GaAs domieszkowane Si i In.

Charakterystyczną cechą powtarzającą się na wszystkich odwzorowaniach topograficznych

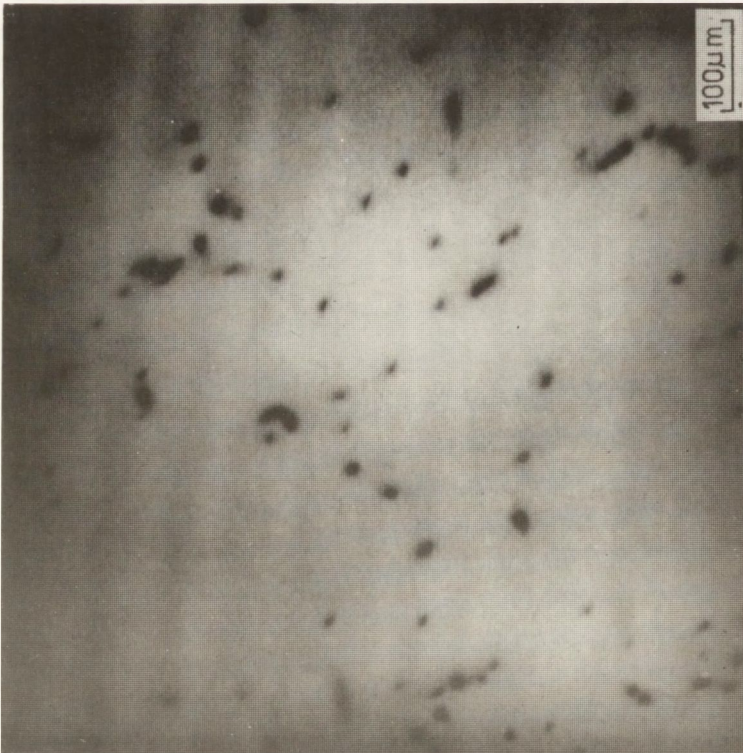
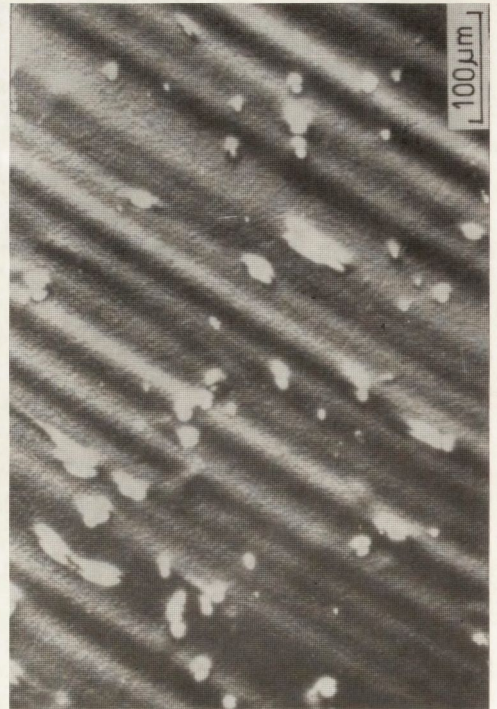
są bardzo wyraźne prążki wzrostu. Rysunek 17 pokazuje odwzorowanie topograficzne próbki pochodzącej z początkowych części jednego z badanych monokryształów. Na płycie nie widać dyslokacji, natomiast można zaobserwować silnie zaznaczone prążki wzrostu, które są odzwierciedleniem kształtu frontu krystalizacji wzrastającego kryształu. Mniej więcej w 1/3 wysokości płytki widać wyraźne zaburzenia prążków zaczynające się od brzegu próbki i rozszerzające się w kierunku środka próbki. Polegają one na gwałtownej zmianie kierunku przebiegu prążków wzrostu o niewielki kąt. Świadczy to o nieco innym sposobie wzrastania tych części monokryształu. W literaturze często określa się je mianem "facet". Na topogramie nie obserwujemy odwzorowania całej próbki prawdopodobnie z powodu silnych odkształceń (w miejscach "facet" może wystąpić nawet minimalna zmiana orientacji). Rys. 18 pokazuje "facet" na odwzorowaniu topograficznym z innej próbki - z innego monokryształu GaAs domieszkowanego Si i In. W trakcie badań próbek pochodzących z dalszych części monokryształów GaAs domieszkowanych Si i In zaobserwowano w dwu kryształach wystąpienie struktury komórkowej, ale zupełnie odmiennej od spotykanej w innych poprzednio badanych monokryształach (rys. 19, 20, 21, 22).

Na płytkach ciętych w płaszczyźnie (100) komórki te układają się w szeregi wzdłuż kierunku [110] prostopadłego do płaskiej krawędzi płytki. Komórki te są w przybliżeniu prostokątami o krawędziach ułożonych w dwu prostopadłych kierunkach [110]. Swoją morfologią przypominają obserwowane defekty w monokryształach GaAs domieszkowanych indem, ale otrzymanych metodą LEC. Jak widać, obszary wewnętrzne tych defektów również odbijają promieniowanie, co świadczyłoby o tym, że są to wtrącenia kryształów GaAs. Forma tych defektów przypomina charakterystyczne sektory występujące w monokryształach z roztworu. Najbardziej prawdopodobna wydaje się interpretacja, że materiał ten krystalizuje w roztopie w wyniku przechłodeń związanych ze zwiększoną koncentracją indu, a następnie jest wbudowywany w rosnący kryształ. Można zauważyć, że wokół materiału mającego komórkową strukturę monokryształ jest prawie bezdyslokacyjny i poza prążkami wzrostu brak zróżnicowanego kontrastu. W miejscach dobrze rozwiniętej struktury komórkowej można zaobserwować, że pojedyncze komórki mają kształt zbliżony do prostokąta, którego krawędzie są ułożone w dwu prostopadłych kierunkach [110], a w środku są wyróżnione cztery płaszczyzny (111) (rys. 21). Jak widać z przedstawionych wyników w monokryształach GaAs zarówno otrzymanych metodą LEC, jak i "gradient freeze" w przypadku wprowadzenia domieszki w postaci In obserwujemy silnie zaznaczone prążki wzrostu, ponadto pojawia się struktura komórkowa o zupełnie innym charakterze, niż to ma miejsce w monokryształach niedomieszkowanych i domieszkowanych krzemem, którą obserwowano na próbkach niedomieszkowanych lub z innego rodzaju domieszką typu Cr, Si itp.

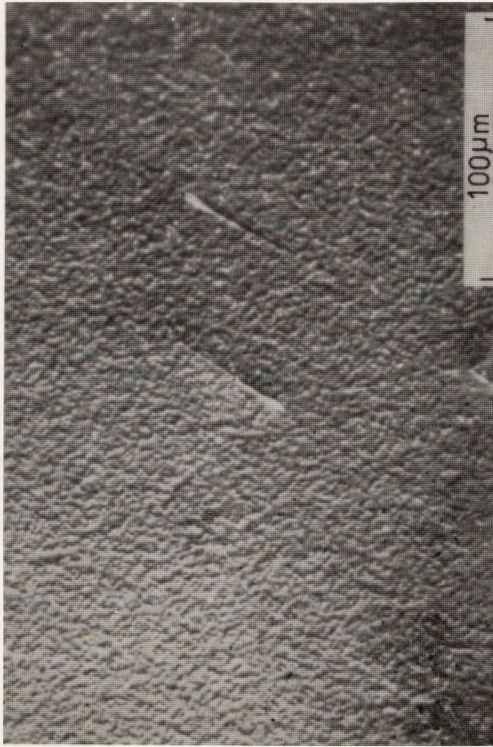
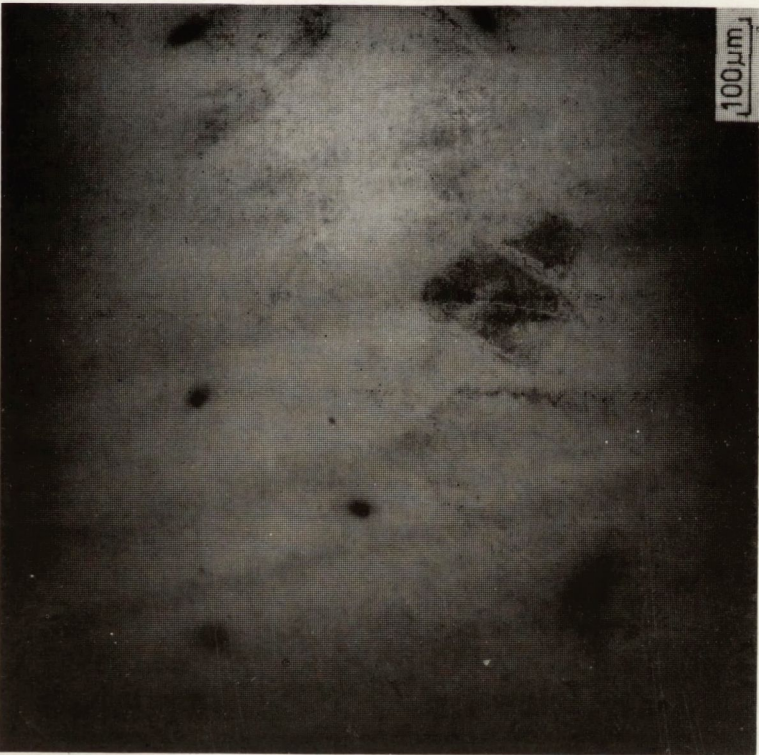
BIBLIOGRAFIA

- [1] Suzuki T., Akai S., Kohe K., Nishida Y., Fuita K., Kito N.: Sumitomo Electric Technical Review. Dec. 1978, nr 18
- [2] Chu. Y.M., Darby D.B., Booker G.R.: Inst. Phys. Conf. Ser. Nr 60, cz. 7, 1981, s. 331
- [3] Pawłowska M. i in.: Prace ITME. 1986, nr 19
- [4] Takahashi K.: Jap. J. Appl. Php 1980, Vol 19, No 10
- [5] Abrahams M.S., Buiocchi C.J.: J. Appl. Php. 1947, 1965, Vol. 36, s. 2855
- [6] Stirland D.J., Straughan B.W.: Thin Solid Films. 1976, Vol. 31, No 1/2, s. 139
- [7] Lessoff H., Gorman R. i in.: Semi-Insulating III-V Materials: Kah-nee-ta 1984, Wyd. Shiva
- [8] Weyher J.L., Van De Ven J.: cz. I i II-J.Cryst. Growth 1983, Vol. 63, s. 285; cz. III - J. Cryst. Geowth 1986 Vol. 78, s. 191
- [9] Giling L.J., Weyher J.L., Montree A.: J.Cryst. Growth 1986, Vol. 79, s. 271
- [10] Weyher J.L., Giling L.J.: Defect Recoquition and Image Processing in III-V Compounds ed. J.P. Fillard, 1985
- [11] Renninger M.: Z. Naturforsch, 1961 , 104, 1110
- [12] Renninger M.: Adv X-ray Analisis, 1957, 10, 32
- [13] Bubakowa R.: Czech. J.Phys.B.12, 1968, 695
- [14] Szmid Z., Ler B., Delugat, Bubakowa R., Drahokonpil J., Fingarland A.: Electron Technology, 1973, 6, 31
- [15] Barrett C.S.: Trans. AIME, 1945, 165, 15
- [16] Newkirk J.B.: Trans. AIME, 1959, 215, 483
- [17] Takahashi K., Kamio A., Trung N.: J.Crys. Growth 1974, t. 24/25, 477
- [18] Wierzchowski W., Mazur K.: Materiały Elektroniczne. 1988, nr 3, s. 14
- [19] Kitano T., Ishikawa T., Ono H.: J. Matsui Sani-Insulating III-V. Materials. Omsha, Ltd. 1986, s. 91
- [20] Yasuami S., Fukuta K.: J.Cryst. Growth 1987, 80, s. 79

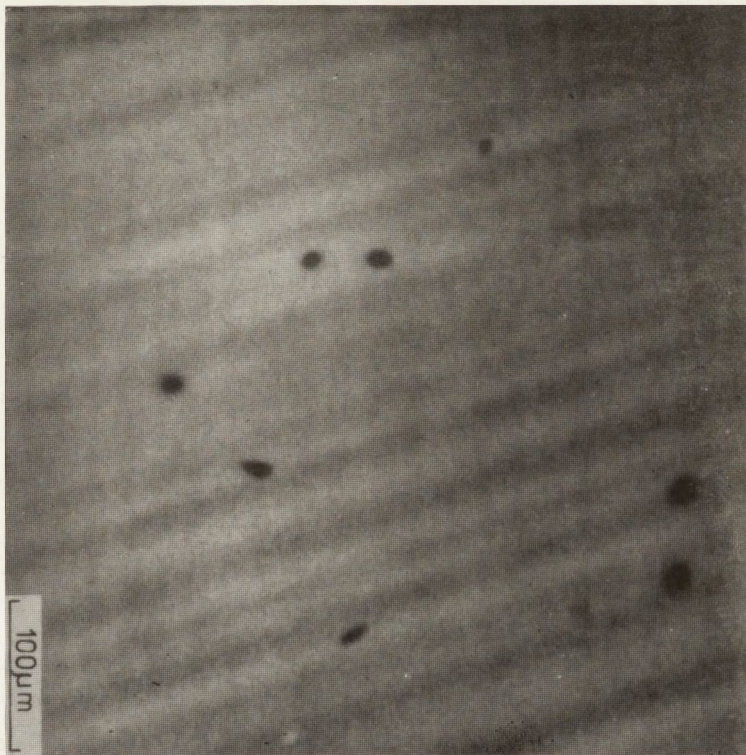
(Tekst dostarczono 1990.01.11)



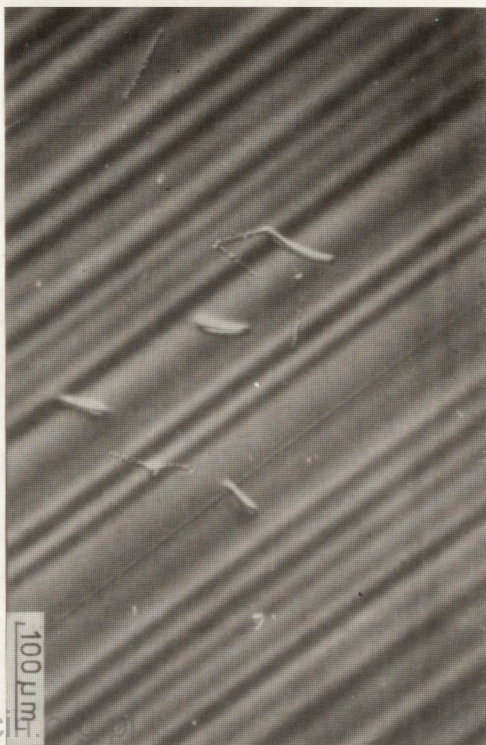
<http://rcin.org.pl>



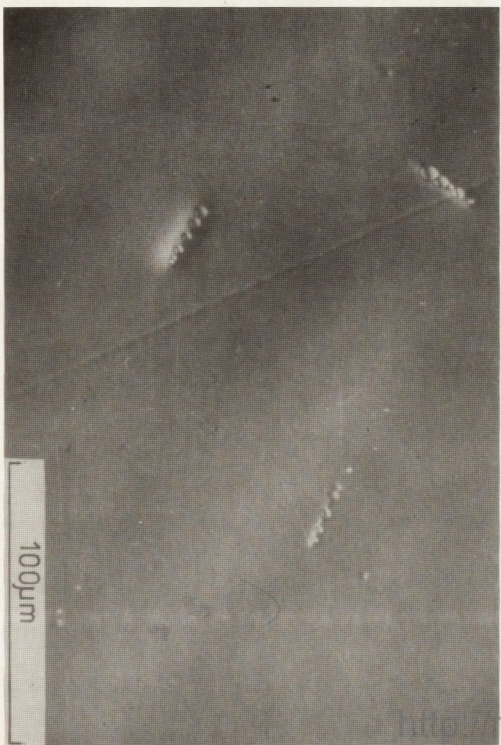
Rys. 4. Przykłady mikroskopowych obrazów defektów strukturalnych ujawnionych na płytkach z początku i końca monokryształu nr 86/87
a, b, c - początek monokryształu; d, e - koniec monokryształu;
a, d - obrazy SEM CL; b, c - obrazy po trawieniu w AB; c - obraz po fototrawieniu



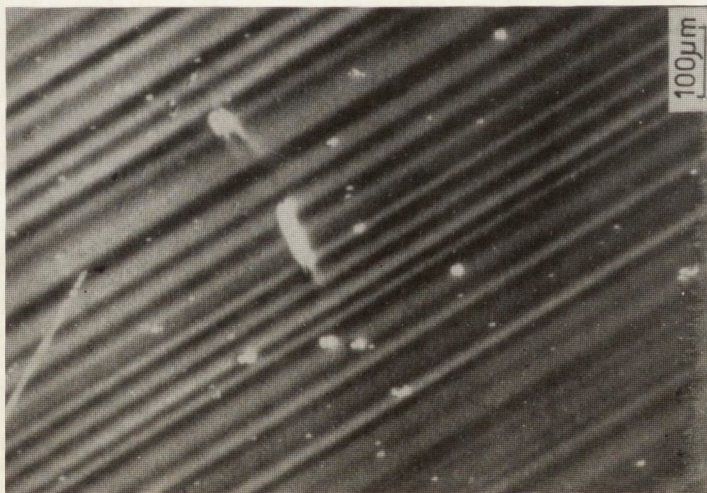
a



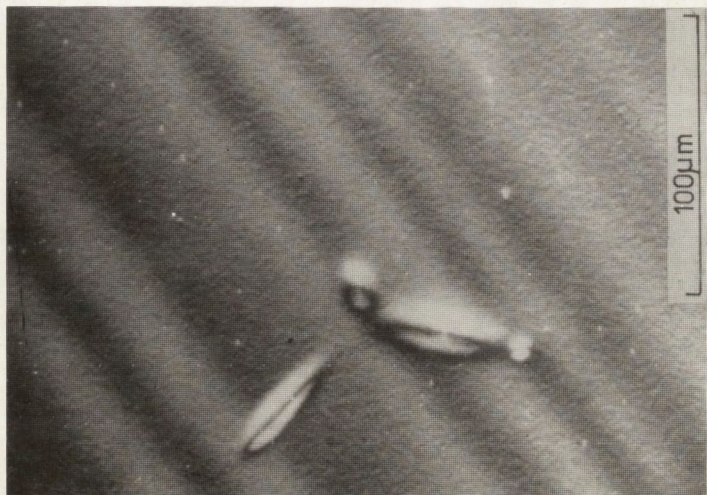
b



c

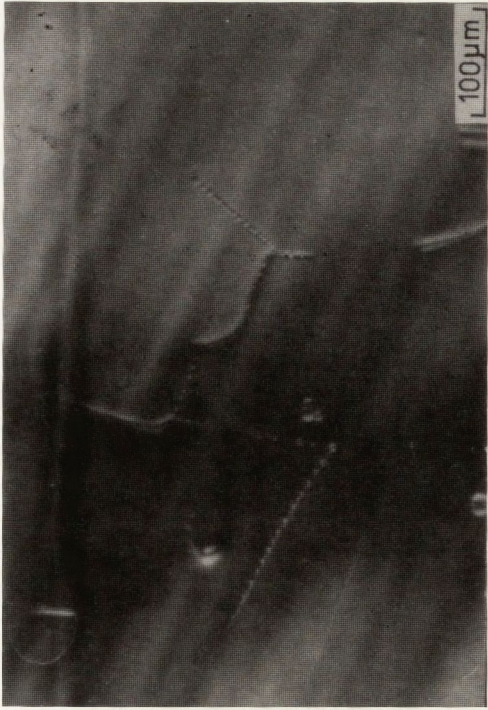


d

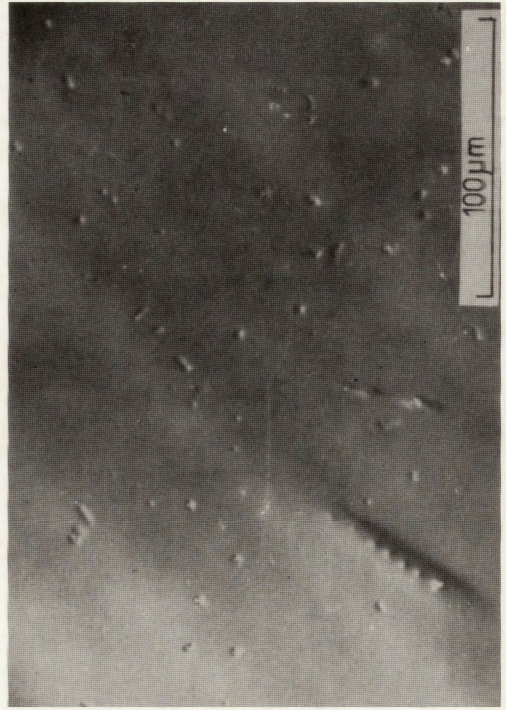


e

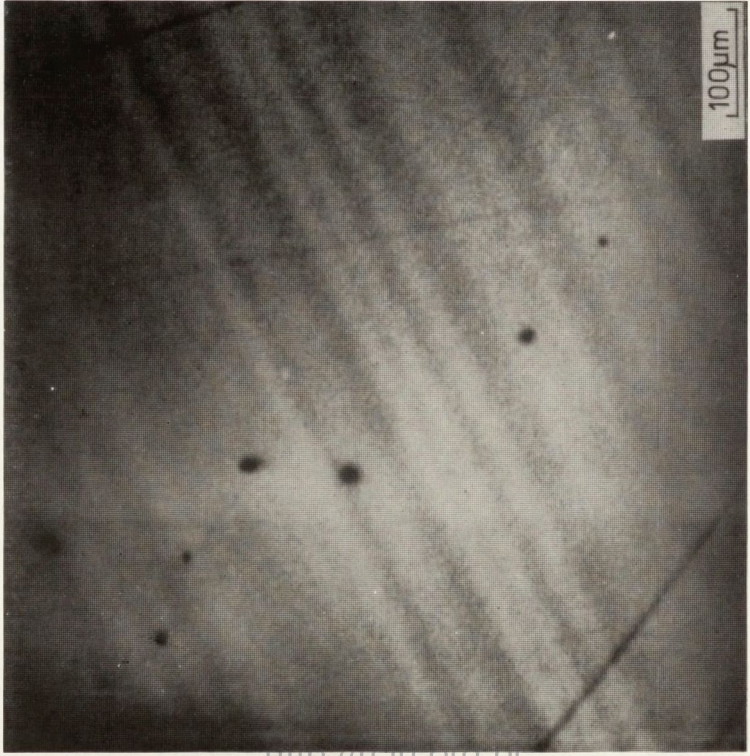
Rys. 5. Przykłady mikroskopowych obrazów defektów strukturalnych ujawnionych na płycie z początku monokryształu nr 92/87
a - obraz SEM CL; b, c - obrazy po trawieniu w AB; d, e - obrazy po fototrawieniu



b

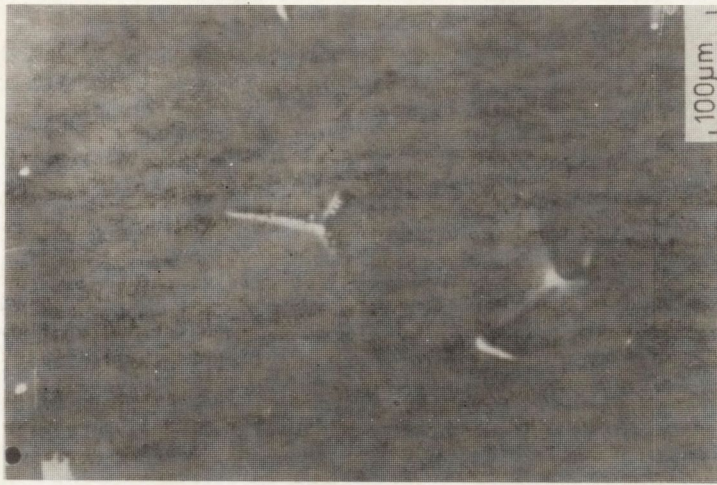
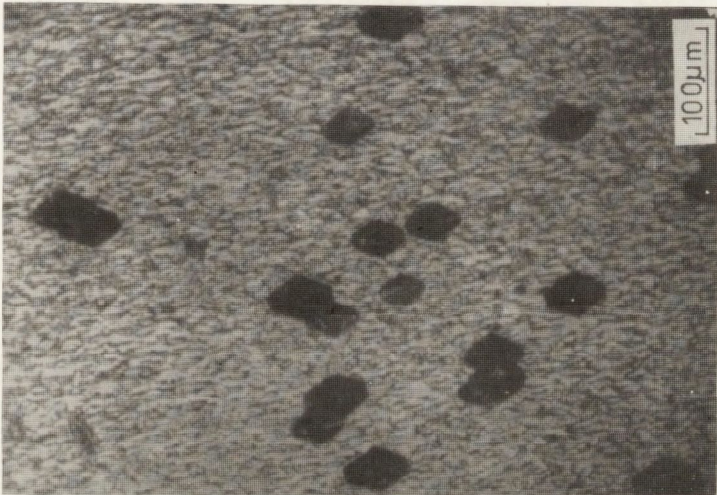
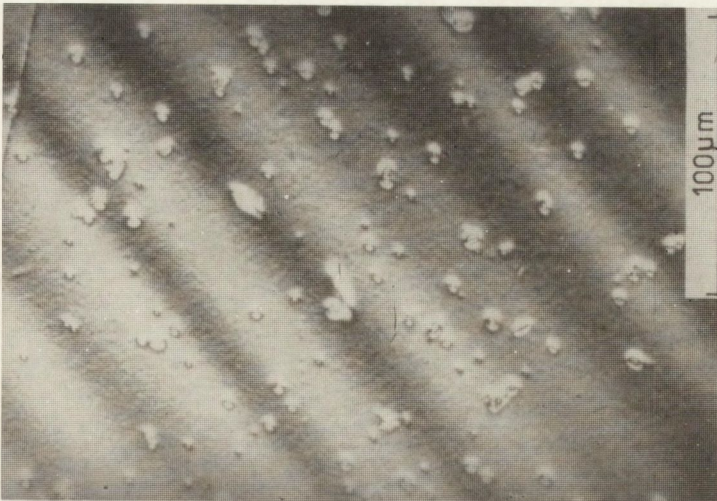


c



a

<http://cch.org.pl>



d

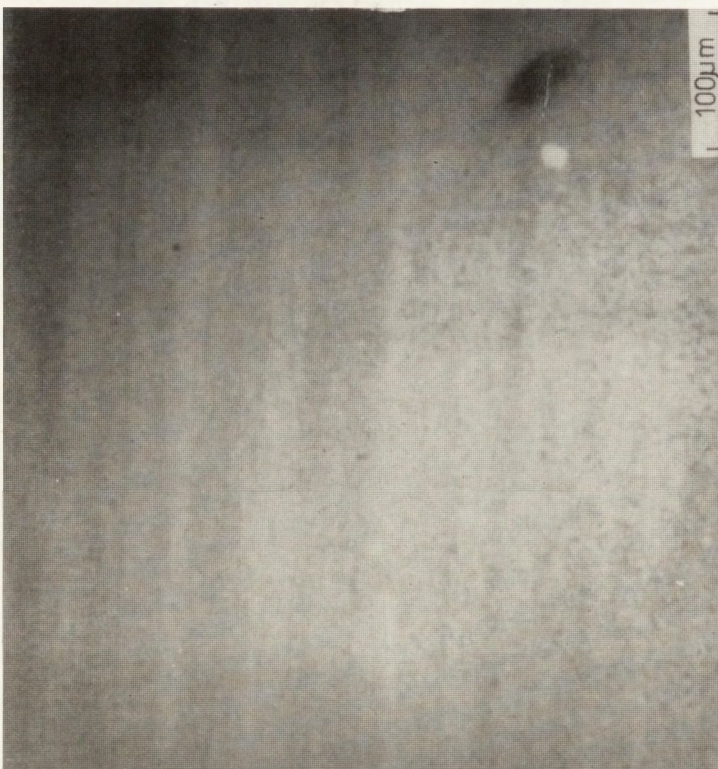
e

f

Rys. 6. Przykłady mikroskopowych obrazów defektów strukturalnych ujawnionych na płytce ze środkowej części monokryształu nr 92/87
a - obraz SEM Cl, b, c - obrazy po trawieniu w AB; d - obraz po fototrawieniu; e - obraz po trawieniu w mieszaninie KOH + NaOH



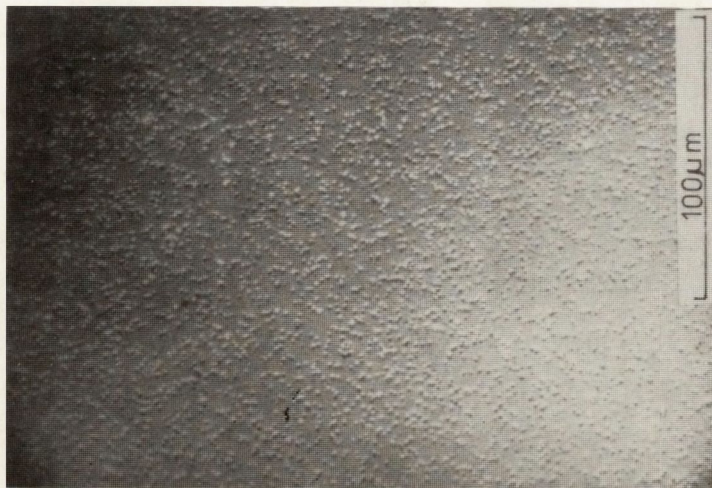
b



a

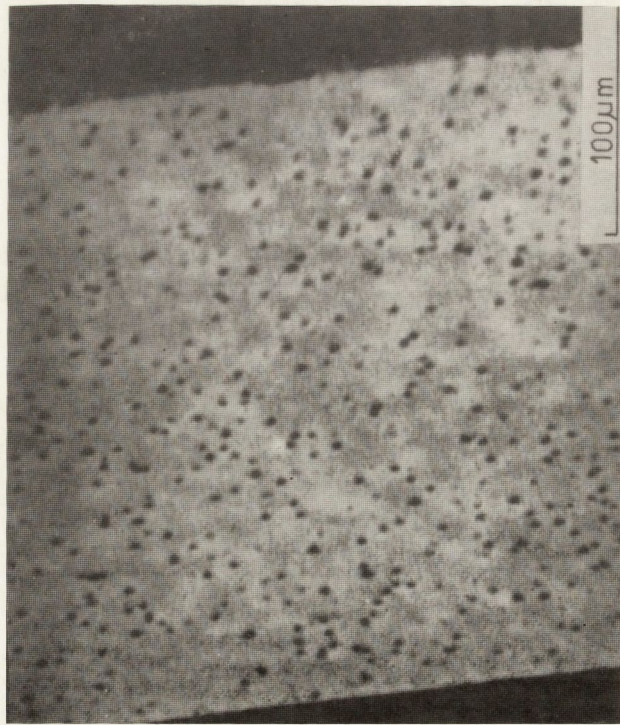


c

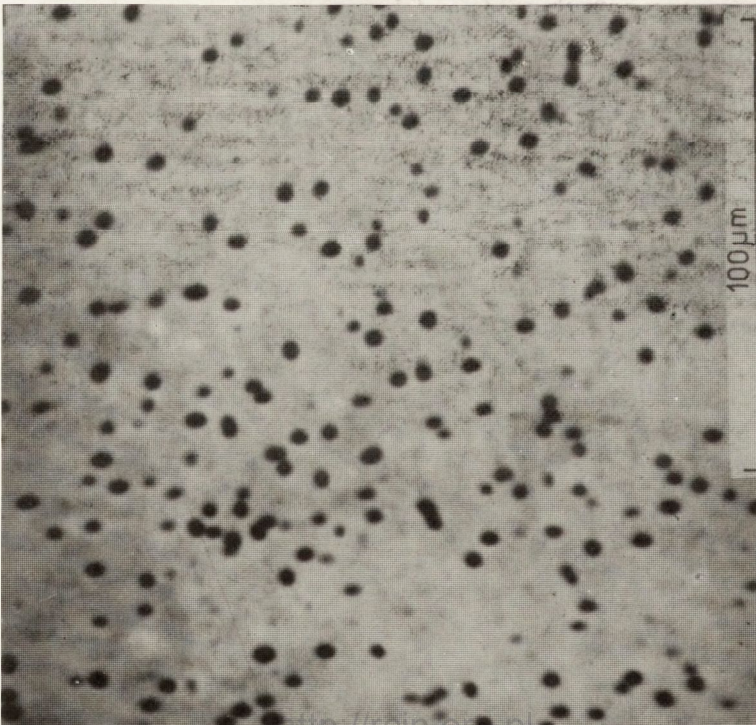


d

Rys. 7. Przykłady mikroskopowych obrazów defektów strukturalnych ujawnionych na płytce z końcowej części monokryształu nr 92/87
a - obraz SEM CL; b, c - obrazy po trawieniu w AB; d - obraz po fototrawieniu

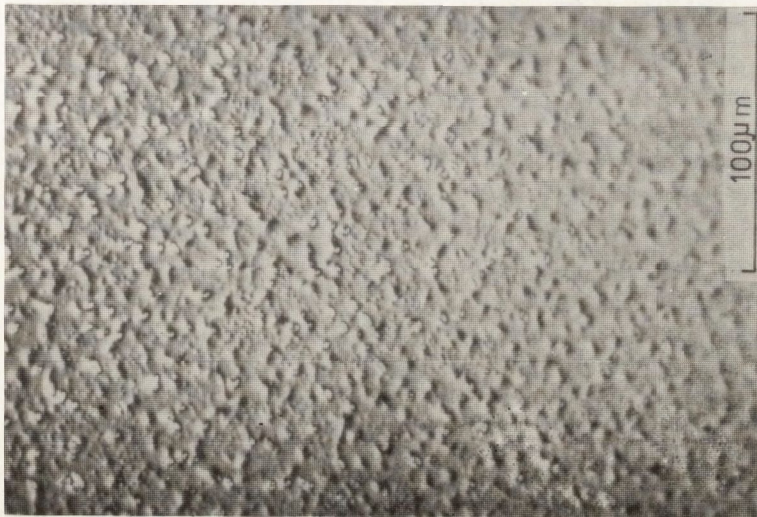


b



a

<http://rcin.org.pl>

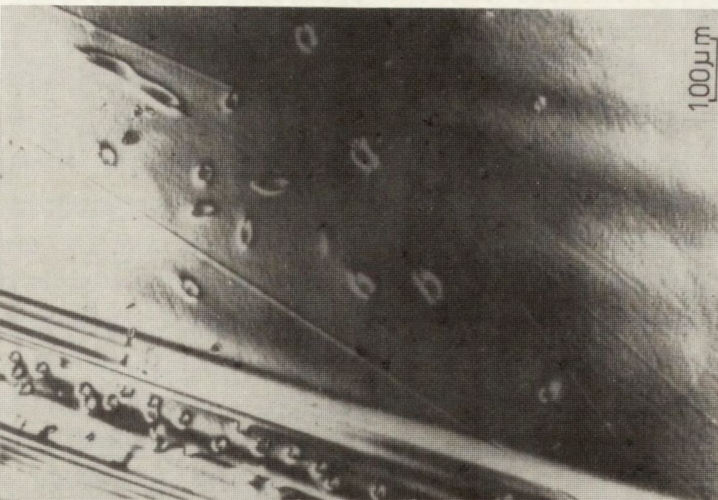


d

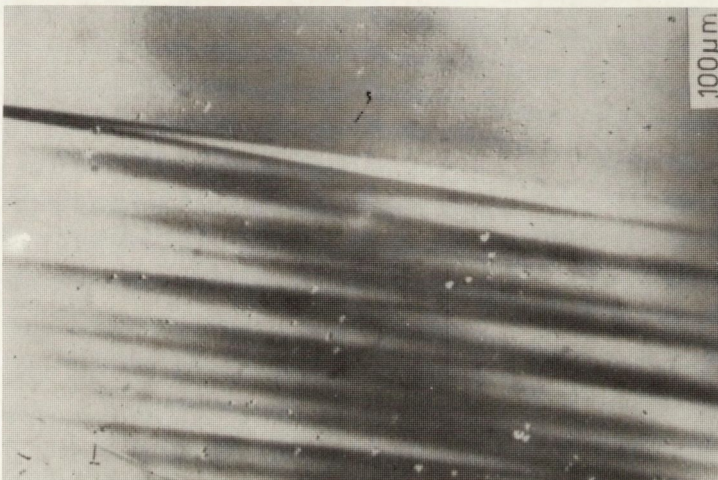


c

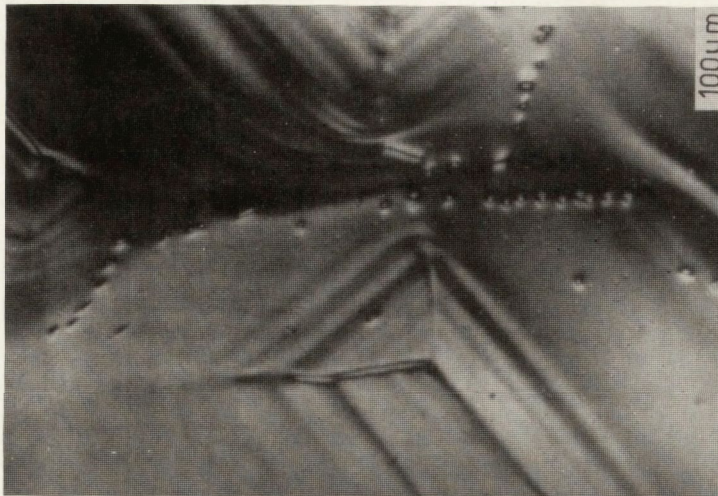
Rys. 8. Przykłady mikroskopowe obrazów defektów strukturalnych ujawnionych na płytce z bezdyslokacyjnego monokryształu nr 35N
a, b - obrazy SEM CL na powierzchni i przetłomie płytki; c, d -
obrazy po trawieniu w AB



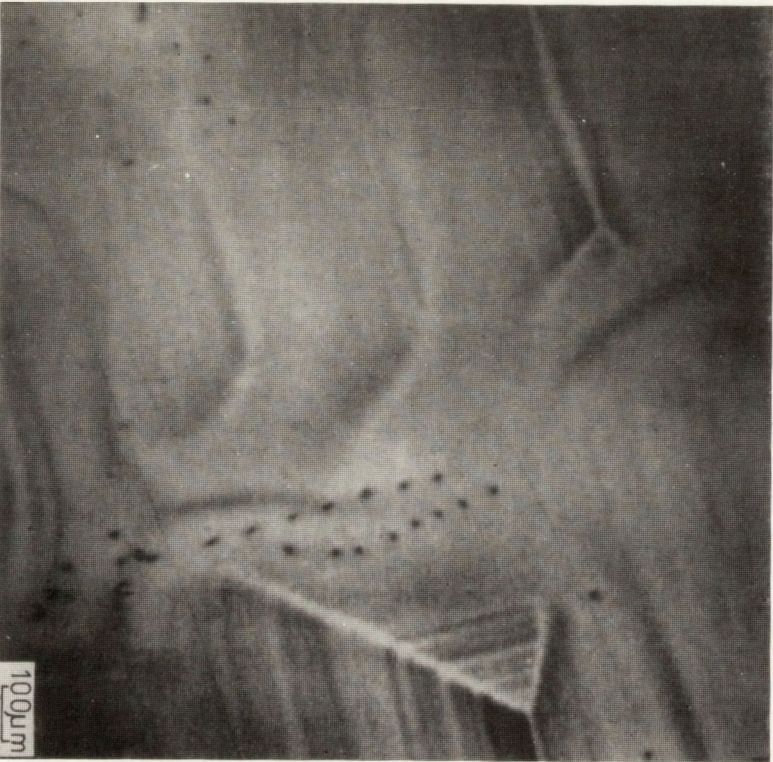
a



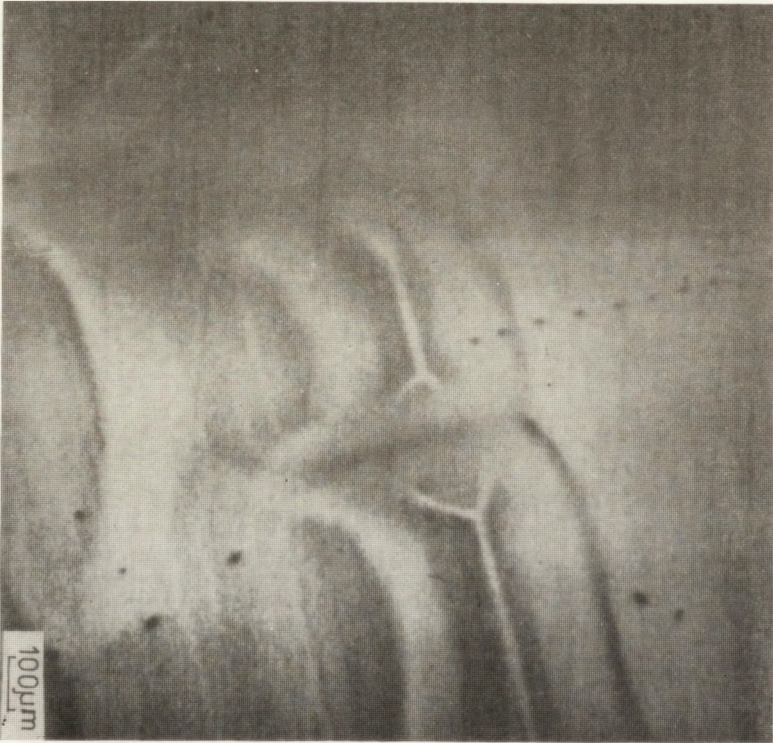
b



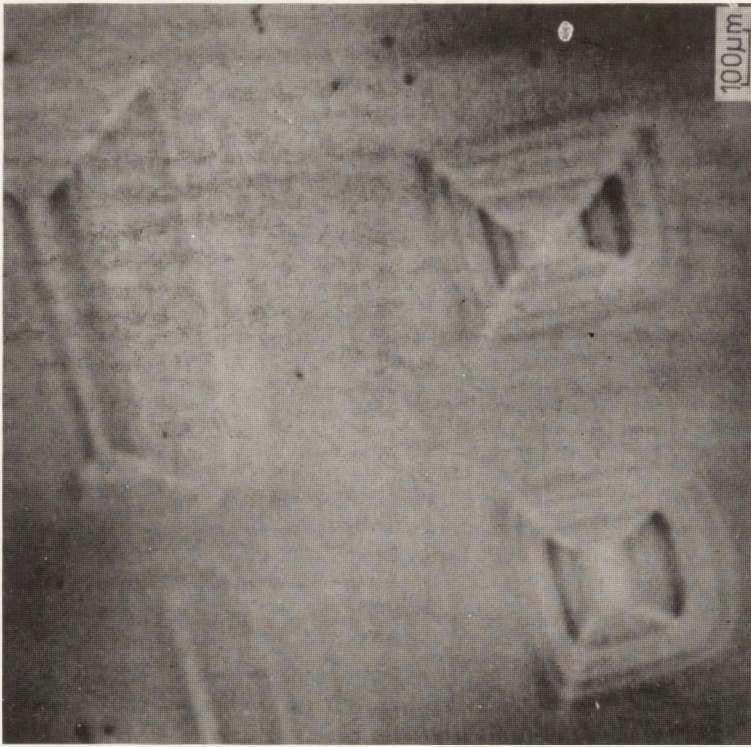
c



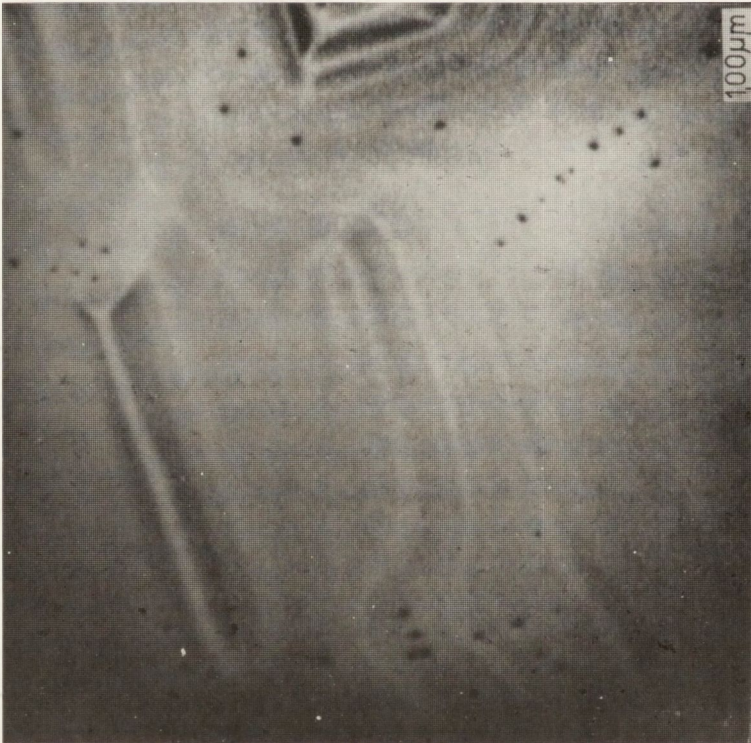
e



d

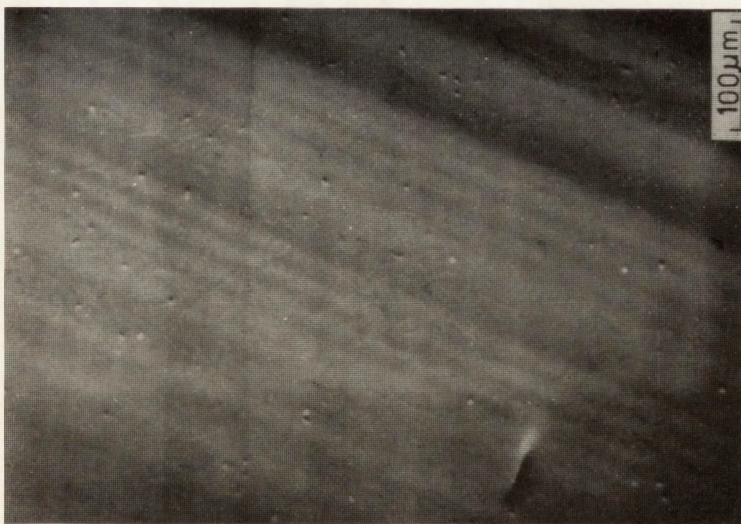


g

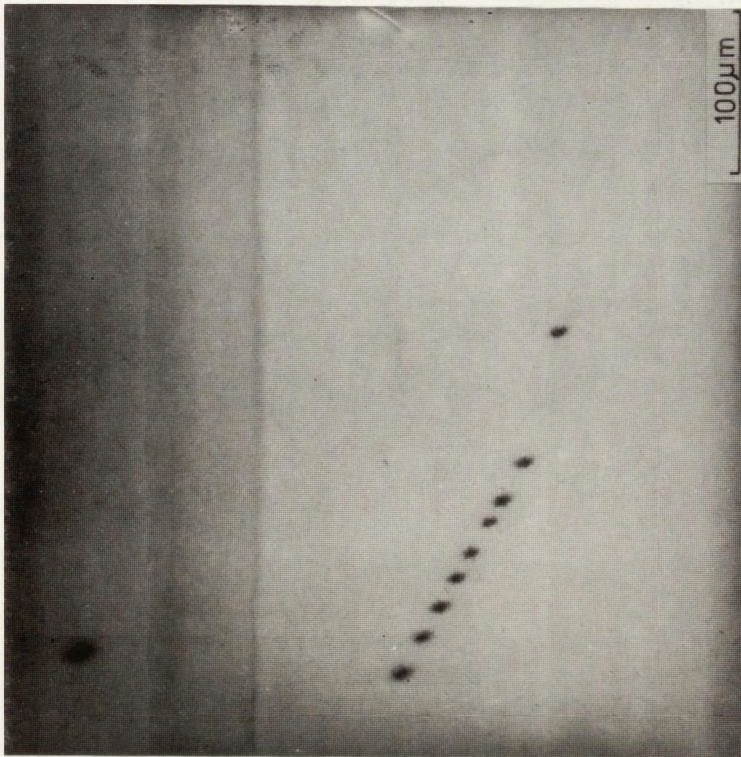


f

<http://rcin.org.pl>

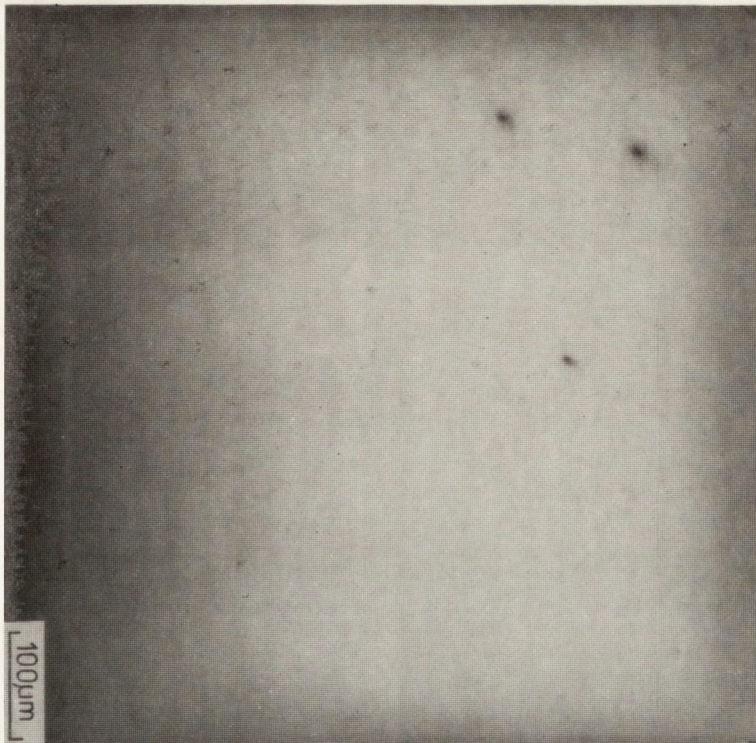


h



i

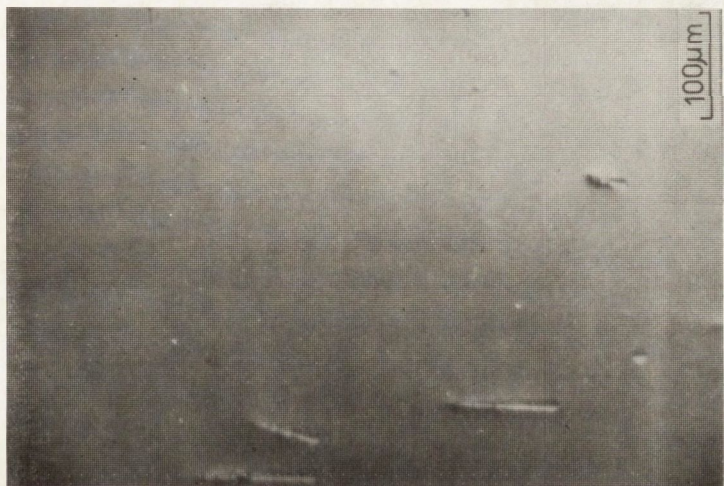
Rys. 9. Przykłady mikroskopowe obrazów defektów ujawnionych na płytkach z początkowej i końcowej części monokryształu nr 98/88
a, b, c, d, e, f, g - początek monokryształu, h, i - koniec monokryształu;
a - obraz po fototrawieniu; b, c, i - obrazy po trawieniu w roztworze AB; d, e, f, g, h - obrazy SEM CL



b



b

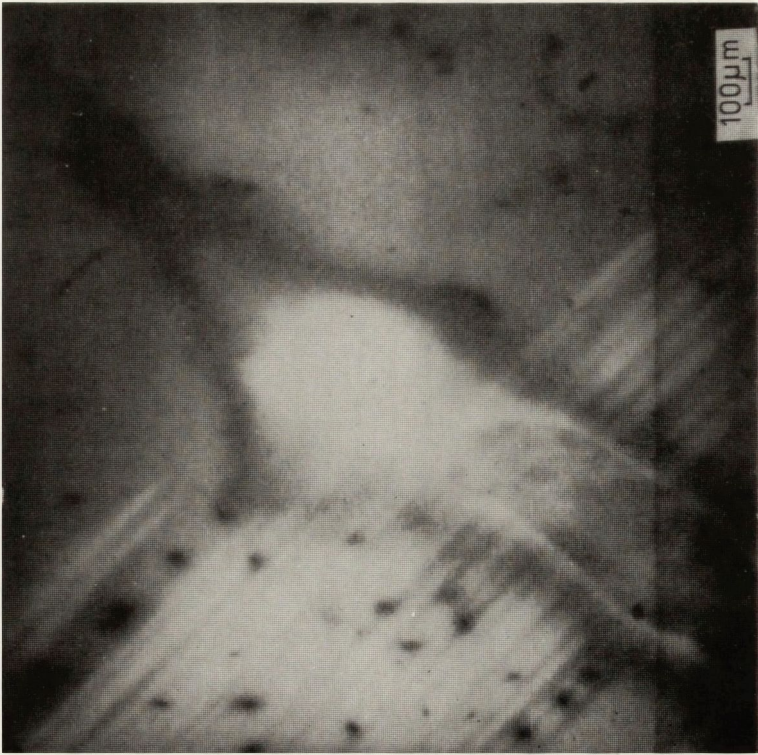


c

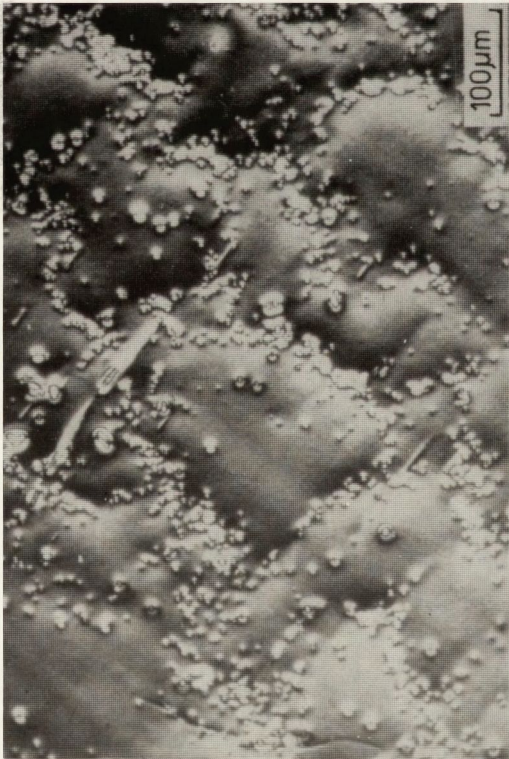
d

e

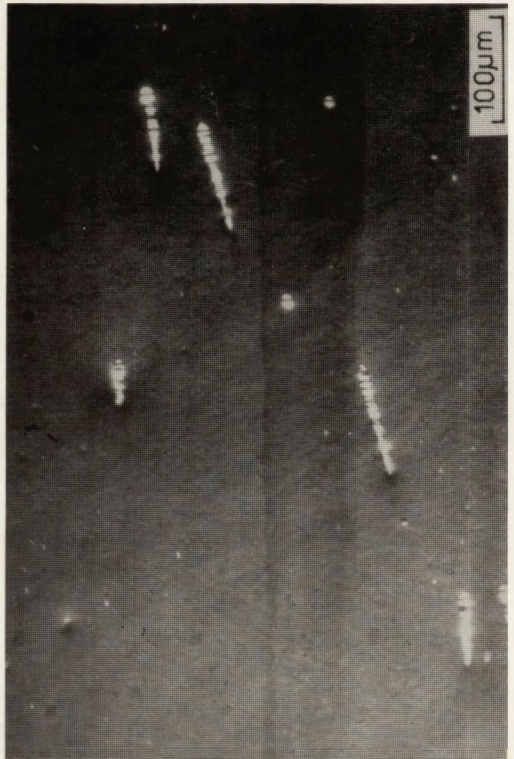
Rys. 10. Przykłady mikroskopowych obrazów defektów ujawnionych na płytkach z monokryształu nr 100/88
 a - początek monokryształu, b - środkowa część, c, d - obszar poza połową monokryształu, e - koniec monokryształu;
 a, b - obrazy SEM CL; c, e - obrazy po fototrawieniu; d - obrazy po trawieniu AB



c

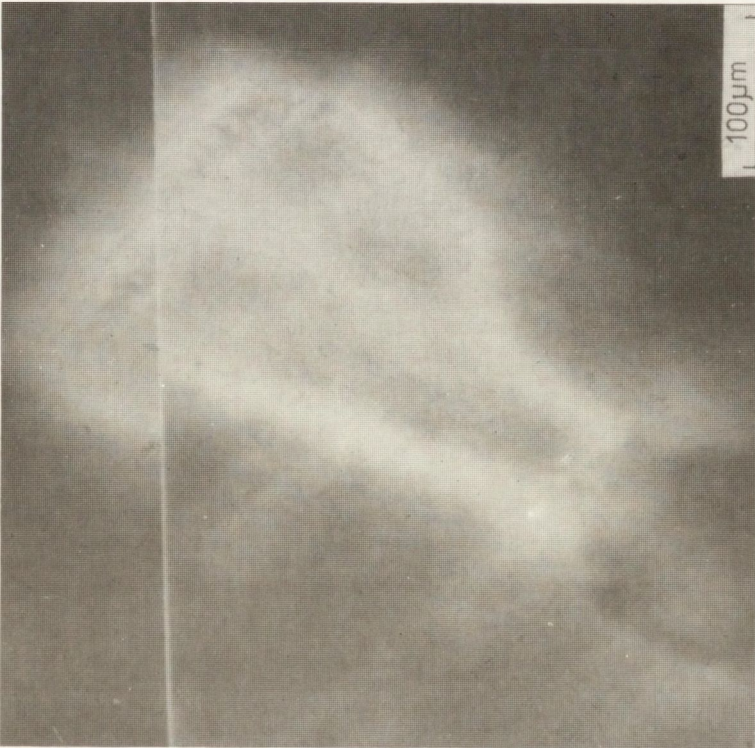


a

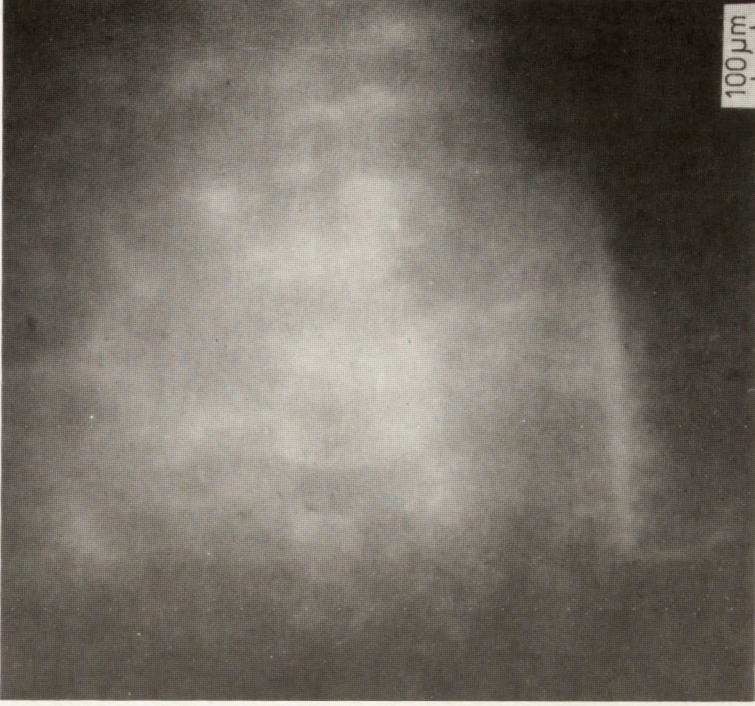


b

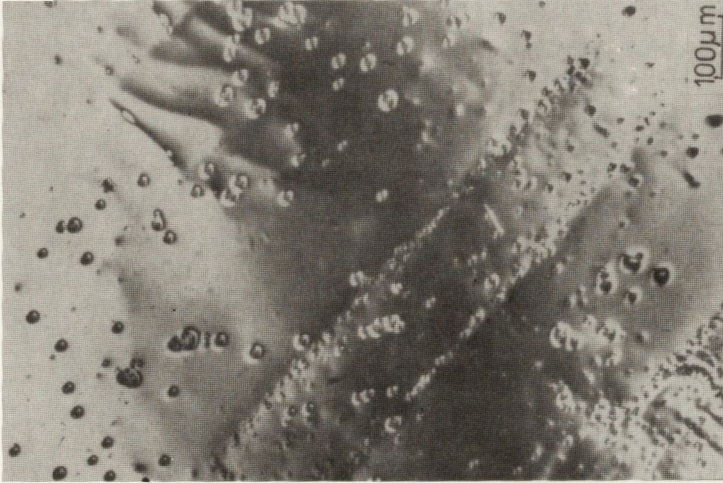
<http://rcin.org.pl>



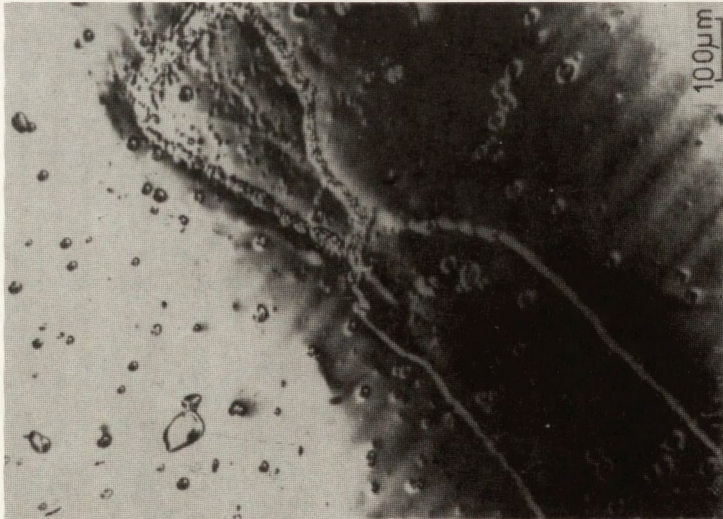
d



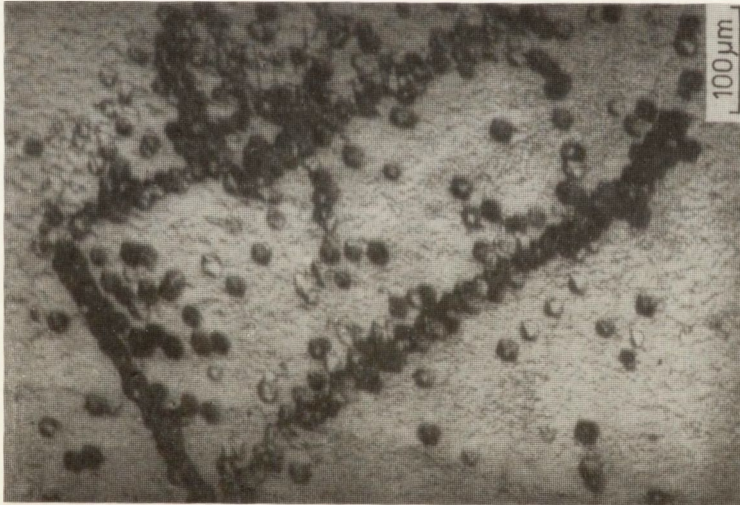
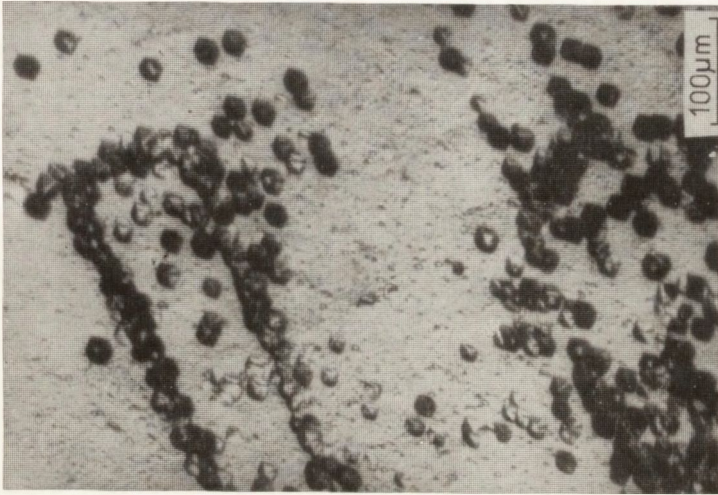
e



g

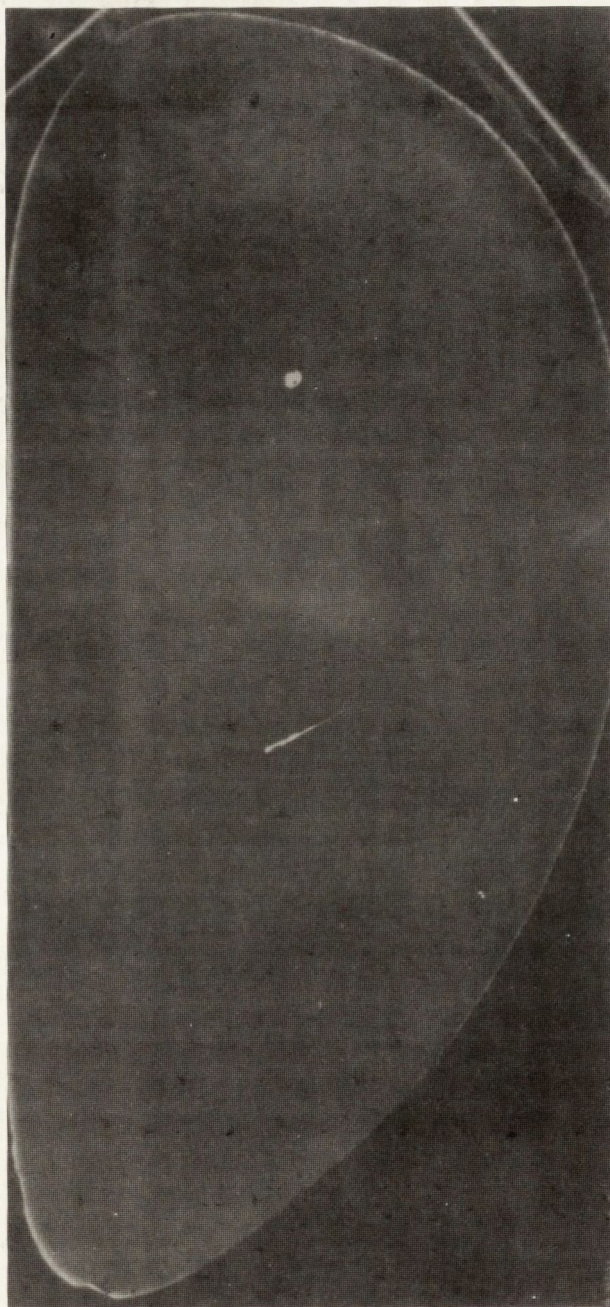


f

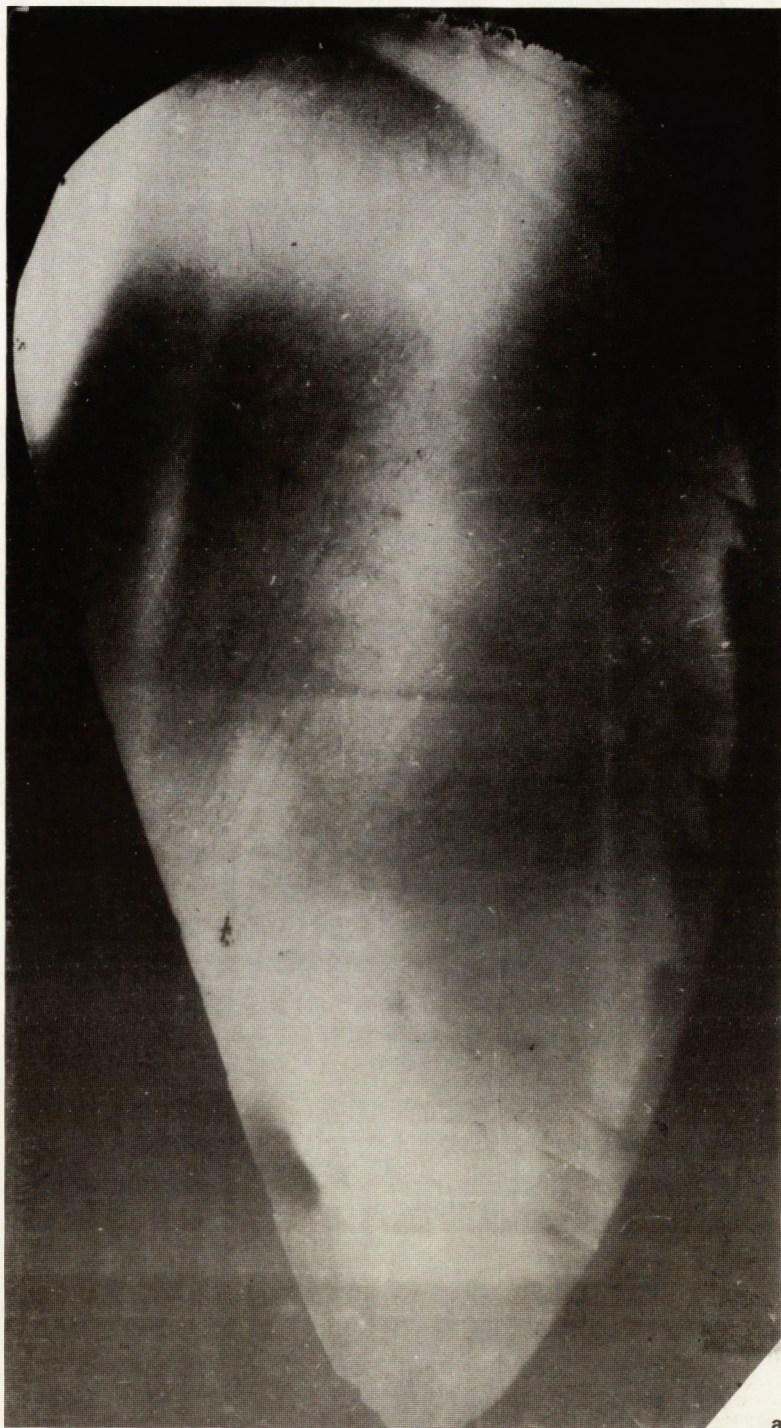


h

Rys. 11. Przykłady mikroskopowych obrazów defektów ujawnionych na płytkach z monokryształu MI
a, b - początek monokryształu; c, d, e, f, g, h, i - końcowa część; a, f, g -
- obrazy po fototrawieniu; b - obrazy po trawieniu AB; c, d - obrazy SEM CL

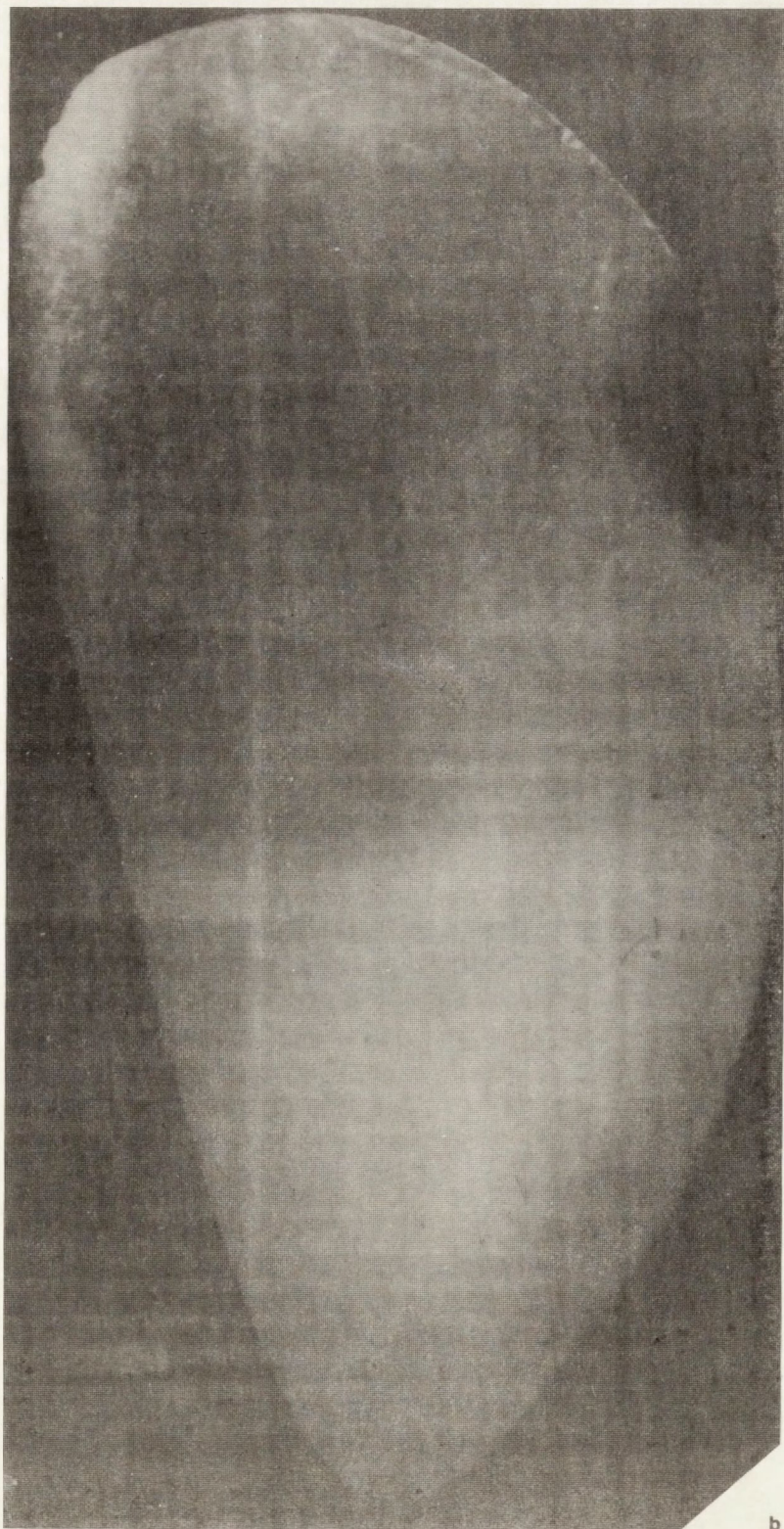


Rys. 12. Topogram Langa próbki GaAs domieszkowanej krzemem nie wykazującej obecności dyslokacji

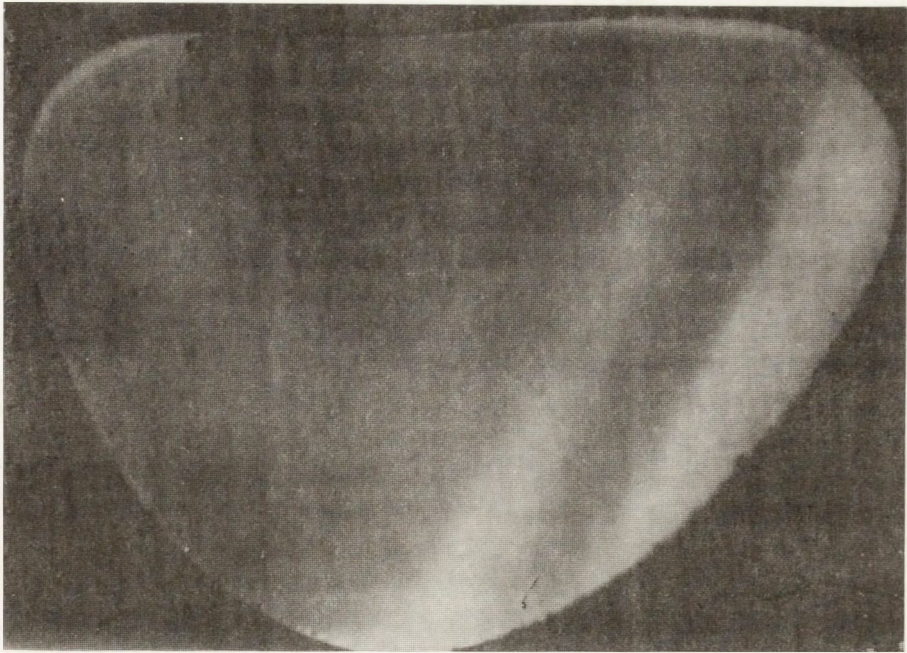


Rys. 13. Topogram dwukrystaliczne próbki GaAs:Si o niewielkiej liczbie dyslokacji

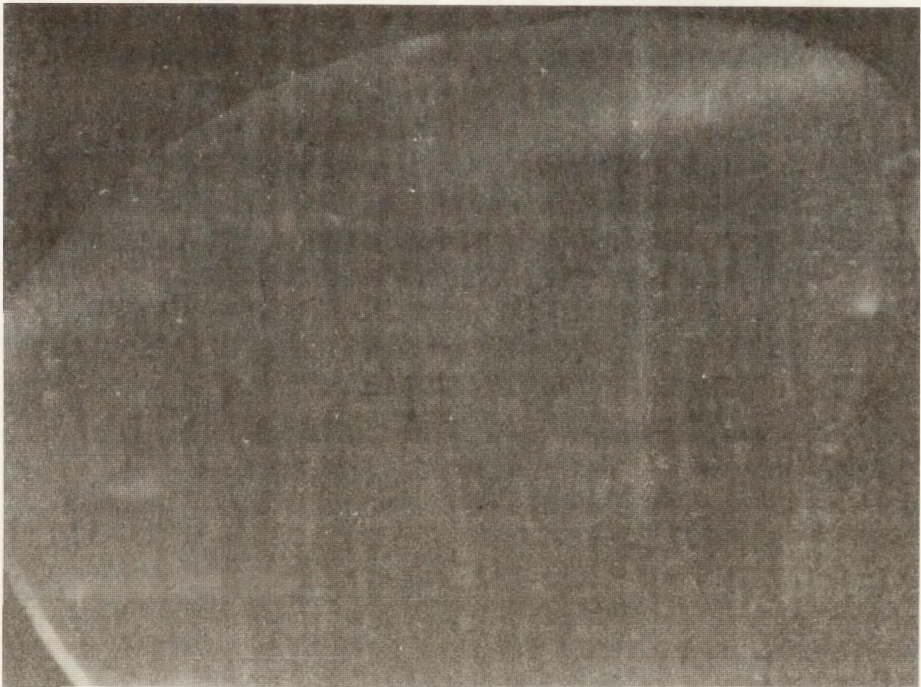
a



Rys. 13. Topogram dwukrystaliczne próbki GaAs:Si o niewielkiej liczbie dyslokacji



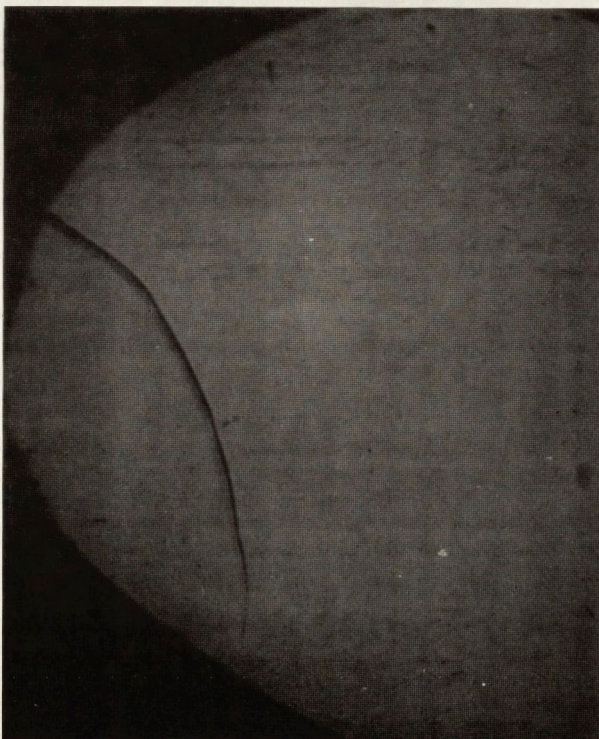
a



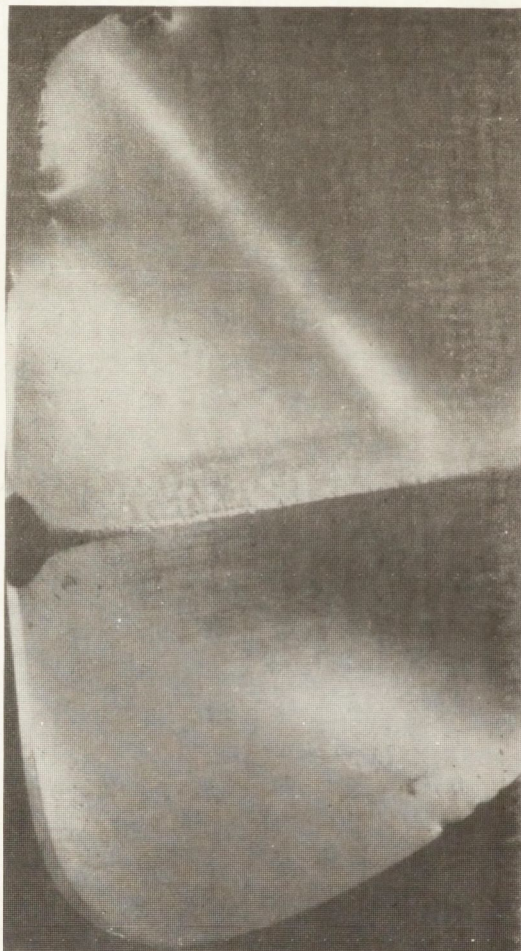
b

Rys. 14. Topogramy dwukrystaliczne dwu próbek wyciętych z różnych miejsc tego samego monokryształu GaAs:Si

<http://rcin.org.pl>



Rys. 15. Topogram Langa innej próbki GaAs:Si o niewielkiej liczbie dyslokacji

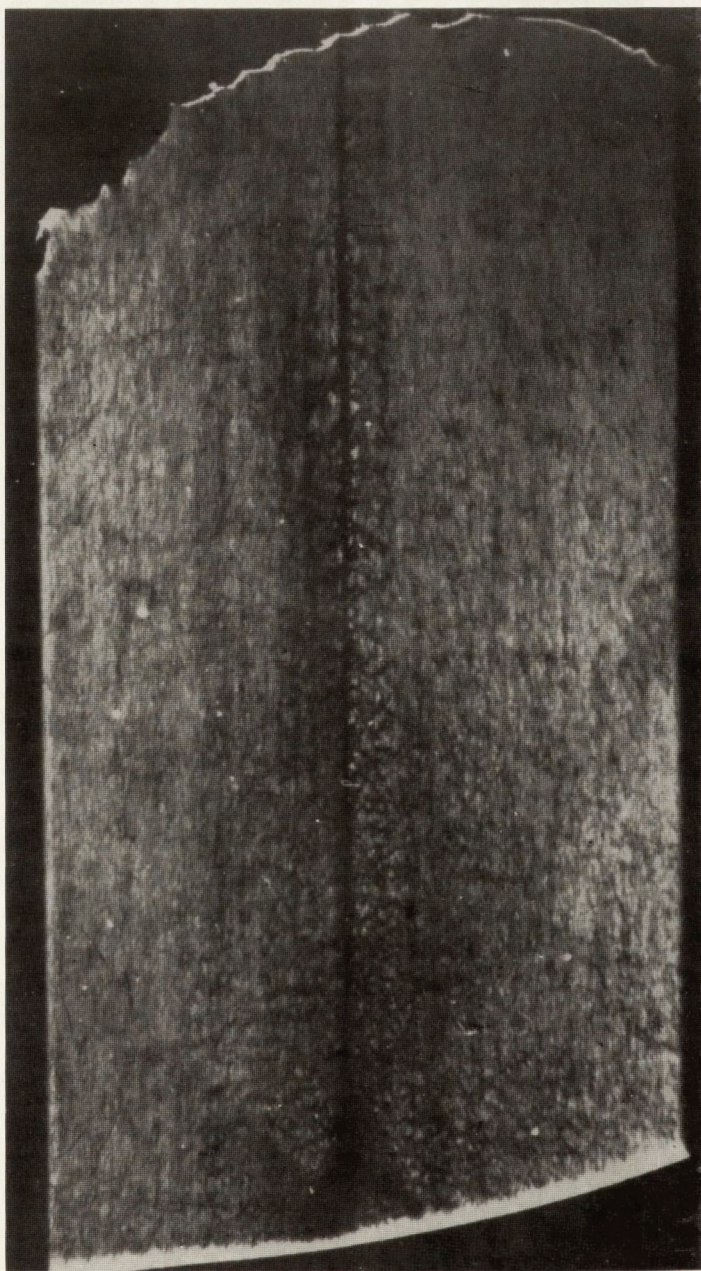


b



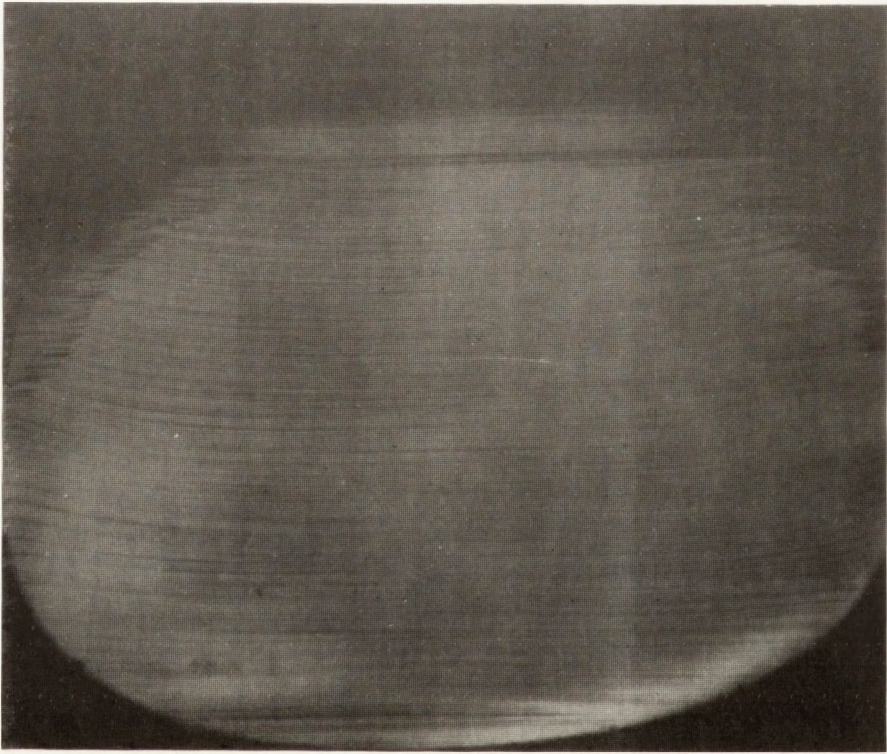
<http://rcin.org.pl>

b

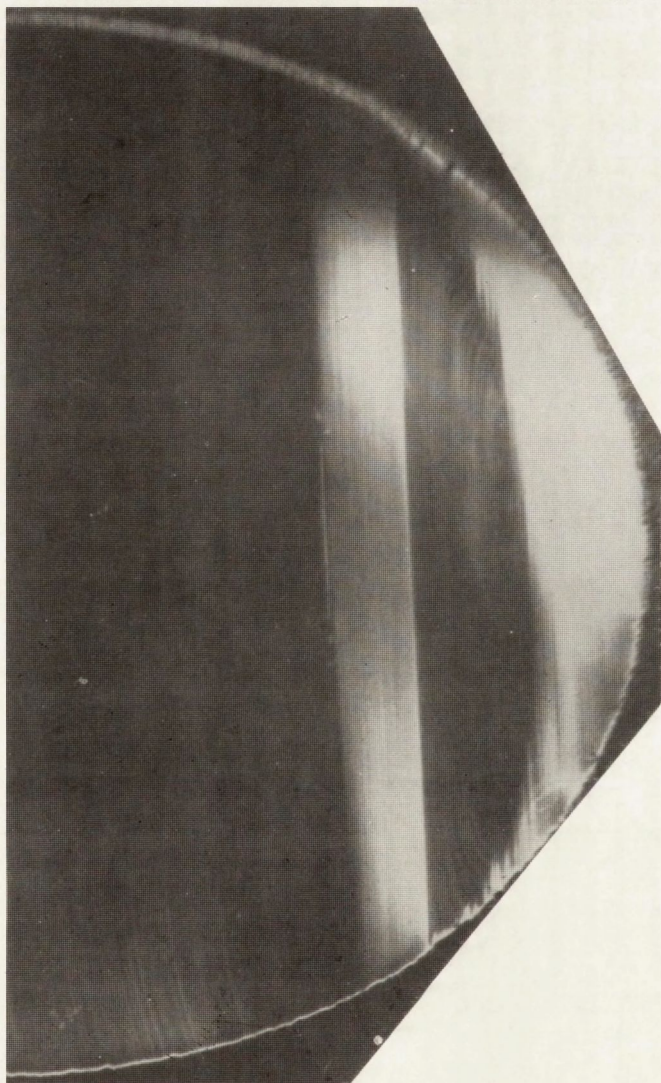


c

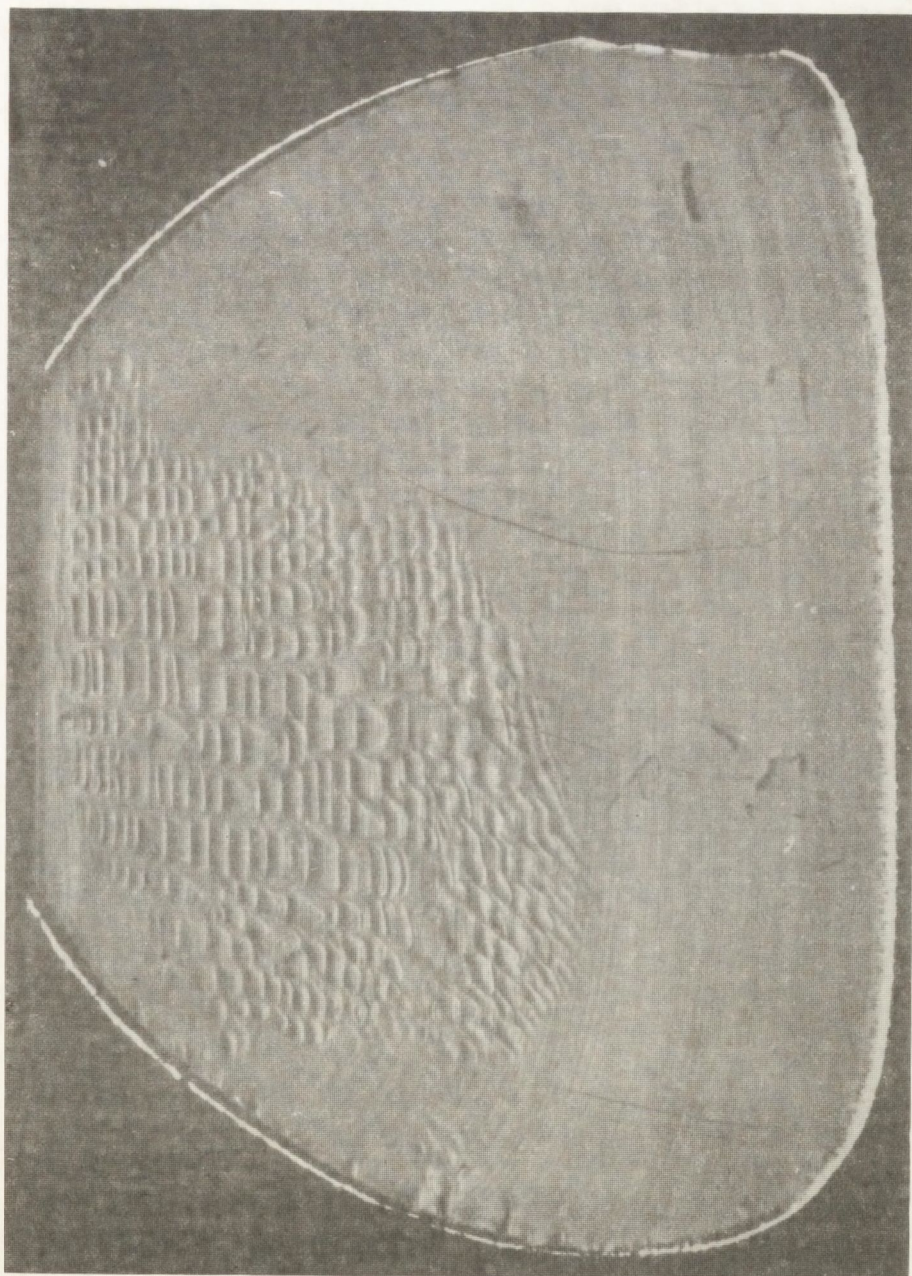
Rys. 16. Porównanie topogramów uzyskanych trzema metodami dla kryształu GaAs:Si zawierającego strukturę komórkową
a - topogram dwukrystaliczny, b - topogram Berga-Barretta, c - topogram Langa



Rys. 17. Topogram dwukrystaliczny próbki monokryształu GaAs:(Si + In)

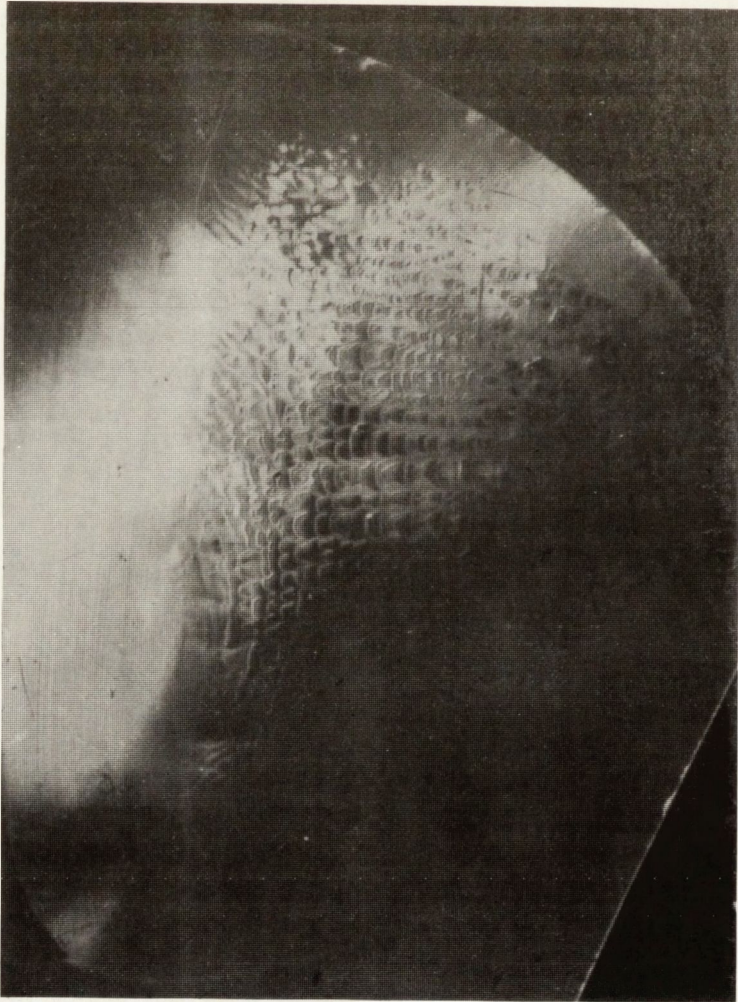


Rys. 18. Topogram dwukrystaliczny z próbki z kolejnego monokrystalu GaAs:(Si + In)

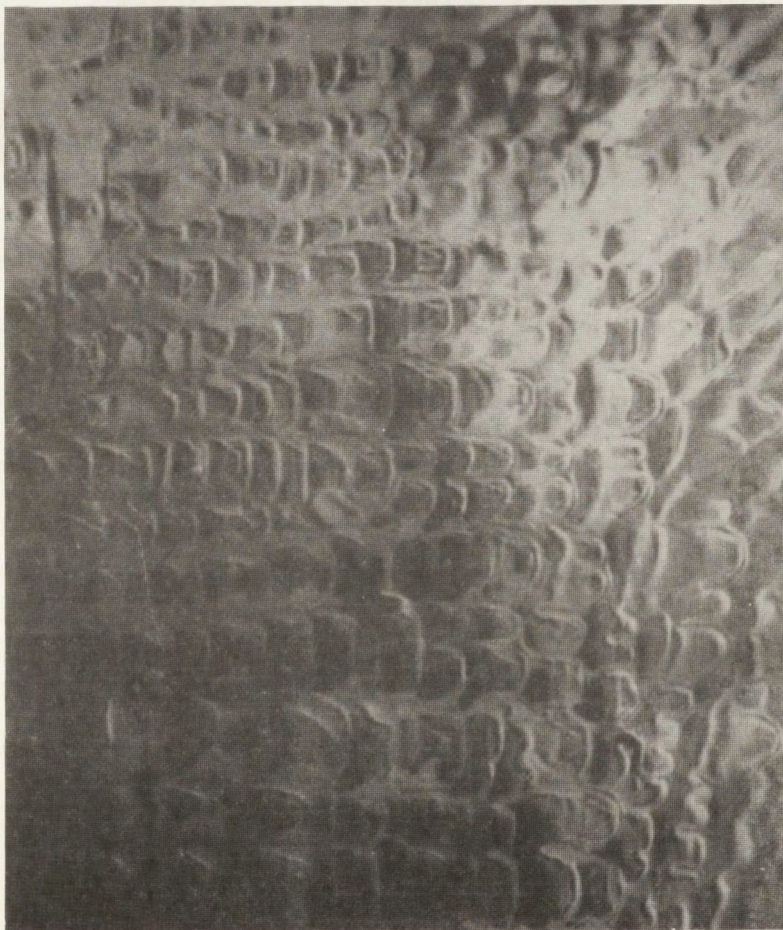




Rys. 19. Topogram transmisyjny Langa próbki z monokryształu GaAs: (Si + In) pokazujący strukturę komórkową
a - topogram
b - powiększenie fragmentu

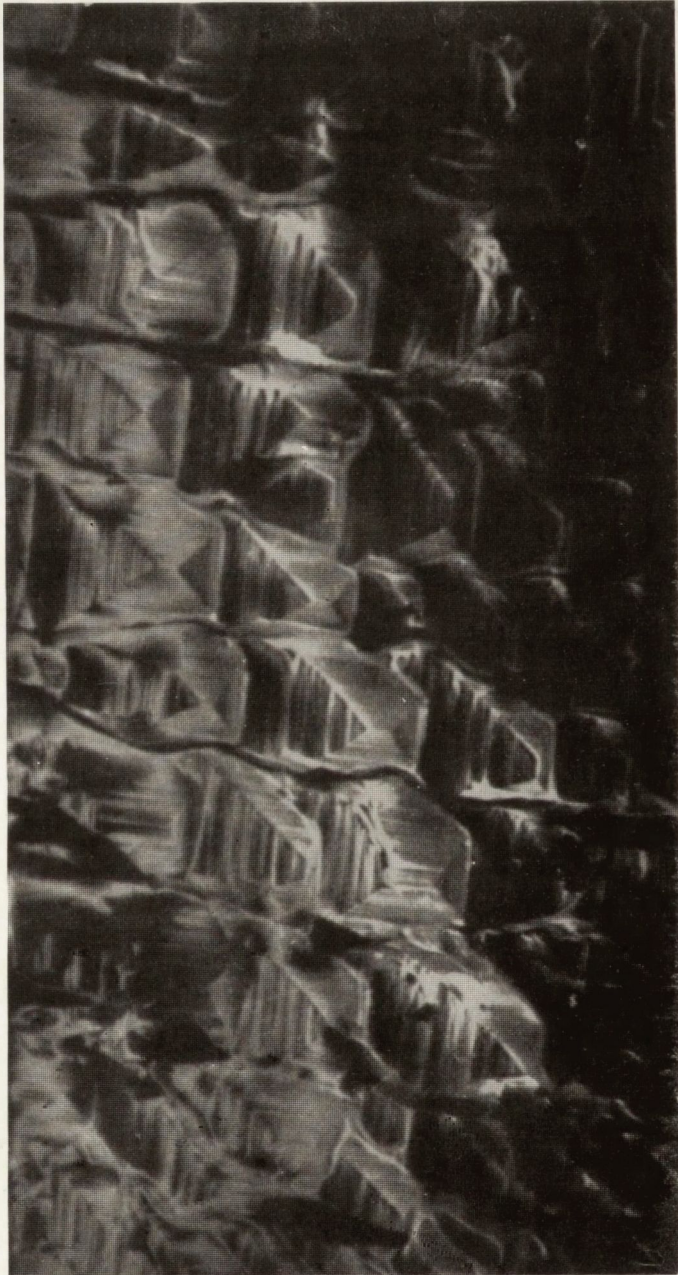
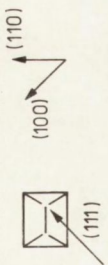


D



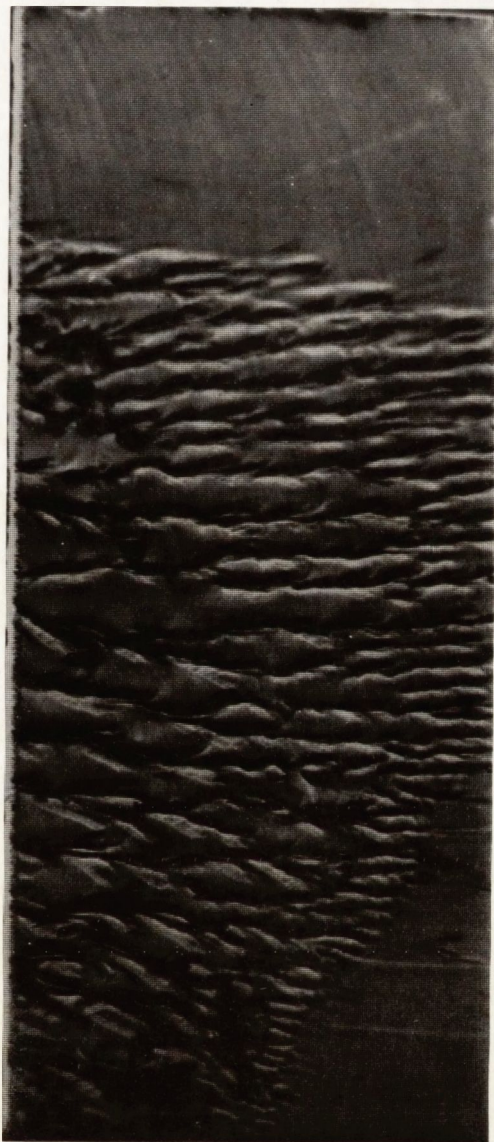
Rys. 20. Topogram dwukrystaliczny próbki z monokryształu GaAs:(Si + In) pokazujący strukturę komórkową
a - topogram
b - powiększenie fragmentu



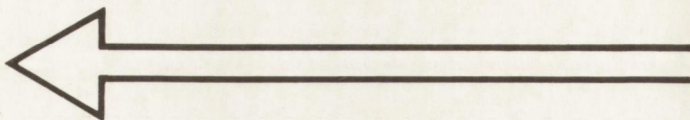


b

Rys. 21. Topogram dwukrystaliczny z końca monokrystalu GaAs: (Si + In) pokazujący w pełni rozwiniętą strukturę komórkową
 a - topogram
 b - powiększenie fragmentu



Rys. 22. Topogram Langa próbki wyciętej z końca monokryształu GaAs: (Si + In) wzdłuż osi wzrostu płaszczyzn (112) pokazującej strukturę komórkową



WYDAWNICTWA PRZEMYSŁOWE WEMA

opracowują i wydają na zlecenie przedsiębiorstw przemysłowych publikacje z zakresu informacji techniczno-handlowej, w szczególności:

- katalogi wyrobów, katalogi części wymiennych, karty katalogowe,
- informatory,
- dokumentacje techniczno-ruchowe,
- instrukcje obsługi, naprawy, bhp,
- taryfikatory, normatywy, indeksy wyrobów, indeksy materiałowe,
- książki i karty gwarancyjne,
- druki reklamowe, ulotki, prospekty, foldery.

WEMA oferuje również obsługę wydawniczą:

- targów,
- konferencji,
- sympozjów.

WYDAWNICTWA PRZEMYSŁOWE WEMA

ul. Daniłowiczowska 18, 00-950 Warszawa

Telefony:

Centrala

27-54-56 do 59

Dyrektor i Naczelny Redaktor

27-21-17

Z-ca Dyrektora ds. Technicznych

27-56-13

Zlecenia przyjmują:

Redakcja Katalogów i Publikacji Ciągłych

27-49-47 lub

27-54-56, wewn. 41

Redakcja Wydawnictw Firmowych

635-62-78 lub

27-54-56, wewn. 44

