

06

Дефектная структура слоев GaAs, имплантированных ионами азота

© Н.А. Соболев¹, А.Е. Калядин¹, К.В. Карабешкин¹, Р.Н. Кютт¹,
В.М. Микушкин¹, Е.И. Шек¹, Е.В. Шерстнев¹, В.И. Вдовин²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

² Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия
E-mail: nick@sobolev.ioffe.rssi.ru

Поступило в Редакцию 11 декабря 2017 г.

Представлены результаты исследования методами рентгеновской дифракции и просвечивающей электронной микроскопии структурных дефектов, образующихся в эпитаксиальных слоях GaAs при имплантации ионов N⁺ с энергией 250 keV и дозами $5 \cdot 10^{14}$ – $5 \cdot 10^{16}$ см⁻². Аморфизации имплантированного слоя не происходит при всех использованных дозах. После имплантации с дозами $5 \cdot 10^{14}$ и $5 \cdot 10^{15}$ см⁻² на дифракционных кривых наблюдается дополнительный пик, обусловленный формированием напряженного слоя GaAs с положительной деформацией, возникающей благодаря образованию кластеров точечных дефектов. При имплантации с дозой $5 \cdot 10^{16}$ см⁻² в слое формируется плотная структура протяженных дефектов, что сопровождается релаксацией макронапряжений до исходного состояния.

DOI: 10.21883/PJTF.2018.18.46608.17148

В последние годы проводятся обширные исследования, направленные на создание эффективных и интенсивных излучателей на основе разбавленных твердых растворов GaAs_{1-x}N_x для инфракрасной оптоэлектроники [1–11]. Такие структуры изготавливаются с помощью различных методов: металлоорганического химического напыления [1], молекулярно-пучковой эпитаксии [2,5] и ионной имплантации [3,4,6–11]. В литературе практически отсутствуют сведения о деталях технологии получения приборных структур на основе этих растворов и, что особенно важно, о дефектах и их влиянии на свойства твердых растворов. Значительное внимание уделяется развитию имплантационной технологии, позволяющей достаточно просто и эффективно вводить азот в

GaAs с концентрацией выше равновесной. Однако в имплантированном GaAs довольно часто в монокристаллических слоях GaAsN образуются нанокристаллы GaN и GaAsN [3,8]. Образование нанокристаллов может быть связано с генерацией имплантационных дефектов, что требует их изучения и контроля, а также совершенствования способов их устранения. Ранее нами были представлены первые результаты исследования методом обратного резерфордского рассеяния вводимых дефектов в слоях GaAs:N, образующихся при имплантации ионов азота с разными дозами [12]. В настоящей работе продолжено исследование имплантационных дефектов в тех же структурах методами рентгеновской дифракции (РД), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ).

Имплантация ионов N^+ проводилась при комнатной температуре с энергией 250 keV и дозами $5 \cdot 10^{14}$, $5 \cdot 10^{15}$ и $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ в слой GaAs толщиной $\sim 40 \mu\text{m}$, выращенные методом газовой фазной эпитаксии в хлоридной системе на сильнолегированных (100) GaAs-подложках. Проецированный пробег ионов азота R_p составлял 417 nm. Концентрационные профили атомов азота, измеренные с помощью метода вторичной ионной масс-спектрографии, хорошо совпадали с рассчитанными по программе TRIM [13]. Более детально условия формирования слоев GaAs:N описаны в [12]. Измерения с помощью метода РД проводились по двухкристальной схеме с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения и монохроматора Ge(111). Электронно-микроскопические исследования (ПЭМ и ВРЭМ) выполнены с использованием электронного микроскопа JEM-4000EX. Фольги с ориентацией поперечных срезов {110} изготавливались методом оптической полировки с последующим травлением ионами Ar.

На рис. 1 представлены дифракционные кривые, измеренные для симметричного брэгговского отражения (004) на образцах до имплантации и после имплантации с дозой $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$. На дифракционной кривой исходного образца наблюдается два пика. Основной пик обусловлен дифракцией $\text{CuK}\alpha_1$ -излучения на плоскостях (004) в эпитаксиальном слое GaAs. Другой максимум связан с аналогичной дифракцией, но для второй длины волны $\text{CuK}\alpha$ -излучения ($\text{CuK}\alpha_2$). На дифракционной кривой имплантированного образца появляется дополнительный пик со стороны меньших углов, который обусловлен отражением от имплантированного слоя с положительной деформацией. Величина последней, определяемая исходя из углового расстояния между пиками от матрицы

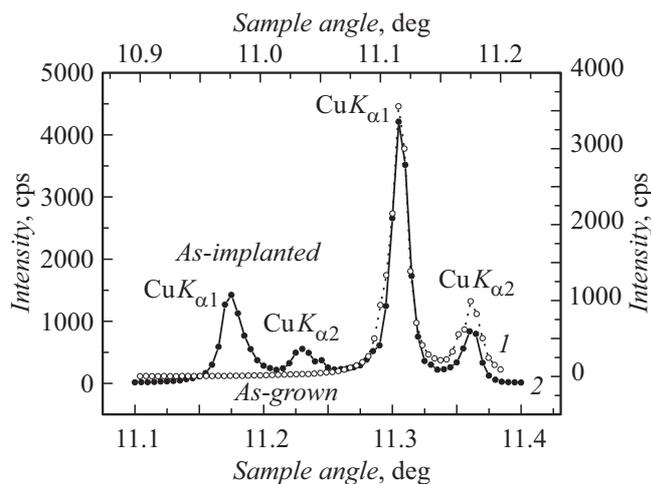


Рис. 1. Дифракционные кривые, измеренные для симметричного брэгговского отражения GaAs(004) ($\omega-2\theta$) на образцах до (1) и после имплантации с дозой $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ (2). Для исходного образца оси координат даны сверху и справа, для имплантированного — снизу и слева.

и имплантированного слоя, равна $3.1 \cdot 10^{-3}$. Для второй длины волны в CuK_α -излучении также наблюдается второй максимум от имплантированного слоя. Угловое расстояние между пиками для обеих длин волн одинаковое. Толщина слоя с положительной деформацией кристаллической решетки оценивалась по интегральной интенсивности соответствующего пика с использованием формулы динамической теории дифракции и составила $\sim 800 \text{ nm}$. Эта величина практически совпадает с толщиной слоя, содержащего имплантированные атомы азота. Для образца с дозой имплантации $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ дифракционная кривая имеет аналогичную форму, но угловое расстояние между дифракционными максимумами несколько уменьшилось, что соответствует уменьшению деформации в имплантационном слое до уровня $2.9 \cdot 10^{-3}$. Оценочная толщина деформированного слоя практически не изменилась. Для образца с наибольшей дозой имплантации $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$, наоборот, дифракционная кривая сильно отличается: отсутствует пик от деформированного слоя, что указывает на отсутствие упругих напряжений

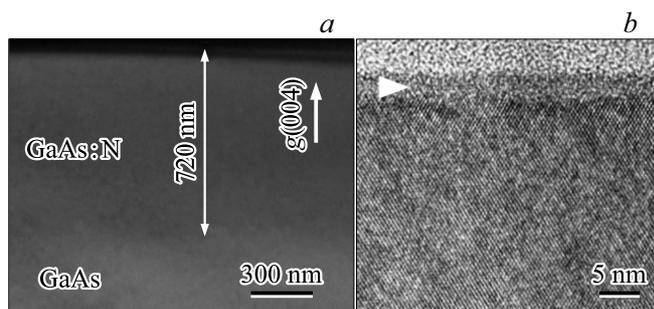


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения (110) поперечных срезов имплантированных образцов GaAs:N. *a* — ПЭМ, имплантированная область, доза $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, *b* — ВРЭМ, приповерхностная область, доза $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$.

в материале. Появление дополнительного пика на дифракционных кривых от имплантированных образцов не согласуется с возможным образованием твердого раствора GaAsN, поскольку деформация в этом случае должна быть отрицательной из-за меньшей величины атомного радиуса азота по сравнению с атомным радиусом мышьяка (0.70 и 1.18 Å соответственно). Скорее всего, фиксируемая положительная деформация слоя обусловлена радиационными дефектами, что характерно для имплантации без последующего отжига.

В образцах с дозами имплантации $\leq 5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ наблюдается изменение электронно-микроскопического контраста в приповерхностной области глубиной около 720 nm (рис. 2, *a*) по сравнению с контрастом остальной части подложки GaAs. Эта величина согласуется с толщиной слоя, содержащего имплантированные атомы азота. Картина электронной микродифракции (МКД) от этой области соответствует монокристаллическому материалу. На ПЭМ-изображениях, полученных в условиях двулучевой дифракции, не обнаружены наноразмерные области с деформационным контрастом, что свидетельствует об однородном состоянии кристаллической решетки в имплантированных слоях. ВРЭМ-изображения приповерхностной области (рис. 2, *b*) этих пластин характерны для кристаллической решетки GaAs. Общим структурным элементом для всех исследованных образцов, включая образец с наибольшей дозой имплантации, является присутствие на

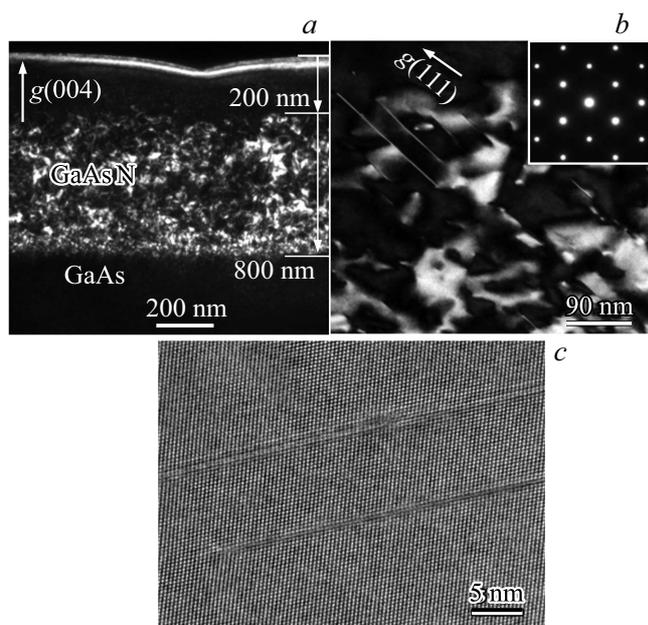


Рис. 3. Темнопольные изображения ПЭМ (*a, b*) и ВРЭМ (*c*) дефектов в образце GaAs:N с дозой $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. *a* — общий вид поперечного среза с полосой имплантационных дефектов, *b* — увеличенный фрагмент верхней области полосы дефектов, *c* — петли Франка. На вставке (часть *b*) — картина МКД от области с протяженными дефектами.

поверхности пластин аморфного слоя (отмечен стрелкой на рис. 2, *b*) толщиной около 3 нм, который предположительно может быть связан с собственным окислом GaAs.

В образце с дозой имплантации $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ наблюдается развитая система протяженных дефектов, распространяющаяся по глубине от 200 до 800 нм от поверхности (рис. 3, *a*). Данная система дефектов представлена в основном петлями Франка и полными петлями, являющимися результатом трансформации петель Франка. Размеры дефектов заметно уменьшаются, а их плотность увеличивается по глубине. Наиболее крупные петли Франка с размерами в диапазоне 50–100 нм наблюдаются в верхней части дефектной области (рис. 3, *b*) в условиях двулучевой

дифракции в отражениях типа $\langle 111 \rangle$. Приведенная на вставке картина МКД соответствует матрице GaAs и свидетельствует об отсутствии в пределах дефектной области преципитатов/нанокристаллов другой фазы. ВРЭМ-изображения демонстрируют наличие петель Франка внедренного типа со сложным электронно-микроскопическим контрастом вдоль плоскости дефекта упаковки (рис. 3, с). Наличие такого контраста обычно является следствием внедрения в плоскость дефекта упаковки атомов имплантированного элемента или разного рода преципитатов. Можно предположить, что в случае формирования протяженных дефектов атомы азота оказываются локализованными на структурных дефектах.

Таким образом, с помощью метода РД установлено, что после имплантации ионов азота с дозами $5 \cdot 10^{14}$ и $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ в приповерхностном слое образуется напряженный монокристаллический слой GaAs:N толщиной $\sim 800 \text{ nm}$ с положительной деформацией кристаллической решетки $\sim 3.1 \cdot 10^{-3}$ и $2.9 \cdot 10^{-3}$ соответственно. В образце с наибольшей дозой имплантации $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ упругая деформация слоя отсутствует. Анализ дефектной структуры методами ПЭМ и ВРЭМ показал отсутствие аморфизации слоев при всех использованных дозах имплантации ионов азота ($5 \cdot 10^{14} - 5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$). Вероятной причиной возникновения упругой деформации кристаллической решетки в имплантированных слоях с низкими дозами имплантации является образование кластеров точечных дефектов. При имплантации ионов азота с дозой $5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ происходит трансформация кластеров в протяженные дефекты (петли Франка и полные петли).

Авторы выражают благодарность В.Н. Пантелееву за предоставление образцов с эпитаксиальными слоями и Н.М. Шмидт за плодотворное обсуждение полученных результатов.

Работа поддержана Российским научным фондом (проект № 17-19-01200).

Список литературы

- [1] *Weyers M., Sato M., Ando H.* // Jpn. J. Appl. Phys. 1992. V. 31. Pt 2. N 7A. P. L853–L855.
- [2] *Жуков А.Е., Семенова Е.С., Устинов М.В., Weber E.R.* // ЖТФ. 2001. Т. 71. В. 10. С. 59–64.

- [3] *Weng X., Clarke S.J., Ye W., Kumar S., Goldman R.S., Daniel A., Clarke R., Holt J., Sipowska J., Francis A., Rotberg V.* // *J. Appl. Phys.* 2002. V. 92. N 7. P. 4012–4018.
- [4] *Yu K.M., Walukiewicz W., Scarpulla M.A., Dubon O.D., Wu J., Jasinski J., Liliental-Weber Z., Beeman J.W., Pillai M.R., Aziz M.J.* // *J. Appl. Phys.* 2003. V. 94. N 2. P. 1043–1049.
- [5] *Мамутин В.В., Егоров А.Ю., Крыжановская Н.В., Михрин В.С., Надточий А.М., Пурогов Е.В.* // *ФТП.* 2008. Т. 42. В. 7. С. 823–830.
- [6] *Mikoushkin V.M., Bryzgalov V.V., Gordeev Yu.S., Nikonov S.Yu., Solonitsina A.P., Zhuravleva A.A., Brzhezinskaya M.M.* // *Phys. Status Solidi C.* 2009. V. 6. N 12. P. 2655–2657.
- [7] *Majlinger Z., Bozanic A., Petravic M., Kim K.-J., Kim B., Yang Y.-W.* // *Vacuum.* 2010. V. 84. N 1. P. 41–44.
- [8] *Woo H.-J., Kim G.-D., Choi H.-W., Kim J.-K.* // *J. Korean Phys. Soc.* 2012. V. 60. N 3. P. 383–387.
- [9] *Gao K., Prucnal S., Skorupa W., Helm M., Zhou S.* // *J. Appl. Phys.* 2013. V. 114. N 9. P. 093511.
- [10] *Gao K., Prucnal S., Skorupa W., Helm M., Zhou S.* // *Appl. Phys. Lett.* 2014. V. 105. N 1. P. 012107.
- [11] *Mikoushkin V.M.* // *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B.* 2015. V. 354. N 1. P. 100–104.
- [12] *Соболев Н.А., Бер Б.Я., Казанцев Д.Ю., Калядин А.Е., Карабешкин К.В., Микушкин В.М., Сахаров В.И., Серенков И.Т., Шек Е.И., Шерстнев Е.В., Шмидт Н.М.* // *Письма в ЖТФ.* 2018. Т. 44. В. 13. С. 44–50.
- [13] *Ziegler J.F., Biersack J.P., Littmark U.* // *The stopping and range of ions in solids.* N.Y.: Pergamon Press, 1985. 321 p.