



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **99230** (13) **U**
(51) МПК (2015.01)
G01R 13/00

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2014 13223	(72) Винахідник(и): Конакова Раїса Василівна (UA), Міленін Віктор Володимирович (UA), Редько Роман Анатолійович (UA), Редько Світлана Миколаївна (UA), Швалагін Віталій Васильович (UA)
(22) Дата подання заявки: 09.12.2014	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.05.2015	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.05.2015, Бюл.№ 10	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ ФІЗИКИ НАПІВПРОВІДНИКІВ ІМ. В.Є. ЛАШКАРЬОВА НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ, пр. Науки, 41, м. Київ-680, 03028 (UA)

(54) ОПТИЧНИЙ СПОСІБ ОЦІНКИ КОЕФІЦІЄНТІВ ДИФУЗІЇ МЕТАСТАБІЛЬНИХ ТОЧКОВИХ ДЕФЕКТІВ В ЕПІТАКСІЙНИХ СТРУКТУРАХ НА ОСНОВІ GaN

(57) Реферат:

Оптичний спосіб оцінки коефіцієнтів дифузії метастабільних точкових дефектів в епітаксійних структурах на основі GaN базується на вимірюванні оптичних спектрів. Вимірюють спектри оптичного пропускання в інтервалі довжин хвиль 330-1100 нм і додатково вимірюють спектри фотолюмінесценції в інтервалі 350-600 нм. Після цього контрольовані структури піддають впливу імпульсного магнітного поля з індукцією 40-80 мТл, тривалістю імпульсу 1,0-4,0 мс, частотою слідування імпульсів 5-15 Гц і тривалістю дії на структури 4-6 хв. Протягом 3-30 діб через кожну добу вимірюють вказані спектри і фіксують моменти часу t_1 та t_2 максимальних змін, відповідно, у величині інтенсивності крайової фотолюмінесценції та оптичної товщини, розрахованої із спектра оптичного пропускання. Потім за формулою $D = l^2 / \tau$, де $\tau = t_1 - t_2$, l - відстань між межею поділу фаз плівка GaN-підкладка та максимальною глибиною проникнення в плівку GaN збуджуючого фотолюмінесценцію променя, визначають коефіцієнт дифузії дефектів D .

UA 99230 U

Корисна модель належить до оптичної діагностики гомоепітаксійних та гетероепітаксійних структур на основі сполук A^3B^5 та може бути використана для оптичної оцінки коефіцієнтів дифузії метастабільних точкових дефектів в гетероепітаксійних структурах на основі GaN.

Сучасні епітаксійні методи вирощування, в тому числі на чужорідних підкладках, дозволяють отримувати монокристалічні плівки напівпровідників із наперед заданими властивостями. Однак, особливості росту призводять до утворення на міжшарових границях та приповерхневих шарах протяжних перехідних сфер, структурні та електрофізичні характеристики яких відрізняються від "об'ємних" зон епітаксійної плівки, в першу чергу, за рахунок встановлення високого рівня перенасичення по структурним дефектам. Це призводить до потенційної ненадійності такого матеріалу при проведенні різних технологічних операцій при виготовленні мікроелектронних приладів та наступної їхньої експлуатації.

Наявність дефектності перехідних областей призводить до зниження корисних параметрів плівок. Інформація ж про структурно-домішковий склад перехідних міжшарових сфер дозволяє корегувати процеси росту в напрямку підвищення структурної досконалості кінцевого продукту. Виявлення причин деградації та аналіз дефектного складу епітаксійних структур потребують проведення доволі дорогих досліджень із застосуванням складних аналітичних методів [1]. Тому одним із технічних рішень цієї проблеми є розробка простих, не руйнуючих методів фіксування структурної досконалості наявності метастабільних структурних дефектів та їхньої участі в процесі структурних перетворень. Такі оцінки можуть бути отримані при вивченні дифузійних процесів у цих матеріалах.

З цією метою в [2] був запропонований метод вимірювання ємності бар'єру електrolіт-напівпровідник, який дозволяє аналізувати структурний стан як епітаксійних шарів, вирощених на високоомній, так і на низькоомній підкладках. Однак він має ряд суттєвих недоліків, обумовлених необхідністю використання поліруючих травників. Процеси травлення повинні бути точно однакової тривалості, що не завжди вдається досягнути; щоразу після травлення поверхню зразка слід промивати у воді для видалення продуктів травлення: травник підбирається індивідуально до кожного напівпровідника, а його швидкість травлення залежить від температури навколишнього середовища та від якості складових компонент. Крім цього піддослідна структура в результаті таких досліджень повністю руйнується.

В [3] запропонований спосіб визначення коефіцієнтів дифузії азоту в GaN. Спосіб базується на пошаровому елементарному аналізі за допомогою вторинної іонної мас-спектроскопії. Піддослідні зразки, які являли собою шари GaN з різних ізотопів азоту ($^{14}\text{N}/^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$), спочатку відпалювали при температурах 770-970 °C, а потім, використовуючи вторинну іонну мас-спектроскопії із пошаровим зтравлюванням, вивчали фазовий склад поверхні між зтравлюваннями. Недоліками даного технічного рішення є необхідність використання "маркованих" дефектів, на зразок ізотопів, дорогих вимірювальних методик та неможливість подальшого використання проаналізованого зразка через його цілковите руйнування.

В авторському свідоцтві [4] запропонований спосіб визначення коефіцієнта дифузії напівпровідників, який ґрунтується на поступовому видаленні паралельних шарів контрольованої товщини з поверхні піддослідного зразка та вимірюванні після кожного видалення температуропровідності зразка в напрямку дифузії. Недоліками цього методу є використання високих температур розігріву зразка, а також руйнування цілісності досліджуваної структури.

Відомий оптичний метод визначення структурної однорідності та оцінки дифузійних параметрів запропонований в [5] (даний спосіб вибраний за прототип). Він ґрунтується на вимірюванні концентраційного розподілу по оптичним спектрам інфрачервоного відбивання. Відомо, що мінімум у спектрі відбивання, який спостерігається при плазмонній частоті коливань, залежить, від концентрації носіїв заряду. Тому, вимірюючи спектри відбивання із пошаровим зтравлюванням, можна отримати концентраційний розподіл носіїв на різній глибині, а потім обчислити їхній коефіцієнт дифузії. Недоліками даного технічного рішення є:

- обов'язкове використання калібровочних графіків;
- спектри відбивання характеризують тільки приповерхневу область напівпровідника, що призводить до необхідності пошарового травлення піддослідної структури і, як наслідок, до її руйнування;
- даний метод не дозволяє визначити ступінь дефектного розупорядкування міжфазних зон;
- даний метод дозволяє визначити концентраційний профіль носіїв заряду, а з нього коефіцієнт дифузії дефектів, але флуктуації концентрації носіїв не завжди пов'язані із точковими дефектами, тому такий метод не є достатньо точним.

Задачею корисної моделі було отримати неруйнівний спосіб оцінки коефіцієнтів дифузії існуючих дефектів в GaN без використання концентраційного розподілу носіїв наряду із можливістю оцінки ступеня дефектного розупорядкування міжфазних областей.

Поставлена задача вирішується завдяки тому, що оптичний спосіб оцінки коефіцієнтів дифузії метастабільних точкових дефектів в епітаксійних структурах на основі GaN, який базується на вимірюванні оптичних спектрів, згідно з корисною моделлю, вимірюють спектри оптичного пропускання в інтервалі довжин хвиль 320-1100 нм і додатково вимірюють спектри фотолюмінесценції (ФЛ) в інтервалі 350-600 нм, після чого контрольовані структури піддають впливу імпульсного магнітного поля з індукцією 40-80 мТл, тривалістю імпульсу 1,0-4,0 мс, частотою слідування імпульсів 5-15 Гц і тривалістю дії на структури 4-6 хв, після чого протягом 3-30 діб через кожну добу вимірюють вказані спектри і фіксують моменти часу t_1 та t_2 максимальних змін, відповідно, у величині інтенсивності крайової фотолюмінесценції та оптичної товщини, розрахованої із спектра оптичного пропускання, а потім за формулою $D = l^2 / \tau$, де $\tau = t_1 - t_2$, l - відстань між межею поділу фаз плівка GaN-підкладка та максимальною глибиною проникнення в плівку GaN збуджуючого фотолюмінесценцію променя, визначають коефіцієнт дифузії дефектів D .

Магнітне поле ініціює спин-залежні процеси розпаду метастабільних дефектних комплексів, існуючих на межі поділу плівка-підкладка з подальшою дифузією продуктів розпаду та наступними реакціями з домішками та дефектами напівпровідникового матеріалу. Макроскопічним проявленням таких процесів є зміна структурно-фазового складу міжфазних границь та приповерхневого дефектного складу в момент досягнення продуктами розпаду даної зони. Це призводить до змін в спектрах оптичного пропускання та ФЛ. Адже ефективна оптична товщина плівки, яка отримується шляхом математичного розрахунку із спектральних даних, визначається істинною товщиною плівки та товщиною перехідного шару, існуючого на інтерфейсі плівка-підкладка; а величина інтенсивності крайової ФЛ суттєвим чином залежить від наявності центрів безвипромінювальної рекомбінації та структурно-дефектного складу приповерхневого шару. Визначаючи часовий проміжок між моментом фіксування максимальних змін у спектрах оптичного пропускання та такими ж у спектрах ФЛ, обчислюють коефіцієнт дифузії дифундуючих дефектів.

Даний спосіб має наступні відмінності і переваги над прототипом:

- для виявлення структурно-нерівноважного стану епітаксійних структур останні піддаються обробці в слабкому магнітному полі ($B = 40-80$ мТл, $\tau = 1,0-4,0$ мс, $f = 5-15$ Гц, $t = 4-5$ хв), що дозволяє модифікувати дефектну підсистему піддослідної структури неруйнівним методом;
- коефіцієнти дифузії метастабільних дефектів визначаються без застосувань калібровочних графіків та визначення концентраційного профілю носіїв заряду;
- додатково до оптичних спектрів вимірюються спектри ФЛ, які дозволяють в способі, що заявляється, аналізувати зміни у приповерхневому шарі, пов'язані безпосередньо із дефектами;
- на відміну від прототипу, де вимірюють спектри відбивання, у способі, що заявляється, вимірюються оптичні спектри пропускання, які характеризують весь об'єм напівпровідникового матеріалу, немає необхідності проводити пошарове зтравлювання, в результаті чого піддослідна структура залишається абсолютно цілою та неушкодженою і може бути використана за своїм першочерговим призначенням.

- зміни спектральних характеристик оптичного пропускання та ФЛ пов'язані безпосередньо із дефектною підсистемою міжшарової межі поділу та приповерхневого шару, відповідно, що підвищує точність даного способу.

Якщо спектри оптичного пропускання та ФЛ епітаксійної структури не зазнали змін після магніто-польової обробки, або ж ці зміни не суттєві, то з максимальним ступенем ймовірності можна стверджувати про високу структурну досконалість міжфазних границь багатшарової структури, оскільки метастабільні комплекси, що розпадаються під впливом слабого магнітного поля відсутні, або ж їхня кількість є незначною. Суттєві зміни у вказаних спектральних залежностях зумовлені магнітно-польовою обробкою, свідчитимуть про існування зазначених метастабільних дефектних утворень у достатній кількості в міжшаровій зоні, тобто спосіб дає можливість оцінити ступінь дефектного розупорядкування міжфазних зон.

Таким чином, запропоноване нами технічне рішення є більш дешевим, оскільки не потребує пошарових процедур зтравлювання, не призводить до руйнування дослідного зразка, і в той же час дозволяє здійснити більш точну оцінку коефіцієнтів дифузії точкових дефектів, оскільки не використовує концентраційні профілі носіїв заряду, а ґрунтується безпосередньо на змінах дефектної структури досліджуваного матеріалу внаслідок впливу слабого магнітного поля.

Приклад конкретного виконання

Запропонований оптичний спосіб оцінки коефіцієнтів дифузії швидкодифундуючих домішок був реалізований на приладових гетероепітаксійних структурах GaN/Al₂O₃, отриманих хімічним осадженням з парової фази з використанням металоорганічних сполук газозфазовою епітаксією. Товщина плівки GaN, легованої кремнієм до концентрації $1,6 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$, складала від 2,0 до 2,5 мкм, а підкладок Al₂O₃-430 мкм.

На фіг. 1 (крива 1 - відповідає вихідному стану, 2 - відразу після обробки, 3-1-ий день після обробки, 4-4-ий, 5-5-ий, 6-6-ий, 7-7-ий, 8-8-ий, 9-9-ий, 10-15-ий, 11-19-ий, 12-28-ий) та фіг. 2 (крива 13 - відповідає вихідному стану, 14-8-ий день після обробки, 15-11-ий, 16-19-ий, 17-28-ий) приведені спектри пропускання та ФЛ, відповідно, до та після обробки гетероепітаксійних структур імпульсним магнітним полем з індукцією 60 мТл, частотою 10 Гц, тривалістю одного імпульсу 1,2 мс, протягом часу 5 хв. Як слідує з представлених результатів магніто-польова обробка призводить до довготривалої трансформації досліджуваних спектрів. Провівши розрахунки ефективної товщини d плівки GaN, яка формує інтерференційний сигнал, можна отримати залежність $d(t)$ цієї товщини від часу t , яка зображена на фіг. 3 і апроксимована суцільною кривою 18. Залежність інтенсивності крайової фотолюмінесценції структур GaN/Al₂O₃ зображено також на фіг. 3 (пунктирна лінія 19). Видно, що магніто-польова обробка призводить до змін як спектра оптичного пропускання, так і ФЛ, що свідчить про значну кількість метастабільних точкових дефектів у досліджуваній структурі. Максимальні зміни у ефективній товщині шару, який формує інтерференцію, спостерігаються на 6 добу (t_2) після обробки слабким магнітним полем, а у величині інтенсивності крайової фотолюмінесценції на 11 добу (t_1). Отже $\tau = t_1 - t_2 = 5$ діб. Відстань, яку проходять дефекти за цей час, визначається як різниця товщини плівки GaN (d) та глибини приповерхневого шару, який формує сигнал фотолюмінесценції ($\sim \alpha^{-1}$). В нашому випадку $d \approx 2,2$ мкм, $\alpha^{-1} \approx 10^{-4}$ см, тому $l \approx d - \alpha^{-1} = 1,2$ мкм. Відповідний коефіцієнт дифузії D :

$$D = \frac{l^2}{\tau} \approx 3,3 \cdot 10^{-14} \text{ см}^2 \text{с}^{-1}$$

Відсутність ж змін у спектрах пропускання та спектрах фотолюмінесценції свідчила б про високу структурну досконалість міжфазних границь та відсутність метастабільних домішково-дефектних комплексів.

Джерела інформації:

1. Электроника на основе нитрида галлия / Р. Куэй / под ред. А.Г. Васильева / пер. с англ. Ю.А. Концегова, Е.А. Митрофанова - М.: Техносфера, 2011. - 592 с.
2. Yamashita A., Aoki T., Yamaguchi M. A Method for Determining a GaAs Epitaxial Layer Impurity Profile // Jpn. Appl. Phys. - 1975. - Vol. 14. - P. 991-997.
3. O. Ambacher, F. Freudenberg, R. Dimitrov, H. Angerer, M. Stutzmann. Nitrogen effusion and self-diffusion in Ga₁₄/NGa₁₅N isotope heterostructures // Jpn. Appl. Phys. - 1998. - Vol. 37. - P. 2416-2421.
4. Г.Ф. Погорелова, В.М. Фальченко и А.Е. Погорелов. Способ определения коэффициента диффузии. Патент СРСР № 1117491, 1984. - Бюл. № 37.
5. Г.Б. Абдуллаев, Т.Д. Джафаров. Атомная диффузия в полупроводниковых структурах. - М.: Атомиздат, 1980. - 280 с.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Оптичний спосіб оцінки коефіцієнтів дифузії метастабільних точкових дефектів в епітаксійних структурах на основі GaN, що базується на вимірюванні оптичних спектрів, який **відрізняється** тим, що вимірюють спектри оптичного пропускання в інтервалі довжин хвиль 330-1100 нм і додатково вимірюють спектри фотолюмінесценції в інтервалі 350-600 нм, після чого контрольовані структури піддають впливу імпульсного магнітного поля з індукцією 40-80 мТл, тривалістю імпульсу 1,0-4,0 мс, частотою слідування імпульсів 5-15 Гц і тривалістю дії на структури 4-6 хв., після чого протягом 3-30 діб через кожну добу вимірюють вказані спектри і фіксують моменти часу t_1 та t_2 максимальних змін, відповідно, у величині інтенсивності крайової фотолюмінесценції та оптичної товщини, розрахованої із спектра оптичного пропускання, а потім за формулою $D = l^2 / \tau$, де $\tau = t_1 - t_2$, l - відстань між межею поділу фаз плівка GaN-підкладка та максимальною глибиною проникнення в плівку GaN збуджуючого фотолюмінесценцію променя, визначають коефіцієнт дифузії дефектів D .

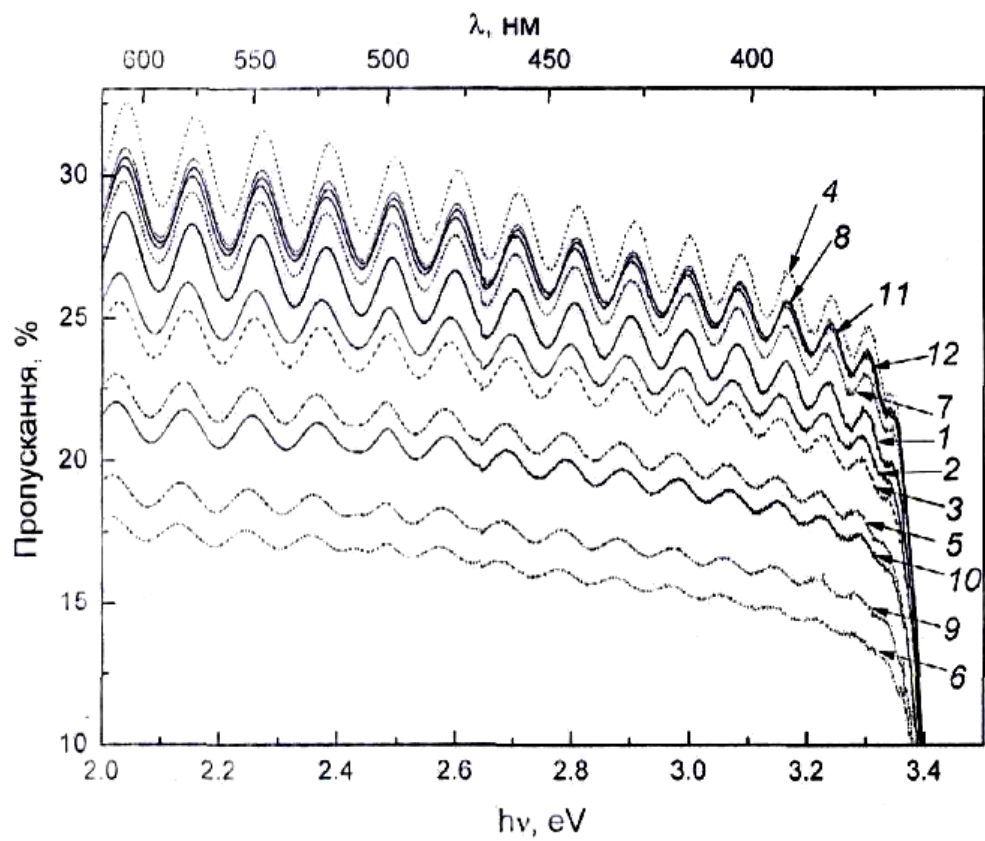


Fig. 1

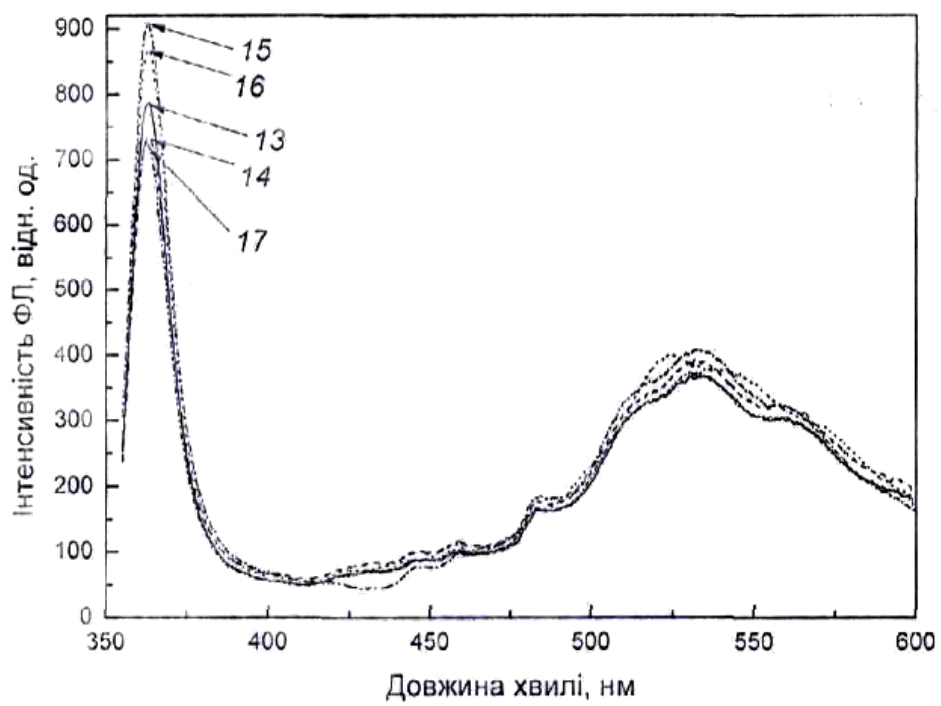
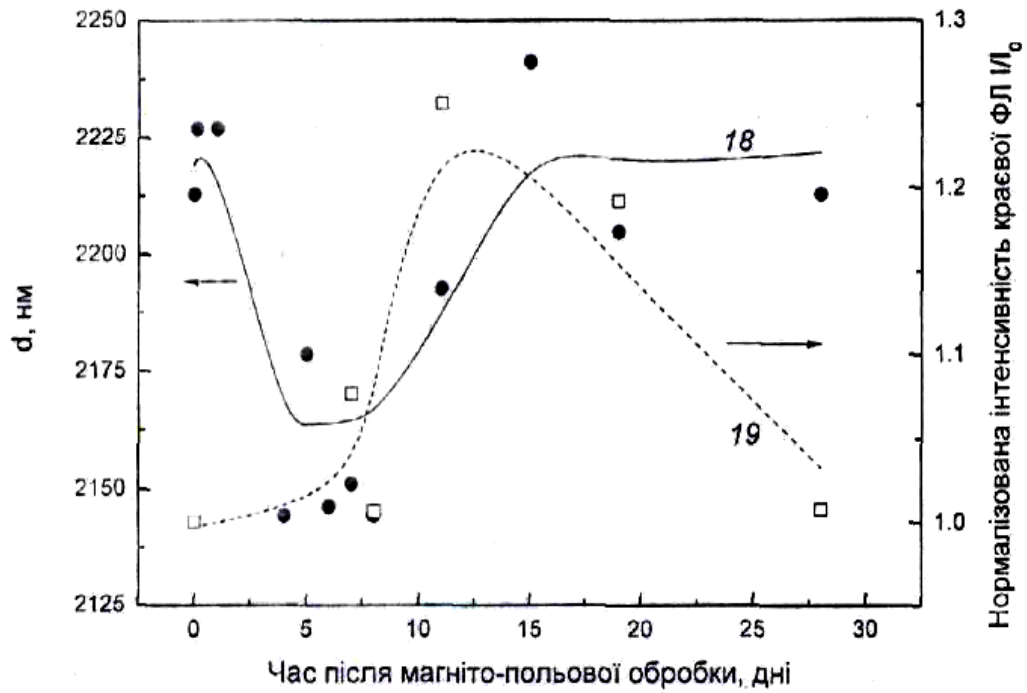


Fig. 2



Фіг. 3

Комп'ютерна верстка М. Мацело

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601