

Badania heteroepitaksjalnych warstw $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x/\text{GaAs}$ za pomocą skaningowej i prześwietleniowej mikroskopii elektronowej

1. WSTĘP

Podczas epitaksjalnego wzrostu heteroepitaksjalnych warstw roz-
tworów stałych niedopasowanie sieci krystalicznej podłoża i warstwy
jest przyczyną istnienia naprężeń. Naprężenia te relaksują przez
wytworzenie dyslokacji niedopasowania. Rodzaj i liczba dyslokacji
niedopasowania zmieniają się we wzrastającej warstwie o stopniowo
zmieniającym się udziale składników roztworu.

Przy produkcji przyrządów optoelektronicznych są wymagane
warstwy epitaksjalne o małej liczbie defektów strukturalnych w ob-
szarze warstwy o stałym składzie, ponieważ defekty strukturalne bę-
dące źródłem rekombinacji niepromienistej obniżają wydajność świe-
cenia tych przyrządów. Ważnym problemem jest badanie defektów
strukturalnych nie tylko w obszarach warstw o stałym składzie, lecz
również w obszarach warstw o zmiennych składzie, ponieważ poz-
wala to na poznanie mechanizmu generacji i rozprzestrzeniania się
defektów strukturalnych w procesie wzrostu warstw epitaksjalnych.

Celem pracy jest przedstawienie przykładu wyników badań defek-
tów struktury w serii heteroepitaksjalnych warstw $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ ($x = 0,4$)
na podłożu GaAs.

W badaniach posługiwano się dwoma uzupełniającymi się metoda-
mi: obserwacją defektów w obrazach katodoluminescencyjnych oraz
określanie rodzaju tych defektów w wybranych obszarach, za po-
mocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej.

2. TECHNIKA EKSPERYMENTALNA

Katodoluminescencyjne obrazy rozkładu defektów strukturalnych otrzymywano za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM), wykorzystując jeden z efektów oddziaływania wiązki elektronów z ciałem stałym o własnościach luminescencyjnych. W monokryształach o własnościach luminescencyjnych rekombinacja par: elektron-dziura, generowanych przez wysokoenergetyczną wiązkę elektronów, wytwarza promieniowanie widzialne lub podczerwone dzięki przejściom radiacyjnym: pasmo przewodnictwa-pasmo walencyjne lub poprzez dodatkowe poziomy w przerwie energetycznej. Istnienie tych poziomów jest spowodowane obecnością domieszek lub defektów strukturalnych. W większości przypadków są one centrami rekombinacji niepromienistej i zmieniają jasność obrazu promieniowania odzwierciane na lampie obrazowej. Skaning wiązką elektronów pewnego obszaru materiału daje możliwość odwzorowania rozkładu obszarów o zwiększonej rekombinacji niepromienistej.

Metoda obserwacji defektów strukturalnych za pomocą obrazów katodoluminescencji jest bardzo korzystna, gdyż jest metodą nieniszcząca oraz ujawnia tzw. czynne defekty strukturalne wpływające na własności rekombinacyjne. Obrazy defektów strukturalnych otrzymuje się w postaci ciemnych obszarów o różnym kształcie (plamki, linie) i o różnym stopniu zaczernienia. Obserwacje powierzchni warstw dają w wyniku obraz rodzaju i sposobu rozkładu defektów w obszarze przypowierzchniowym o grubości kilku mikrometrów. Obserwacje obrazów promieniowania katodoluminescencyjnego z przełomów płytek z warstwami epitaksjalnymi, ustawionych prostopadle do padającej wiązki elektronów, pozwalają na oszacowanie grubości obszarów warstw o zmiennym i stałym składzie. Jest to element pomocniczy dla przygotowywania preparatów do badań w transmisyjnym mikroskopie elektronowym (TEM) z obszarów położonych na określonych głębokościach w warstwach epitaksjalnych.

Przy ukośnym ustawieniu przełomów w stosunku do padającej wiązki elektronów możliwa jest obserwacja rozprzestrzeniania się defektów od warstwy o zmiennym składzie poprzez warstwę o stałym składzie. Obrazy katodoluminescencyjne miały w stosowanych warunkach eksperymentu stosunkowo niewielką zdolność rozdzielczą ($\sim 5 \mu\text{m}$) i w przypadku istnienia defektów o dużej gęstości nie było można otrzymać obrazów poszczególnych defektów (np. dysloka-

cje niedopasowania w warstwie przejściowej lub ich skupiska przechodzące do warstwy o stałym składzie).

Określanie rodzaju poszczególnych defektów w warstwach epitaksjalnych oraz otrzymywanie ich obrazów w obszarach zagęszczeń możliwe było za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Można określić rodzaj obserwowanych defektów stosując ich pośrednie odwzorowanie w TEM, dzięki różnicom w natężeniu wiązki przechodzącej przez preparat, związanym z lokalnymi zmianami warunków dyfrakcji (spowodowanymi deformacją sieci krystalicznej w pobliżu defektu).

W celu możliwości obserwacji defektów istniejących w różnych obszarach warstw epitaksjalnych przygotowywano preparaty w postaci cienkich folii z tych interesujących obszarów warstw. Celem otrzymania folii z obszarów położonych na różnych głębokościach warstwy próbki ścieniano chemicznie, prostopadle do powierzchni warstw. Opracowano również metodę przygotowywania cienkich folii z przekrojów poprzecznych warstw. Umożliwiło to obserwację rodzaju, gęstości i konfiguracji defektów od podłoża, poprzez warstwę o zmiennym i stałym składzie aż do powierzchni.

3. WYNIKI BADAŃ

Badane warstwy epitaksjalne $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x/\text{GaAs}$ były wytwarzane w Zakładzie Związków Półprzewodnikowych ITME metodą wzrostu z fazy gazowej. Podłoża GaAs o oporności $0,08 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{m}$ były domieszkowane Te. Warstwy epitaksjalne wzrastały na podłożach o orientacji $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ z odchyleniem $1-2^\circ$ w kierunku $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$. Udział atomów fosforu x w roztworze stałym $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ wynosił 0,4, warstwy były domieszkowane Te o koncentracji domieszki w przedziale $(4-41) \times 10^{10} \text{ m}^{-3}$

Na podstawie różnic w cechach charakterystycznych obrazów katodoluminescencyjnych rozkładów defektów w badanej serii warstw epitaksjalnych wyróżniono dwie grupy. Do pierwszej grupy zaliczono warstwy, których obrazy katodoluminescencyjne powierzchni charakteryzowały się przewagą lokalnych zaczernień w stosunku do liniowych zaczernień tworzących węższe lub szersze pasma. Do drugiej grupy zaliczono te warstwy, których obrazy katodoluminescencyjne wykazywały przewagę ciemnych pasm leżących równoległe do jednego z kierunków $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$.

Jak wykazano w pracy [1], ciemnym plamkom na obrazach katodoluminescencyjnych odpowiadają pojedyncze dyslokacje nachylone, występujące w obszarze warstwy o stałym składzie, wąskim ciemnym liniom odpowiada sieć dyslokacji niedopasowania leżących równoległe do płaszczyzny wzrostu warstwy, natomiast szerszym, ciemnym pasmom odpowiada prawdopodobnie układ równoległych dyslokacji o większym zagęszczeniu.

Na rys. 1 przedstawiono przykłady obrazów defektów strukturalnych obserwowanych w pierwszej grupie warstw epitaksjalnych.

Na rys. 1a i 1b przedstawiono katodoluminescencyjne obrazy powierzchni warstwy epitaksjalnej. Świadczą one o tym, że w badanym obszarze warstwy o stałym składzie przeważają dyslokacje nachylone o gęstości mniejszej niż 10^5 cm^{-2} . Skupiska dyslokacji oraz dyslokacje równoległe do powierzchni występowały tylko sporadycznie.

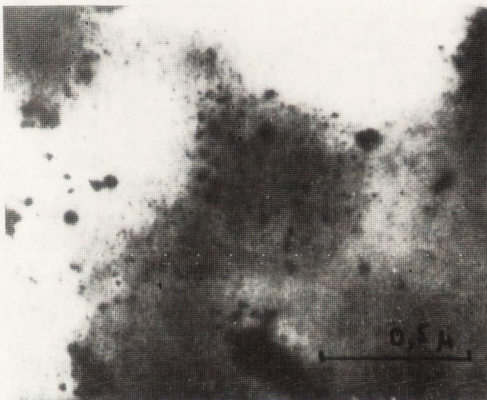
Na rys. 1c i 1d przedstawiono elektrono-mikroskopowe obrazy z powierzchni tej warstwy. Zarejestrowano tylko wydzielenia o średnicy ok. $0,1 \mu\text{m}$. Brak obrazów dyslokacji świadczy o tym, że ich gęstość jest mniejsza niż 10^6 cm^{-2} , co potwierdza oszacowanie gęstości dyslokacji z obrazów katodoluminescencyjnych (przy tej gęstości jest bardzo małe prawdopodobieństwo znalezienia obrazu defektu w TEM). Rys. 1e przedstawia przykład typowej sieci dyslokacji niedopasowania występujących w obszarze warstwy o zmiennym składzie.

Na rys. 1f i 1g przedstawiono obraz dyslokacji również z obszaru warstwy o zmiennym składzie, lecz położonego bliżej podłoża. Ich cechą charakterystyczną jest ułożenie tylko w jednym z kierunków $\langle 110 \rangle$. Na podstawie obserwowanego na zdjęciach kontrastu widać, że dyslokacje te kończą się na jednej z powierzchni elektrono-mikroskopowego preparatu, nie są więc równoległe do powierzchni wzrostu warstwy.

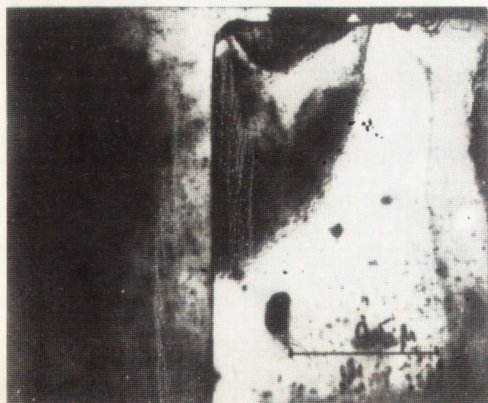
Na rys. 2 przedstawiono przykład wyników obserwacji defektów strukturalnych w jednej z warstw epitaksjalnych zaliczonych do drugiej grupy. Na rys. 2a podano przykład katodoluminescencyjnego odwzorowania defektów na powierzchni warstwy epitaksjalnej. Obserwowano tu przewagę ciemnych pasm ułożonych w jednym z kierunków $\langle 110 \rangle$ w stosunku do lokalnych zaczerwień. Na rys. 2b przedstawiono katodoluminescencyjny obraz przełomu ustawionego ukośnie do padającej wiązki elektronów. Taki obraz daje informację o



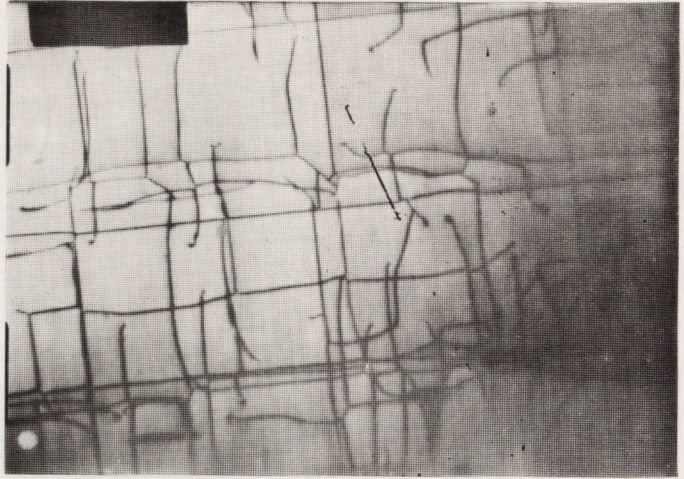
Rys. 1a, b. Obraz katodoluminescencyjny powierzchni



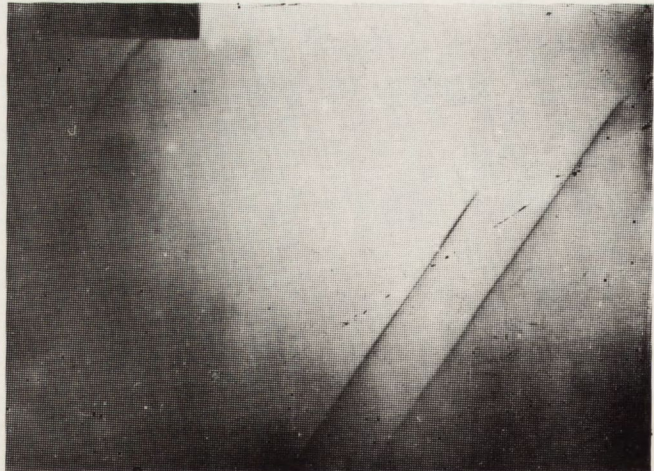
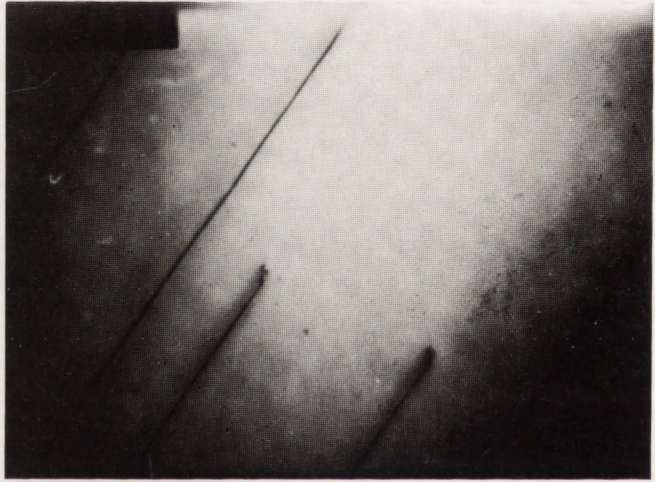
Rys. 1c. Obraz elektrono-mikroskopowy powierzchni



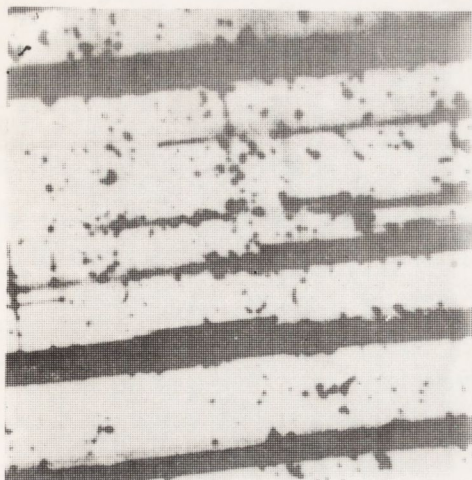
Rys. 1d. Obraz elektrono-mikroskopowy powierzchni; widoczne pęknięcie preparatu



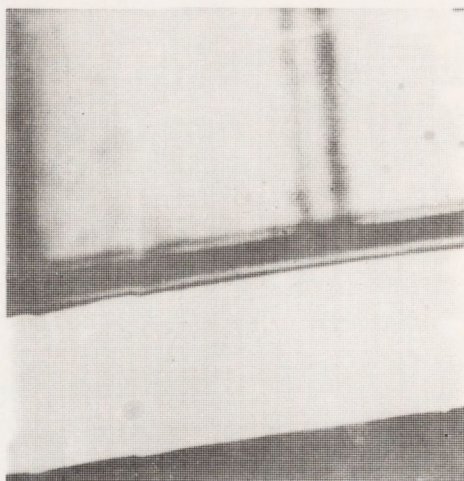
Rys. 1e. Obraz elektrono-mikroskopowy z obszaru warstwy o zmiennym składzie



Rys. 1f, g. Obraz elektrono-mikroskopowy z obszaru warstwy o zmiennym składzie w pobliżu podłoża



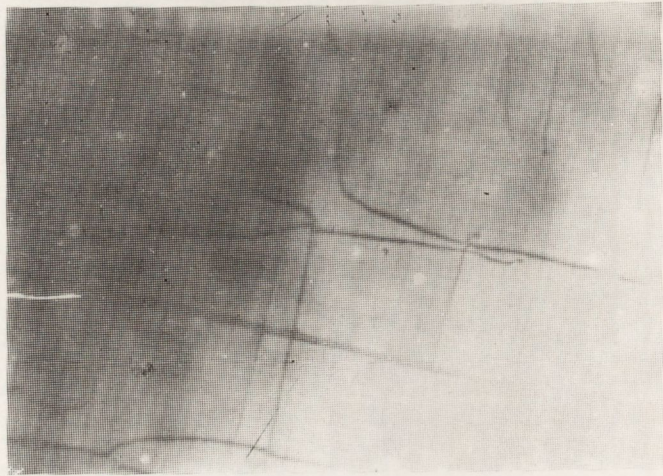
Rys. 2a. Obraz katodoluminescencyjny powierzchni



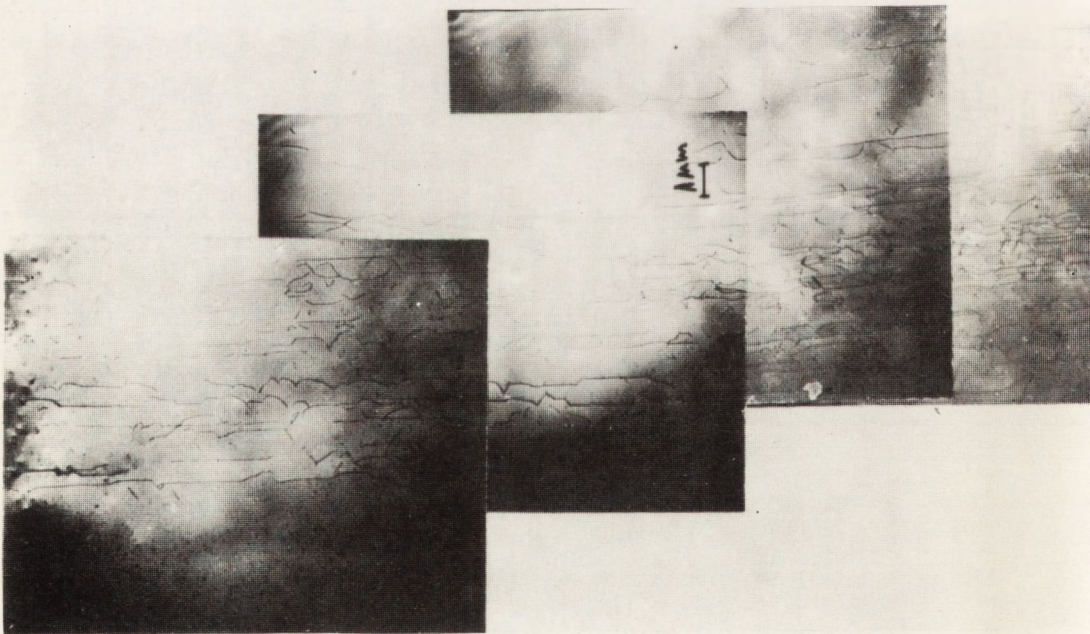
Rys. 2b. Obraz katodoluminescencyjny przekroju



Rys. 2c, d, e. Obraz elektrono-mikroskopowy obszaru warstwy o zmiennym składzie



Rys. 2f. Obraz elektrono-mikroskopowy obszaru warstwy o zmiennym składzie



Rys. 3. Zestaw elektrono-mikroskopowych obrazów z przekroju poprzecznego warstwy epitaksjalnej

grubościach poszczególnych obszarów warstwy i podłoża oraz informację o rozkładzie defektów w tych obszarach. Ciemne pionowe pasma w górnej części zdjęcia z przełomu wskazują na istnienie układów dyslokacji przechodzących od warstwy o zmiennym składzie poprzez warstwę o stałym składzie i leżących w płaszczyznach poślizgu $\{1\ 1\ 1\}$.

Na rys. 2c, d, e i f przedstawiono przykłady obrazów defektów strukturalnych obserwowanych w obszarze warstwy o zmiennym składzie. Obserwowano sieć dyslokacji niedopasowania równoległych do powierzchni warstwy oraz dyslokacji przechodzących przez preparat pod pewnym kątem do jego powierzchni. Na rys. 2c, d, e jest widoczna anizotropia rozkładu dyslokacji niedopasowania w dwóch prostopadłych kierunkach $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$. Istnieje możliwość, że anizotropowy rozkład dyslokacji niedopasowania w obszarze warstwy o zmiennym składzie ma wpływ na anizotropowy rozkład defektów istniejących w obszarze warstwy o stałym składzie, widoczny na obrazie katodoluminescencyjnym z powierzchni warstwy (rys. 2a).

Na rys. 3 przedstawiono przykład możliwości prześledzenia rodzaju oraz zmian gęstości i konfiguracji defektów strukturalnych w poprzek całej płytki z warstwą epitaksjalną. Na rysunku tym przedstawiono zestaw obrazów defektów strukturalnych obserwowanych we fragmencie warstwy rozciągającym się na całą grubość obszaru warstwy o zmiennym składzie. Dolna część fotografii odpowiada granicy z podłożem, górna część pochodzi z obszaru granicznego warstwy o zmiennym i stałym składzie (na fotografii nie uwzględniono obrazu podłoża i warstwy o stałym składzie ze względu na zbyt małą dla TEM gęstość defektów). W centralnej części obserwowanego obszaru jest widoczna większa gęstość dyslokacji niedopasowania w porównaniu z obszarami sąsiednimi.

Badanie cienkich folii z przekrojów poprzecznych daje możliwość prześledzenia w jednym preparacie rozkładu defektów w całym przekroju płytki z warstwą epitaksjalną.

Badanie cienkich folii przygotowywanych metodą ścieniania w kierunku prostopadłym do powierzchni warstw epitaksjalnych daje informację o rozkładzie defektów w obszarze położonym na pewnej głębokości warstwy.

4. WNIOSKI

Omówione przykłady zastosowania metody katodoluminescencyjnego odwzorowania defektów przy wykorzystaniu SEM i prześwietleniowej mikroskopii elektronowej wskazują na celowość ich łączenia przy badaniach strukturalnych materiałów półprzewodnikowych o własnościach luminescencyjnych.

Metoda katodoluminescencji przy obserwacji powierzchni w SEM jest korzystna ze względu na jej nieniszczący charakter oraz możliwość prześledzenia rozkładu czynnych defektów strukturalnych w obszarze przypowierzchniowym warstwy epitaksjalnej, w której znajduje się obszar czynny przyrządów świecących. Można w ten sposób przeanalizować całą powierzchnię warstwy epitaksjalnej. Obrazy katodoluminescencji z przełomów dają pewną informację o rozkładzie defektów na przekroju warstwy epitaksjalnej. Przy dużej gęstości defektów nie można było obserwować ich indywidualnie, natomiast było to możliwe przy zastosowaniu prześwietleniowej mikroskopii elektronowej. Ponadto transmisyjna mikroskopia elektronowa pozwalała na przypisanie obrazom katodoluminescencyjnym rodzaju występujących defektów strukturalnych w obserwowanych warstwach.

Omówione wyniki badań z wybranej serii warstw epitaksjalnych wskazują, że zastosowanie tylko jednej z wymienionych metod badawczych daje ograniczoną informację o doskonałości struktury krystalograficznej badanych materiałów.

(Tekst dostarczono 23.08.1982 r.)

LITERATURA

- [1]. Pawłowska M., Toruń J.: II Spotkanie Użytkowników Aparatury Firmy JEOL: Próba korelacji obrazów defektów strukturalnych w warstwach heteroepitaksjalnych $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x/\text{GaAs}$ za pomocą SEM i TEM, Kraków 1979