

Наблюдение антифазных доменов в пленках $Cd_xHg_{1-x}Te$ на кремнии методом фазового контраста в атомно-силовой микроскопии

И. В. Сабинина¹⁾, А. К. Гутаковский, Ю. Г. Сидоров*, М. В. Якушев*, В. С. Варавин*, А. В. Латышев**

** Институт физики полупроводников Сибирского отделения РАН, 630090 Новосибирск, Россия*

+ Новосибирский государственный университет, 630090 Новосибирск, Россия

Поступила в редакцию 11 июля 2005 г.

Продемонстрирована возможность использования фазового контраста в атомно-силовой микроскопии для получения адекватной информации о плотности и характере распределения антифазных доменов на поверхности пленок CdHgTe, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии на поверхности Si(301). Сопоставление фазовых изображений поверхности пленок в атомно-силовом микроскопе с изображениями структурных дефектов в приповерхностной области в просвечивающем электронном микроскопе позволило установить связь между микроструктурой и микроморфологией пленок.

PACS: 68.37.-d, 68.47.Fg, 68.55.-a

Антифазные домены относятся к дефектам структуры бинарных соединений или двухкомпонентных упорядоченных твердых растворов, кристаллическую решетку которых можно рассматривать как суперпозицию двух идентичных подрешеток, вставленных друг в друга. Например, каждое соединение A_3B_5 , A_2B_6 имеет кристаллическую решетку типа сфалерита, которую можно рассматривать как суперпозицию двух гранецентрированных подрешеток. При этом атомы элементов A занимают узлы одной из подрешеток, а атомы элементов B – другой подрешетки. Если в какой-либо области кристалла поменять местами атомы элементов A и B, то мы получим, так называемый антифазный домен, ограниченный антифазными границами (АФГ). Внутри домена все химические связи и положения атомов соответствуют идеальной структуре. Дефектом структуры являются именно АФГ, на которых происходит нарушение межэлементной химической связи. Эти дефекты могут быть распределены по всему объему гетероэпитаксиальной пленки и поэтому в наибольшей степени могут ухудшать электрофизические и оптические свойства материала и приборов. Для устранения таких дефектов из рабочей области материала необходимо исследовать основные закономерности и механизмы их формирования. Первым шагом решения этой проблемы является развитие адекватной экспрессной методики выявления и наблюдения АФГ в гетероэпитаксиальных пленках.

Согласно экспериментальным исследованиям, АФГ могут наблюдаваться при гетероэпитаксии бинарных полупроводниковых соединений на элементарном полупроводнике: GaAs-Ge [1], GaP-Si [2], CdTe-Si [3] и т.п. В этих работах основным методом наблюдения АФГ являлась просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Метод ПЭМ позволяет получить наиболее полную информацию о дефектах структуры, в том числе и на атомарном уровне. В то же время, этот метод разрушающий и не является экспрессным, в отличие, например, от метода атомно-силовой микроскопии (АСМ). В предыдущей нашей работе [4], посвященной исследованию природы V-дефектов в пленках CdHgTe на GaAs(301), было показано, что одновременное использование ПЭМ и АСМ позволяет установить однозначную взаимосвязь между особенностями микроморфологии ростовой поверхности пленок в области V-дефектов и внутренним строением этих дефектов. Эта информация была использована для определения механизмов формирования V-дефектов и явилась базовой “калибровочной” информацией для однозначной интерпретации последующих данных АСМ, уже без привлечения ПЭМ анализа.

Настоящая работа посвящена нахождению связи между микроморфологией поверхности пленок $Cd_xHg_{1-x}Te$ на Si(301) и их внутренней структурой. Целью работы являлось установление характерных особенностей рельефа ростовой поверхности, обусловленных наличием антифазных доменов в объеме пленок. Локальные электрофизические измерения в местах скопления антифазных доменов были выполнены

¹⁾e-mail: sabinina@isp.nsc.ru

для установления их влияния на электрофизические свойства пленок.

Пленки $Cd_xHg_{1-x}Te$ выращивались методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках из Si, имеющих ориентацию (301). Гетероэпитаксиальная структура включала буферный слой ZnTe толщиной около 100 нм, буферный слой CdTe толщиной 6–8 мкм и пленку $Cd_{0.22}Hg_{0.78}Te$ толщиной 10 мкм. Процедура выращивания гетероэпитаксиальных структур на подложках из Si методом молекулярно-лучевой эпитаксии описана в работе [5]. Исследования микроморфологии ростовой поверхности проводились методом ACM на микроскопе Solver P-47H (NT-MDT), а исследования дефектов в объеме пленок – методом ПЭМ на электронном микроскопе JEM-4000EX (JEOL). Образцы для ПЭМ препарировались как в виде тонких фольг, параллельных поверхности роста, так и в виде поперечных срезов [6].

Для получения прозрачных для пучка электронов тонких фольг в плоскости, параллельной поверхности пленки, была разработана оригинальная методика. Образец, представляющий собой гетероструктуру Si/ZnTe/CdTe/CdHgTe, помещался в горячий раствор KOH (30%) и выдерживался до полного растворения кремниевой подложки. Затем пленку (ZnTe/CdTe/CdHgTe) промывали и утоньшали травлением в растворе брома (1.5%) в метаноле.

Анализ морфологии поверхности проводился ACM одновременно в режимах топографии и фазового контраста. Топографическая мода позволяла получать изображения трехмерного рельефа поверхности, а фазовый контраст – визуализировать границы антифазных доменов и дефекты упаковки [7]. Фазовый контраст в ACM связан со смещением частоты собственных колебаний иглы-кантилевера при соприкосновении с поверхностью в условиях реализации полуконтактного метода ACM [8]. Несмотря на тот факт, что в настоящее время физическая природа появления сбоя фазы не имеет однозначной интерпретации, метод полуконтактной ACM получил широкое распространение для визуализации неоднородностей на поверхности [9, 10].

По данным ACM и ПЭМ во всех исследованных пленках CdHgTe на Si(301) присутствуют V-дефекты, аналогичные наблюдаемым в таких же пленках, выращенных на GaAs(301). Подробный анализ этих дефектов, проделанный нами в [4], показал, что V-дефекты являются сложными образованиями, содержащими области нарушенной структуры, двойниковые ламели и дефекты упаковки. На рис.1 приведены типичные ACM-(a), (c) и ПЭМ-(b) изображения V-дефектов на поверхности пленки CdHgTe,

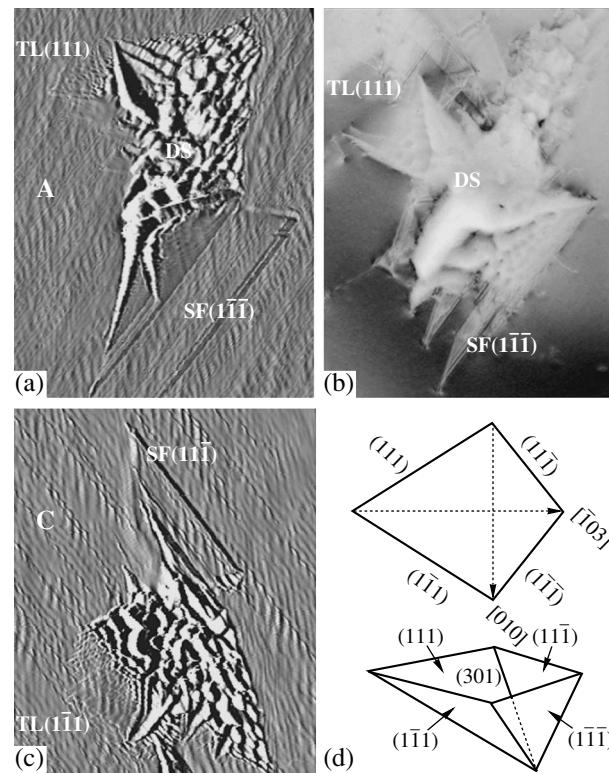


Рис.1. Типичные ACM-изображения, $12 \times 12 \text{ мкм}^2$, (a), (c) и ПЭМ-изображение (b) V-дефекта, состоящего из дефектов упаковки (SF), двойниковых ламелей (TL) и области нарушенной структуры (DS) на поверхности (301) CdHgTe пленки; (a), (c) – изображения поверхности двух антифазных доменов А и С, соответственно; (d) пирамида, образованная плоскостями $\{111\}$ и четырехугольник, образованный в результате пересечения этой пирамиды с поверхностью (301)

выращенной на подложке Si(301). Сравнение этих изображений позволяет установить связь между особенностями рельефа в области дефекта и его структурой. Поскольку плоскости $\{111\}$ играют важную роль в формировании дефектов в соединениях A_2B_6 , на рис.1d приведена схема пирамиды, образованной плоскостями $\{111\}$, наклонными к поверхности роста (301), и четырехугольник, образованный следами пересечения плоскостей $\{111\}$ с плоскостью (301). Как на ACM- так и на ПЭМ-изображениях отчетливо видны характерные элементы V-дефекта: дефекты упаковки, двойниковые ламели, области нарушенной структуры [4]. Дефекты упаковки и двойниковые ламели разрастаются от центральной области (области нарушенной структуры) V-дефекта по наклонным плоскостям $\{111\}$. Из сравнения изображения дефекта, представленного на рис.1a и b, со схемой следует, что это плоскости $(1\bar{1}\bar{1})$, образующие угол 68.58°

с плоскостью (301), и плоскости (111), образующие угол 43.09° с плоскостью (301). Исследования попечерных срезов методом ПЭМ показали, что практически все дефекты упаковки, наблюдающиеся в пленках $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$, лежат в плоскостях, пересекающих поверхность (301) под углом 68.58° , прорастая из буферного слоя. Дефекты упаковки, залегающие в плоскостях, которые образуют с поверхностью (301) угол 43.09° , наблюдаются только в области V-дефекта.

В отличие от эпитаксии на $\text{GaAs}(301)$, согласно данным ACM, наблюдаются два типа рельефа ростовой поверхности пленок CdHgTe , выращенных на $\text{Si}(301)$ (рис.1a,c). Эти два изображения различаются расположением V-дефектов и дефектов упаковки относительно базового среза кристалла кремния. Базовый срез совпадает с плоскостью (100), которая пересекает поверхность (301) по направлению $\langle\bar{1}03\rangle$, вдоль которого проводилось сканирование. Следует отметить, что размещение образца и направление сканирования в каждом эксперименте сохранялось одинаковым. Многочисленные дефекты упаковки, обозначенные как дефекты упаковки $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ на рис.1a, лежат в плоскостях $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, а дефекты упаковки, обозначенные как дефекты упаковки $(1\bar{1}\bar{1})$ на рис.1c, лежат в плоскостях $(1\bar{1}\bar{1})$. Эти дефекты упаковки являются преобладающими в пленках, тогда как дефекты упаковки (111) и дефекты упаковки $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ наблюдаются только вблизи V-дефекта, как это видно на рис.1a и c, соответственно. На показанном на рис.1d тетраэдре, образованном плоскостями $\{111\}$, плоскости $(11\bar{1})$ и $(1\bar{1}\bar{1})$ являются соседними разнополярными гранями. Означает ли это, что дефекты упаковки, представленные на рис.1a и c, являются разнополярными? Дальнейшее исследование большого количества пленок дало отрицательный ответ. Оказалось, что на поверхности одной и той же пленки одновременно могут присутствовать области с морфологией, соответствующей морфологии пленок, показанных на рис.1a и c. В дальнейшем будем называть эти области доменами. На рис.2 представлено ACM-изображение поверхности пленки $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$, содержащей домены. Морфология поверхности доменов, обозначенных как A и C, соответствует морфологии поверхности пленок, изображенных на рис.1a и c, соответственно. Это подтверждается направлением дефектов упаковки и геометрией V-дефектов. Таким образом, гетероструктура $\text{ZnTe}/\text{CdTe}/\text{CdHgTe}$ может располагаться на поверхности Si в двух позициях (два вида доменов), показанных на рис.1a и 1c. Согласно данным ACM, в том случае, когда гетероструктура выращивается на подложке $\text{GaAs}(301)$, она принимает только одну позицию, соответствующую изображенной на

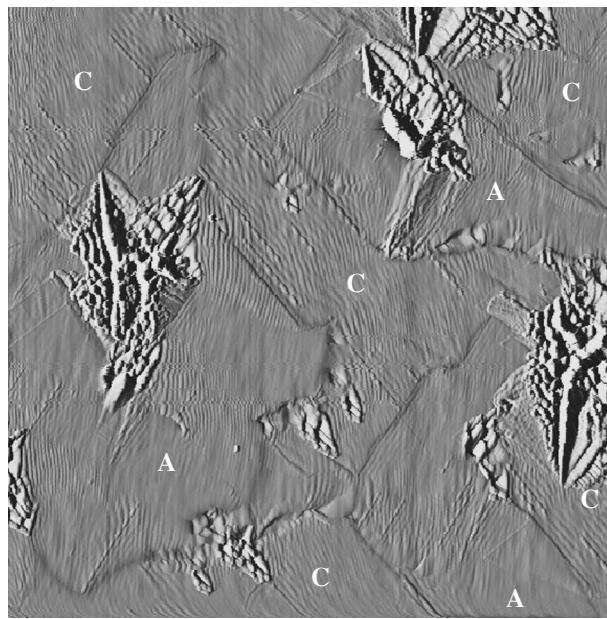


Рис.2. ACM-изображение ($30 \times 30 \text{ мкм}^2$) поверхности $\text{CdHgTe}(301)$, содержащей антифазные домены A и C

рис.1c. Интересно, что если изображение поверхности, представленное на рис.1a, повернуть вокруг оси $\langle\bar{1}03\rangle$ на 180° , то получится в точности изображение поверхности, представленное на рис.1c. Такой операцией симметрии связаны между собой антифазные домены.

Установить кристаллографическую связь между доменами A и C можно с использованием ПЭМ. Наблюдение антифазных доменов в ПЭМ удобно проводить в пленках $\text{CdTe}/\text{ZnTe}/\text{Si}$, поскольку они не содержат V-дефектов, затрудняющих приготовление тонких фольг, параллельных поверхности роста.

На рис.3 приведены ПЭМ-изображения приповерхностной области пленки CdTe , содержащей домены, полученные в полюсе (100). Картинны микродифракции, полученные от домена A и домена C, полностью совпадают, что свидетельствует об отсутствии разворота кристаллических решеток в соответствующих областях. На ПЭМ-изображении, показанном на рис.3c при большом увеличении, в соседних доменах наблюдаются взаимно перпендикулярные полосы с периодом приблизительно 18 нм, вытянутые вдоль направлений $\langle 110 \rangle$. Точечный контраст, наблюдаемый вдоль полос, может возникать вследствие декорирования самых активных мест ростовой поверхности пленки CdTe . Природа выделенных линейных неоднородностей, так же как и природа декорирующих частиц, не будут обсуждаться в этой работе. Анализ изображений поверхности в полю-

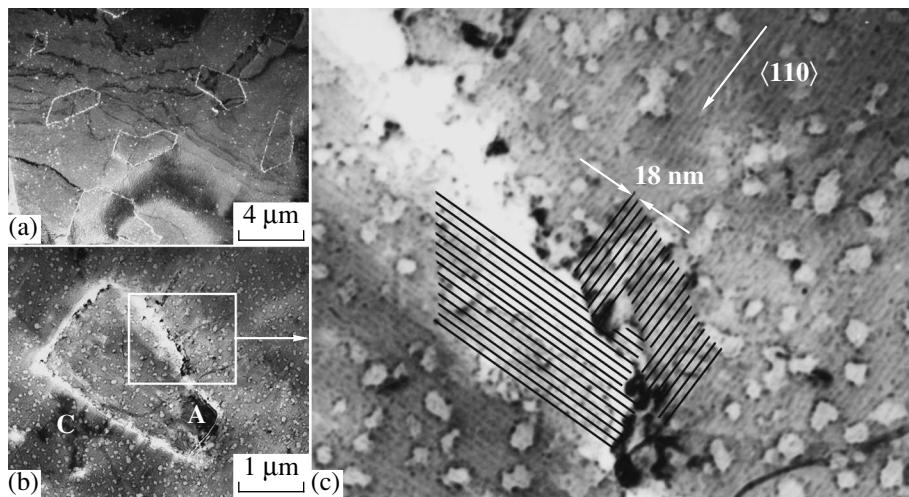


Рис.3. ПЭМ-изображение приповерхностной области пленки CdTe, содержащей антифазные домены А и С, полученные в полюсе (100) (а), (б); (с) – линейные неоднородности вдоль направления $\langle 110 \rangle$ на границе двух доменов

сах (301) и (100) позволяет сказать, что направление выделенных линий совпадает со следами пересечения плоскостей типа (110) с поверхностью пленки. Поскольку поверхность CdTe в условиях роста молекулярно-лучевой эпитаксии обычно терминирована одним сортом атомов, тот факт, что выделенные линии в доменах расположены взаимно перпендикулярно (при наблюдении в полюсе (100)), означает, что домены являются антифазными доменами. Как было показано в [1], антифазные домены в аналогичных гетеросистемах формируются тогда, когда, в условиях слоевого роста, на поверхности подложки присутствуют ступени высотой в нечетное количество атомов. Ошибка в периодическом ряду упорядоченных плоскостей атомов приводит к возникновению АФГ. По мере роста пленки, АФГ может превращаться в прослойку нарушенной структуры, которая будет провоцировать зарождение V-дефектов при неоптимальных условиях эпитаксии. На рис.2 можно наблюдать начальные стадии образования V-дефектов: образование областей нарушенной структуры вдоль антифазных границ.

То обстоятельство, что АФГ представляют собой прослойки нарушенной структуры с избыточным содержанием теллура, было использовано нами для выявления антифазных доменов химическим травлением в селективном травителе. Процедура заключается в следующем. Сначала образец нагревается в растворе KOH в течение 10–15 мин, затем промывается в воде и помещается в раствор 1,5% Br + HBr на несколько секунд. После такой обработки антифазные домены можно наблюдать в оптическом микроскопе (рис.4). Исследование большого количества образцов

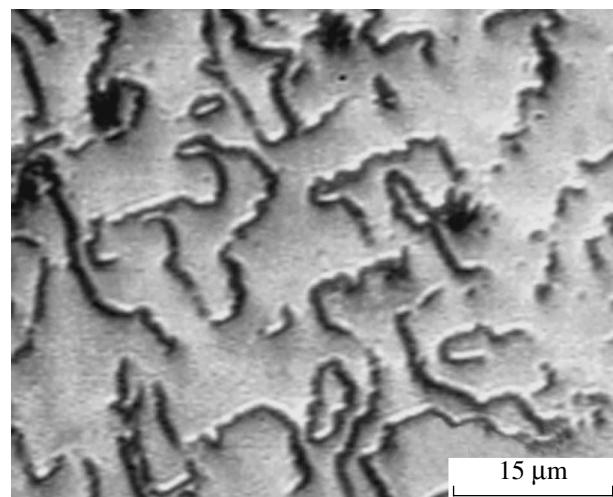


Рис.4. Изображение АФГ в оптическом микроскопе после химической обработки

позволило установить, что участки поверхности пленок, содержащие антифазные домены с плотностью, соответствующей изображенной на рис.4, визуализируются как матовые области на поверхности пленок CdHgTe.

Возможность визуализации конкретных структурных дефектов в атомно-силовом и оптическом микроскопах позволяет получить информацию о плотности и характере их распределения по поверхности эпитаксиальной пленки. В результате появляется возможность проводить локальные электрофизические измерения в местах скопления или отсутствия тех или иных дефектов. Локальные измерения эффекта Холла показали, что подвижность

носителей в тех областях пленки, где присутствуют антифазные домены с плотностью 10^6 см^{-2} , на порядок ниже подвижности носителей в областях той же пленки без доменов, что указывает на рассеяние носителей на АФГ. В то же время измерения электрофизических параметров, проведенные на большом количестве образцов, показали отсутствие явных зависимостей концентрации, подвижности и времени жизни носителей в пленках от типа домена (домен А или домен С на рис.2) и от плотности дефектов упаковки в диапазоне $10^6\text{--}10^8 \text{ см}^{-2}$.

В результате совместное наблюдение одних и тех же дефектов в АСМ и ПЭМ позволило установить связь между микроморфологией и микроструктурой пленок $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ на подложках из кремния, имеющих ориентацию (301). Продемонстрирована возможность использования фазового контраста в АСМ для получения адекватной информации о плотности и характере распределения антифазных доменов, дефектов упаковки и V-дефектов по поверхности эпитаксиальной пленки. Установлено, что гетероэпитаксиальная пленка $\text{ZnTe}/\text{CdTe}/\text{CdHgTe}$ может располагаться на поверхности Si в двух позициях, соответствующих двум антифазным доменам. Гетероструктура $\text{ZnTe}/\text{CdTe}/\text{CdHgTe}$ может принимать позицию одного из антифазных доменов, а может состоять одновременно из смеси антифазных доменов. Размеры антифазных доменов лежат в диапазоне от 1 мкм до нескольких сотен микрон. В работе представлены оригинальные методики препарирования тонких фольг для ПЭМ, а также выявления антифазных границ селективным травлением для наблюдения их в оптическом микроскопе. Возможность визуали-

зации антифазных доменов в оптическом и атомно-силовом микроскопах позволяет получить информацию о влиянии АФГ на электрофизические свойства. Установлено, что концентрация, подвижность и время жизни носителей не зависят от типа антифазного домена и от плотности дефектов упаковки в диапазоне $5\cdot10^6\text{--}10^8 \text{ см}^{-2}$. Появление антифазных доменов с плотностью 10^6 см^{-2} приводит к снижению подвижности носителей на порядок величины.

Авторы выражают благодарность Д. В. Шеглову за помощь при проведении АСМ-исследований.

1. A. K. Gutakovskiy, A. V. Katkov, M. I. Katkov et al., *J. Cryst. Growth* **201/202**, 232 (1999).
2. V. Narayanan, S. Mahajan, K. J. Bachmann et al., *Acta Materialia* **50**, 1275 (2002).
3. David J. Smith, S.-C.Y. Tsen, D. Chandrasekhar et al., *Materials Science and Engineering B* **77**, 93 (2000).
4. I. V. Sabinina, A. K. Gutakovskii, Yu. G. Sidorov, and A. V. Latyshev *J. Crystal Growth* **274**, 339 (2005).
5. Yu. G. Sidorov, M. V. Yakushev, D. N. Pridachin et al., *Thin Solid Films* **367**, 203 (2000).
6. I. V. Sabinina and A. K. Gutakovsky, *Ultramicroscopy* **45**, 411 (1992).
7. A. V. Latyshev, D. V. Sheglov, S. S. Kosolobov, and E. E. Rodyakina, *Microscopy and analysis* **5** (2005), in press.
8. Q. Zhong, D. Inniss, and V. B. Elings, *Surf. Sci.* **290**, L688 (1993).
9. J. P. Cleveland, B. Anczykowski, E. Schmid, and V. Elings, *Appl. Phys. Lett.* **73**, 2926 (1998).
10. B. Anczykowski, B. Gotsmann, H. Fuchs et al., *Appl. Surf. Sci.* **140**, 376 (1999).