

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ИЗОВАЛЕНТНОЙ ПРИМЕСИ В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЯХ ФОСФИДА ИНДИЯ

© С.З.Зайнабидинов, С.А.Исламов, В.М.Сафина

Ташкентский государственный университет,
700095 Ташкент, Узбекистан

(Получена 17 февраля 1995 г. Принята к печати 3 июля 1995 г.)

Проведено исследование содержания Bi в твердой фазе InP, выращенного методом жидкокристалльной эпитаксии. Рентгеноспектральный микроанализ интенсивности характеристического излучения Bi в исследуемых образцах InP при сравнении с излучением эталонного образца позволил определить концентрацию Bi. Найден нижний контролируемый предел легирования InP висмутом, мольная доля которого в этом случае составляет $x = 0.0015\%$.

Фосфиды и твердые растворы на их основе обладают рядом свойств, обеспечивающих их широкое применение в полупроводниковой технике. При легировании этих соединений изовалентными примесями они приобретают другие свойства. Например, при легировании InSb висмутом установлено, что помимо ожидавшегося уменьшения ширины запрещенной зоны происходит значительное возрастание концентрации носителей заряда, обусловленное, видимо, вхождением атомов Bi в междоузлия кристаллической решетки матрицы [1].

В данной работе была поставлена задача определения концентрации висмута в твердой фазе фосфида индия, выращенного методом жидкокристалльной эпитаксии, с помощью рентгеноспектрального микроанализа. Измерения концентрации Bi этим методом проводились на приборе «Камебакс» по методике, предложенной в работе [2]. Для определения концентрации висмута интенсивность характеристического рентгеновского излучения исследуемых образцов сравнивалась с интенсивностью такого же излучения для стандартного образца, в качестве которого использовались монокристалл InP и металлический Bi. Энергия первичного пучка электронов составляла 49 кэВ, ток через образец — $8 \cdot 10^{-8}$ А. В качестве кристалла-анализатора использовалась «PET», концентрация висмута определялась по M -линии с длиной волны $\lambda = 5.1 \text{ \AA}$.

В эпитаксиальных слоях содержание висмута мало, поэтому особое внимание уделялось метрологическим характеристикам рентгеноспект-

трального микроанализа, т. е. определялись оптимальное время единичного измерения τ , число измерений n , предел обнаружения примеси K_{\min}^{θ} и относительная ошибка δ_C в определении концентрации изовалентной примеси в зависимости от мольной доли B_i в твердой фазе фосфида индия.

Известно, что суммарное интегральное время измерений равно

$$\tau^* = n\tau + n_{C0}\tau_{C0}, \quad (1)$$

а относительный доверительный интервал при измерении концентрации —

$$\delta_0 = \bar{t}(P, n)\delta_C, \quad (2)$$

где \bar{t} — коэффициент Стьюдента, P — доверительная вероятность определения концентрации. Для повышения точности необходимо стремиться к значению $\bar{t}(P, n) \approx \bar{t}(P, \infty)$, что достигается при $n \geq 10$ для $P = 0.95$. Связь переменных $n\tau$ и $n_{C0}\tau_{C0}$ дается следующим уравнением:

$$\frac{\delta_0^2}{\bar{t}^2(P, n)} = \frac{1}{n\tau} \frac{I + I_b}{(I - I_b)^2} + \frac{1}{n_{C0}\tau_{C0}} \frac{I_{C0} + I_{C0b}}{(I_{C0} - I_{C0b})^2}, \quad (3)$$

где I, I_b, I_{C0}, I_{C0b} — средние значения интенсивности сигнала и фона в единицах имп/с на исследуемых (I, I_b) и стандартных (I_{C0}, I_{C0b}) образцах. Выражая в (3) $n_{C0}\tau_{C0}$ через $n\tau$ и подставляя результат в (1), дифференцируем полученное уравнение и, приравнивая производную к нулю, получаем

$$(n\tau)_{\min} = \frac{\bar{t}^2}{\delta_0^2} \left[\frac{I + I_b}{(I - I_b)^2} + \sqrt{\frac{(I_{C0} + I_{C0b})(I + I_b)}{(I_{C0} - I_{C0b})^2(I - I_b)^2}} \right]. \quad (4)$$

Далее, используя обозначения

$$I/I_b = A, \quad I_{C0}/I_{C0b} = B, \quad (5)$$

получим

$$(n\tau)_{\min} = \frac{\bar{t}^2}{\delta_0^2} \left[\frac{1}{I_b} \frac{A+1}{A-1} + \sqrt{\frac{(B+1)(A+1)}{I_{C0b}I_b(B-1)^2(A-1)^2}} \right]. \quad (6)$$

Величины отношений A и B (5) определялись экспериментальным путем из зависимости интенсивности измеренных линий от длины волны рентгеновского излучения. Установлено, что для эпитаксиальных слоев $\text{InP}(Bi)$ величина $A > 1$, а величина $B \gg 1$. Учитывая последнее неравенство уравнение (6) можно преобразовать к следующему виду:

$$(n\tau)_{\min} = \frac{\bar{t}^2}{\delta_0^2} \left[\frac{1}{I_b} \frac{A+1}{(A-1)^2} \right]. \quad (7)$$

Отложив по оси абсцисс цену деления барабана, врачающегося кристалл-анализатор спектрометра (т. е. величину, связанную с длиной волны рентгеновского излучения), а по оси ординат — относительную величину $(n\tau)_{\min}/\beta$, где $\beta = \bar{t}^2/I_b\delta_0^2$, можно найти величины τ_{\min}, n .

Для нашего случая $\tau_{\min} = 4.6$ с при $n = 10$. Предел обнаружения изовалентной примеси можно определить, пользуясь выражениями, полученными Гиммельфарбом [2]:

$$C_{\min} = f(C_1, C_2 \dots) K_{\min}^{\theta}, \quad (8)$$

где C_{\min} — минимальная концентрация, $f(C_1, C_2 \dots)$ — поправочный множитель, являющийся функцией концентрации всех элементов, входящих в состав образца и определяемый с помощью специальной программы ZAF с ошибкой

$$\delta_C = \frac{1}{I_{C0}} \left(\frac{2I_b}{n\tau K^0} \right)^{1/2}, \quad (9)$$

где $K^0 = (I - I_b)/(I_{C0} - I_{C0b})$ — аналитический сигнал. Зная экспериментальные значения I_b , I_{C0} при постоянных $n\tau = 100$, с помощью формул (8) и (9) можно рассчитать $\delta_C(C)$ или $\delta_C(x)$, где x — мольная доля Bi.

Следует отметить, что анализ измерений, проведенных для висмута в фосфиде индия, показал: если ограничиться сверху допустимой величиной $\delta_C \simeq 20\%$, то нижним контролируемым пределом в случае легирования фосфида индия висмутом является значение $x = 0.0015\%$. Для сравнения можно отметить следующее: определение содержания висмута в эпитаксиальных слоях GaAs показывает, что величина отношения $A = 1$. Так как при $A = 1$ ($n\tau \rightarrow \infty$), оказывается невозможным определение концентрации висмута в слоях GaAs методом рентгеноспектрального микроанализа [3]. Указанное различие между двумя типами полупроводников $A^{III}B^V$ может быть связано, во-первых, с различиями химической природы основных примесей в фосфиде индия и арсениде галлия и, во-вторых, с тем обстоятельством, что добавление изовалентных примесей в растворы-расплавы In-P и Ga-As по-разному влияет на активность основных компонентов III и V групп и, следовательно, на захват примесей в различные подрешетки полупроводникового кристалла.

Авторы выражают благодарность Н.В. Ганиной и В.Б. Уфимцеву за помощь в обсуждении результатов работы.

Список литературы

- [1] А.Ф. Ланцов, Р.Х. Акчурин, В.Г. Зиновьев. Изв. АН СССР. Неорг. матер., 17, 1550 (1981).
- [2] А.Н. Бернер, Ф.А. Гиммельфарб, Т.А. Ухорская. Журн. аналит. химии, 34, 10 (1979).
- [3] Н.В. Ганина, В.Б. Уфимцев, В.И. Фистуль. Письма ЖТФ, 8, 620 (1982).

Редактор Т.А. Полянская

Determination of isovalence impurity concentration in epitaxial layers of indium phosphide

S.Z. Zainabidinov, S.A. Islamov, V.M. Safina

700095 Tashkent, University

Bismuth content in a solid InP obtained by LPE method has been studied. Bismuth concentration was found by the X-ray spectral microanalysis method. The intensity of the characteristic radiation of Bi peculiar to samples in question was compared with that of a standard sample. The lowest controllable limit of doping InP was determined as $x = 0.0015\%$.
