

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

На правах рукописи

Комаровский Никита Юрьевич

Развитие процедур измерения неоднородности структур, оценки сопротивления разрушению и приемов когнитивной графики для контроля и управления качеством монокристаллов GaAs

Специальность – 2.6.1  
«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:  
Профессор, д.т.н. А.В. Кудря

Москва - 2026

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение. Конструктивная прочность полупроводниковых монокристаллов. ....	4
Аналитический обзор литературы .....	8
1.1 Собственные точечные дефекты в монокристаллах .....	8
1.1.1 Особенности образования точечных дефектов в материалах группы $A^{III}B^V$ .....	9
1.1.2 Методы исследования точечных дефектов .....	12
1.2 Дислокации в полупроводниковых монокристаллах .....	20
1.2.1 Подвижность дислокаций в монокристаллах группы $A^{III}B^V$ .....	22
1.2.2 Влияние напряжений на зарождение и размножение дислокаций .....	29
1.2.3 Возникновения макронапряжений при росте монокристаллов группы $A^{III}B^V$ .....	32
1.2.4 Влияние дислокаций на свойства интегральных схем .....	34
1.2.5 Методы исследования дислокаций .....	38
1.3 Теоретические аспекты процесса травления .....	47
1.3.1 Растворение и формирование ямок травления .....	47
1.3.2 Кинематическая теория движения ступенек .....	50
1.3.3 Термодинамическая теория .....	58
1.3.4 Диффузионная теория формирования фигур травления .....	60
1.4 Практика обработки изображений структур в материаловедении .....	62
1.4.1 Бинаризация изображений .....	64
1.4.2 Фильтрация шумов. Дилатация и эрозия .....	67
1.4.3 Диаграмма Вороного .....	71
1.5 Механические свойства полупроводников и методы их исследования .....	74
1.6 Применение ретроспективного анализа баз данных производственного контроля .....	80
1.7 Выводы по аналитическому обзору литературы .....	84
1.8 Постановка задачи исследования .....	85
Глава 2. Материалы и методы исследования .....	86
Глава 3. Количественное описание изображений структур .....	92
3.1 Анализ поля яркости панорамных изображений .....	92
3.2 Природа различий объектов на изображении структур .....	99
3.3 Оценка неоднородности размещения ямок травления .....	106

Глава 4. Оценка сопротивления монокристаллов арсенида галлия разрушению .....	110
4.1 Возникновение трещин в процессе микроиндентирования .....	110
4.2 Особенности распространения трещин при различной нагрузке на индентор .....	114
4.3 Расчет критического коэффициента интенсивности напряжений .....	118
Глава 5 Измерение концентрации свободных носителей заряда .....	123
Глава 6. Средства и стратегия управления качеством.....	128
Выводы .....	139
Список использованных источников .....	141
ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	158
ПРИЛОЖЕНИЕ Б .....	159

## **Введение. Конструктивная прочность полупроводниковых монокристаллов.**

### **Актуальность работы**

Активное развитие твердотельной электроники, помимо роста спроса на монокристаллы группы  $A^{III}B^V$  закономерно определяет также и рост требований к качеству исходного материала материала - подложки.

Изготовление интегральных схем - многостадийный и многофакторный процесс, который может насчитывать более 100 операций, включающий в себя различного рода механические (шлифование и полирование, диффузию, скрайбирование и др.) и термические воздействия на материал ( $-100$  °С (криогенное травление) до  $+1100$ °С при давлении от атмосферного до  $10^5$  Па (отжиг, окисление, диффузия, и др.) [1]. При этом разрушение интегральной схемы на протяжении всей производственной траектории сопряжено с нелинейным ростом экономических потерь. Часто необходимо, чтобы прибор мог выдержать воздействия акустического шума, вибрации в заданном диапазоне частот и ускорения, а также сохранял работоспособность при повышенных температурах и при различном давлении, а также в присутствии ионизирующего излучения [2], в связи с чем на материалы электроники распространяются требования к конструкционным материалам – прочность, пластичность и вязкость.

Их, в первую очередь вязкость, определяет технологически неизбежная при производстве материалов неоднородность строения структур, как одна из причин разброса физико-механических свойств материала. Отсюда необходимость в разработке технологических решений по ее нивелированию. Однако на данный момент нет единого представления как о критических параметрах структуры (и их значениях), лимитирующих неоднородность широкого спектра свойств материалов группы  $A^{III}B^V$ , так и о методах их оценки. В этой связи, в частности, не эффективны традиционные методы управления качеством, основанные на эмпирическом подборе оптимальных параметров процесса выращивания монокристалла. Отсутствуют также данные о применении статистических процедур для повышения стабильности процесса и качества продукта.

Современные средства мониторинга процесса роста монокристалла и контроля его качества по структуре и свойствам позволяют получать представительный экспериментальный объем данных - основы для разработки методов цифровой оценки структур и физико-механических свойств материала, так и эффективных инструментов ретроспективного анализа баз данных производственного контроля.

**Цель данной работы:** разработка процедур цифрового количественного анализа структуры, физических и механических свойств монокристаллов группы  $A^{III}B^V$ , а также управления их качеством на основе ретроспективного анализа баз данных производственного контроля.

#### Задачи работы

– разработка цифровых процедур количественного анализа структуры полупроводниковых монокристаллов (геометрии ямок травления и неравномерности их размещения), их метрологическое обеспечение;

– развитие методов оценки трещиностойкости полупроводниковых монокристаллов GaAs на основе анализа системы трещин, возникающих при воздействии индентора при различных нагрузках;

– на основе анализа вида распределения значений управляющих и приемосдаточных параметров технологии выращивания (методом Чохральского) монокристаллов GaAs, предложить алгоритмы анализа баз данных производственного контроля, обеспечивающие выявление критических факторов технологии (или их сочетаний) в пределах поля допуска, ответственных за разброс свойств монокристаллов;

- определение границ применимости оптического метода, предназначенного для определения концентрации свободных носителей по спектрам отражения в средней и дальней инфракрасной области спектра;

#### Научная новизна:

– Предложен алгоритм выбора порога бинаризации, основанный на различии в уровнях серого, соответствующего ямкам травления и фону (256 оттенках серого) в единых координатах с учетом различий в интенсивности яркости ячеек и каркаса панорамы из сшитых изображений дислокационной структуры монокристаллов GaAs;

– Для оценки неоднородности размещения ямок травления на поверхности пластины GaAs применена статистика полиэдров Вороного, для определения порога фильтрации шумов - статистика распределения площадей темных объектов. Показано, что группам темных объектов, выделяемых «статистической» (на основе гистограмм распределения значений площадей) и «физической» (по прямым наблюдениям морфологии ямок травления в сканирующем электронном микроскопе) фильтрацией, в координатах «площадь объекта  $S$  – его периметр  $P$ », отвечали различные значения тангенсов углов наклона аппроксимирующих прямых на сводной зависимости. Линейность отдельных участков зависимости отражает самоподобие наблюдаемых физических явлений, а различие их параметров – отличие в природе объектов;

– Установлено, что наблюдаемое распределение значений параметров технологии выращивания монокристаллов GaAs методом Чохральского и его продукта в основном отлично от нормального вида -коэффициенты асимметрии ( $A_s$ ) и эксцесса ( $E_s$ ) изменялись в диапазонах  $-5,44 \dots 0,87$  и  $-0,95 \dots 15,62$ , что определяет малую эффективность регрессии - коэффициент корреляции  $R \in [0,23 \dots 0,47]$ . Выявлены закономерности влияния параметров процесса выращивания на эффект канальной неоднородности и предложен критерий ранжирования критических параметров процесса выращивания монокристаллов группы  $A^{III}B^V$ ;

– С использованием разработанных приемов когнитивной графики при ретроспективном анализе баз данных производственного контроля технологии выращивания монокристаллов GaAs методом Чохральского выявлены области с доминирующим типом зависимости критических параметров технологии, обеспечивающие выращивание монокристаллов GaAs с низкой плотностью дислокаций ( $<1,8 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ );

– Показано, что при воздействии индентора на поверхность монокристаллов GaAs в первую очередь образуются медианные трещины по грани летучего компонента. Установлено, что для контролируемого образования системы глубоких трещин по плоскостям скола  $\{110\}$  необходим прецизионный подбор нагрузки. Поворот главных диагоналей индентора относительно указанных плоскостей приводит к активному развитию радиальных трещин в направлениях  $<100>$  и неконтролируемому разрушению монокристалла.

**Положения, выносимые на защиту:**

– Научно-техническое обоснование метрологического обеспечения измерений цифровых изображений структуры монокристаллов группы  $A^{III}B^V$ ;

– Граничные условия применения оптического метода, предназначенного для определения концентрации свободных носителей по спектрам отражения в средней и дальней инфракрасной области;

– Оценка масштаба различий статистической природы объектов исследования - разнообразия видов распределения значений управляющих и приемо-сдаточных параметров, входящих в базы данных производственного контроля; возможности извлечения информации о взаимосвязи значений управляющих и приемосдаточных параметров в связи с поиском причин различий в строении дислокационной структуры и в подвижности свободных носителей заряда;

– Технологические факторы, определяющие канальную неоднородность монокристаллов GaAs, такие как скорости вращения тигля с расплавом и затравочного кристалла;

– Подходы к определению критериев стойкости монокристаллов GaAs к хрупкому разрушению и неконтролируемому распространению трещин в различных кристаллографических направлениях.

**Практическая ценность работы.** Разработанные цифровые процедуры измерения структуры материала и методика оценки вязкости разрушения были использованы в физическом институте имени П.Н. Лебедева РАН, что позволило сопоставить статистику распределения дефектов в монокристаллах с параметрами технологии и уточнить характеристики их трещиностойкости, повысив тем самым выход годной продукции (акт о внедрении приложение А). Применение предложенного в работе алгоритма

ретроспективного анализа баз данных в производственных условиях АО «Гиредмет» позволило повысить качество выпускаемой продукции - обеспечить плотность структурных дефектов (дислокаций) на нижнем пределе поля допуска и улучшить однородность их распределения по сечению пластины (акт о внедрении приложение Б).

**Достоверность** обеспечивается использованием современной исследовательской техники, массовых цифровых измерений структур и разрушения, программного обеспечения и корректных статистических методов обработки результатов, приемов когнитивной графики, учитывающих физику явлений и процессов, согласием с результатами, имеющимися в научно-технической литературе по данной проблеме. Надежность основных результатов достаточно подтверждена статистическим анализом результатов обработки больших массивов изображений структур, изломов и данных производственного контроля

**Личный вклад** соискателя состоит в: разработке плана исследования, проведении лабораторных испытаний и пробоподготовке образцов; количественной обработке панорамных изображений дислокационной структуры монокристаллов и выявлении закономерностей их формирования; оценке влияния метрологических факторов цифровых измерений структур; обсуждении полученных результатов и формулировании выводов; написании статей и участии в конференциях.

#### **Вклад соавторов**

Научный руководитель Кудря А.В. – постановка цели и задач научной диссертации, участие в обсуждении результатов исследования и полученных выводов. Князев С.Н. – консультант по вопросам технологических аспектов производства монокристаллов группы  $A^{III}B^V$ , Соколовская Э.А. – участие в разработке алгоритмов цифровизации измерений структур и ретроспективного анализа баз данных производственного контроля, Трофимов А.А. – помощь в разработке методов оценки трещиностойкости монокристаллических подложек, Молодцова Е.В. – помощь в отработке технологии выращивания монокристаллов, Белов А.Г. – помощь в проведении электрофизических измерений, Савиных Е.А. – помощь в обработке экспериментальных данных, Журавлев Е.О. – помощь в пробоподготовке образцов и получении изображений структур.

**Благодарности.** Автор выражает благодарность лаборатории высокотемпературных полупроводниковых соединений  $A^3B^5$  во главе с начальником лаборатории к.т.н. Князевым С.Н. за предоставленный материал по теме диссертации, техническую помощь и поддержку.

#### **Публикации**

Основные результаты, полученные в ходе научной работы опубликованы в виде 14 статей, входящих в базы данных Scopus и WoS, и 12 тезисов в сборниках различных конференций.

#### **Апробация работы:**

Результаты диссертации были представлены на 10 конференциях

## Аналитический обзор литературы

### 1.1 Собственные точечные дефекты в монокристаллах

На свойства полупроводниковых материалов собственные точечные структурные несовершенства оказывают намного более значимое влияние чем на свойства других кристаллических тел. Данная особенность объясняется не только лишь сильно выраженной «тонкой» чувствительностью материала, в котором данный вид дефектов образуют центры локализации заряда – дополнительные энергетические уровни в запрещенной зоне, но и наиболее высоким уровнем химической чистоты и кристаллографического совершенства. Высокое совершенство полупроводниковых монокристаллов обуславливают роль точечных дефектов в качестве остаточных послеростовых дефектных центров, что непосредственно оказывает значительное влияние на важнейшие характеристики материала и формируемых на его основе эпитаксиальных слоев, и интегральных систем.

В элементарных полупроводниковых монокристаллах, таких как Ge и Si, нульмерные дефекты представлены в виде междоузельных атомов и вакансий. В структуре монокристалла такие несовершенства могут образовывать комплексы, в которые могут также входить примесные и легирующие атомы. В полупроводниковых соединениях группы  $A^{III}B^V$  наблюдается более сложная картина. В случае бинарных соединений необходимо отдельно рассматривать вакансии и междоузельные атомы обеих подрешеток ( $V_A$ ,  $V_B$  и  $A_i$ ,  $B_i$  соответственно), а также атомы замещения в каждой из них ( $B_A$ ,  $A_B$ ), зачастую называемые «антиструктурными». Данные точечные дефекты также могут образовывать комплексы с участием легирующих и примесных атомов и иметь достаточно сложный характер [3].

Возникают точечные структурные несовершенства в результате нагрева, облучения частицами высокой энергии, пластической деформации. В монокристаллах полупроводников наиболее весомую роль в их образовании играют нестехиометричность и формирование дефектной структуры при высоких температурах в процессе роста слитка. В отдельных случаях, интересным является рассмотрение влияния стойкости материала к радиации, что актуально в случае кристаллов Si и GaAs используемых в качестве солнечных батарей в космосе. Значимое влияние пластической деформации на формирования точечных дефектов можно отметить лишь в низкодислокационных монокристаллах

В полупроводниковых монокристаллах группы  $A^{III}B^V$  в отличие от элементарных полупроводников (Si, Ge), где преобладающая часть точечных структурных несовершенств имеет «термическое происхождение» (формируется на стадии выращивания и

последующей термической обработки), главной причиной их образования является отклонение от стехиометрического состава в пределах области гомогенности (рисунок 1.1.1).

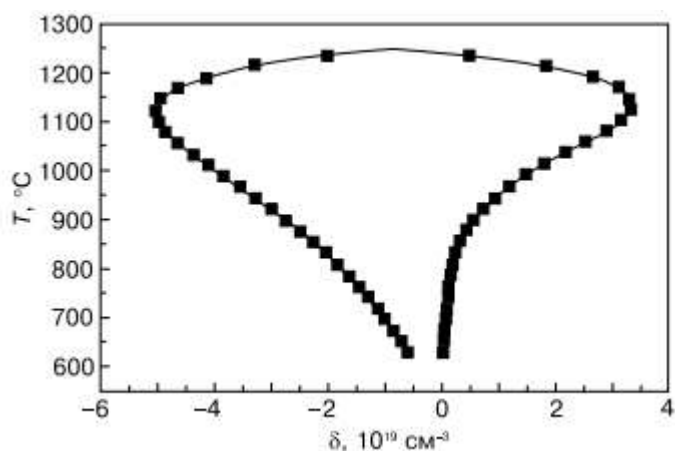
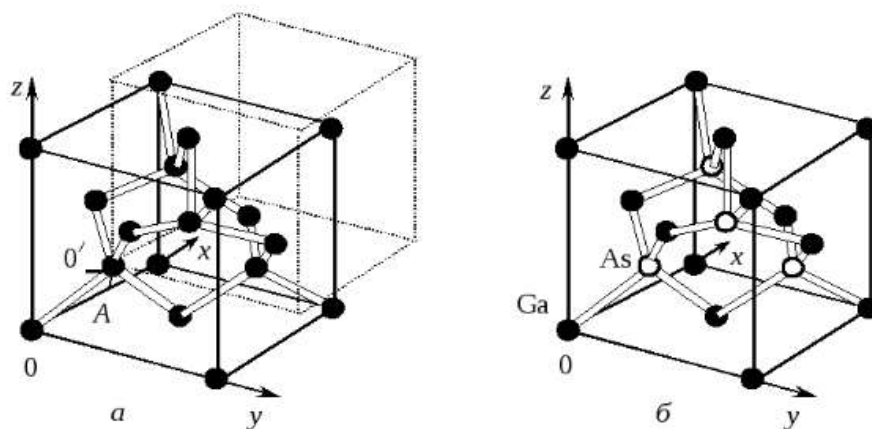


Рисунок 1.1.1 – Эмпирическая область гомогенности GaAs [4]

Анализ диаграммы фазового равновесия в области существования соединений группы  $A^{III}B^V$ , в частности конфигурации области гомогенности, а также знание основных механизмов образования твердых растворов на его основе позволяет не только определить концентрацию и тип точечных дефектов, но спрогнозировать оптимальные технологические параметры процесса роста монокристалла и его последующей термической обработки, что является очень актуальной задачей.

### 1.1.1 Особенности образования точечных дефектов в материалах группы $A^{III}B^V$

Кристаллическая решетка со структурой типа сфалерит (цинковая обманка) имеет свои характерные особенности, ее можно представить как две гранецентрированные решетки А и В (подрешетки), смещенные на  $\frac{1}{4}$  трансляции по трем направлениям декартовых координат (рисунок 1.1.2 б). Во круг атомов разного сорта образуется тетраэдрические междоузлия, формируемое из ближайших соседей – атомов другого сорта. Аналогично элементарным полупроводникам с решеткой типа алмаз (рисунок 1.1.2 а) в бинарных полупроводниках помимо изолированного положения междоузельного атома, возможно образования связанных конфигураций, которые потенциально могут быть не симметричны (из-за присутствия в решетки сфалерита атомов разного сорта).



а – кристаллическая решетка типа алмаз (Si, Ge); б – кристаллическая решетка типа сфалерита на примере GaAs.

Рисунок 1.1.2 – Отличие кристаллической решетки элементарных полупроводников от решетки типа сфалерит полупроводниковых материалов типа  $A^{III}B^V$  [5]

Энергия активации образования вакансий в катионных и анионных подрешетках монокристаллов полупроводников группы  $A^{III}B^V$ , в связи с различной природой формирующих их атомов, может быть различна.

Таблица 1.1.1 – Энтальпия образования точечных дефектов в двух подрешетках некоторых полупроводников группы  $A^{III}B^V$  [6]

Соединение	Энтальпия образования вакансии		Энтальпия образования изолированных антиструктурных дефектов	
	Подрешетка А, эВ	Подрешетке В, эВ	$V_A$ , эВ	$A_B$ , эВ
GaAs	2,31	2,31	0,35	0,35
InAs	2,44	1,30	0,33	0,57
GaSb	1,85	2,33	0,08	0,32
InSb	2,05	2,05	0,27	0,27

Для полупроводниковых материалов группы  $A^{III}B^V$  характерна схожая геометрия спектра внутреннего трения, а именно наличие максимума, являющегося следствием переориентации дивакансий в подрешетке элемента А. Это свидетельствует об

идентичности точечных структурных несовершенств в монокристаллах с решеткой сфалерита, принадлежащих данной группе. На рисунке 1.1.3 представлена типовая картина температурной зависимости внутреннего трения.

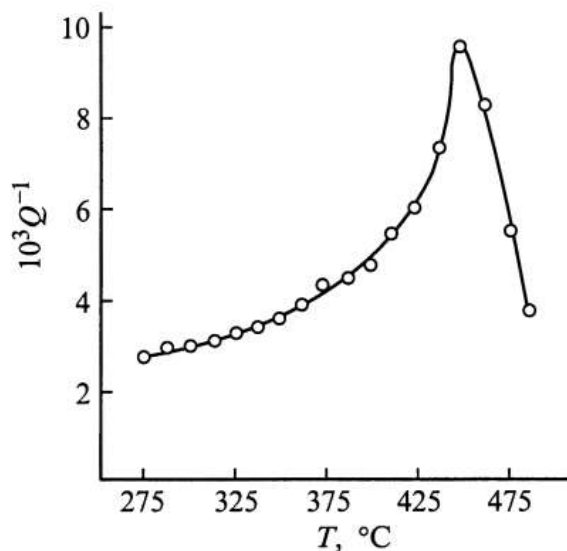


Рисунок 1.1.3 – Температурная зависимость коэффициента внутреннего трения [7]

Как было сказано выше, основной причиной образования точечных структурных несовершенств в монокристаллах группы  $A^{III}B^V$  является отклонение от стехиометрии, что теоретически можно нивелировать «стехиометрическим» расплавом в процессе роста по методу Чохральского. Главной трудностью при решении данной задачи является значительное различие упругости паров в точке плавления для А и В элементов. Данный факт обуславливает необходимость обеспечения оптимального давления летучего компонента, что неминуемо приводит к трудностям в поддержание необходимого состава расплава. Примером может являться изменение концентрации мышьяка в расплаве при выращивании GaAs – изменение температуры тигля или расплава в пределах  $\pm 1$  °C приводит к изменению концентрации As у фронта кристаллизации на 0,06 % (ат.), а в расплаве на 0,003 % (ат.). В реальном процессе роста монокристалла на кристаллографически ориентированную затравку происходит закономерное изменение температуры расплава и тигля, а также необходимость поддержания положительного температурного градиента для обеспечения конечной скорости роста (т.е. перегрева непосредственно близи фронта кристаллизации) [3]. Состав расплава в таком случае будет определяться не положением линии ликвидуса бинарного соединения, а положением бивариантного равновесия жидкость–пар (в координатах давление–температура, состав). В

рамках исследования данного физико-химического равновесия может быть использован метод непрерывного взвешивания, как это было сделано в работе [8] на примере GaAs, что, в частности, позволяет определить изменение состава расплава при постоянном давлении в случае создания достаточно больших положительных температурных градиентов в процессе роста. Дополнительные трудности вносит сложность задачи объективизации измерения температуры в печи.

В производственных реалиях процесс роста полупроводниковых материалов группы  $A^{III}B^V$  зачастую осуществляется при избытке одного из компонентов [4,9] что позволяет рассматривать данный компонент в качестве примеси, с характерными закономерностями распределения в монокристалле (примером может служить образование в конце слитка GaAs областей, обедненных мышьяком, при избытке галлия).

В силу очень высокой упругости паров некоторых компонентов группы  $B^V$ , таких как мышьяк и фосфор, процесс роста по методу Чохральского проводится под слоем флюса, которым зачастую выступает борный ангидрид  $B_2O_3$  [10]. Назначение флюса - препятствовать сублимации летучего компонента, но существует вероятность возникновения газовых пузырьков на границе расплав флюс, возрастающей при наличии шлаковых включений. Помимо данного факта, нарушение стехиометрии, в данном случае, может возникать также при выходе монокристалла из-под слоя жидкого флюса, с боковой поверхности, что дополнительно обуславливает необходимость создания высокого избыточного давления в камере печи.

Возникновения связанных с нестехиометрией точечных дефектов, помимо процесса роста, возможно в процессе термической обработки монокристалла, что может выполняться и целесообразно в запаянных кварцевых ампулах с избытком мышьяка. Контроль образования структуры дефектов производится по электрическим и оптическим измерениям. Также в процессе отжига неоднократно отмечена сниженная энергия активации образования комплексов точечных дефектов, состоящих из структурных дефектов и атомов легирующих и остаточных примесей. Например, в работе [11] для монокристаллов GaAs, легированных Te, установлено возникновение устойчивых комплексов точечных собственных структурных несовершенств с атомами теллура при термической обработке.

### **1.1.2 Методы исследования точечных дефектов**

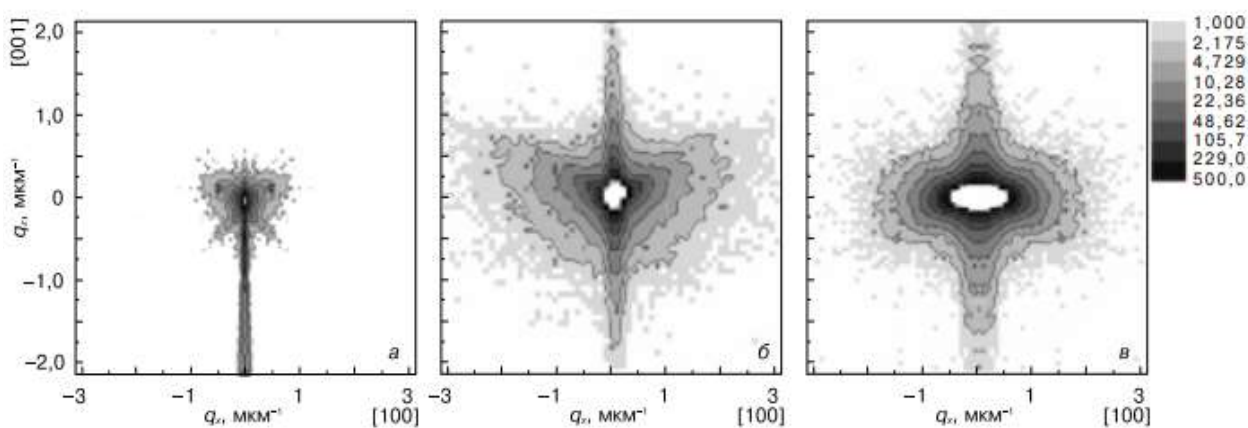
Методы исследования точечных дефектов условно можно подразделить на косвенные, прямые и расчетные. К косвенным методам относится оценка наиболее

структурно чувствительных параметров, которым, например, является электросопротивление, измерение которого позволяет сравнить слиток с избыточной концентрацией вакансий и после процедуры отжига. В свою очередь в основе прямых методов лежит непосредственный подсчет [3]

Наиболее тонко чувствительными к возникновению дополнительных энергетических уровней в полупроводниках физическими свойствами являются электрофизические характеристики, полученные методом Холла. Так, в работе [12] для полупроводниковой системы  $\text{Bi}_{1-x}\text{Sb}_x$  были произведены количественные расчеты зависимости коэффициента Холла от температуры, что позволило установить отношение эффективных масс носителей заряда в бинарной системе и механизм роста их концентрации. В работе же [13] анализ изменения коэффициента Холла позволил определить концентрацию трех типов носителей и оценить вклад каждого из них в явление переноса в легированном антимониде индия в температурном интервале от 77 до 166 К, что позволило выявить сложный характер зависимости вклада различных носителей заряда от температуры в кинетические коэффициенты.

Перспективным методом, в рамках определения энергетических характеристик, сечения и концентрации активных центров, связанных с глубокими уровнями в запрещенной зоне и возникающими в местах локализации различного рода дефектов, является емкостная спектроскопия глубоких уровней [14]. Данный подход позволяет добиться высокой разрешающей способности, приблизительно равной 0,03эВ.

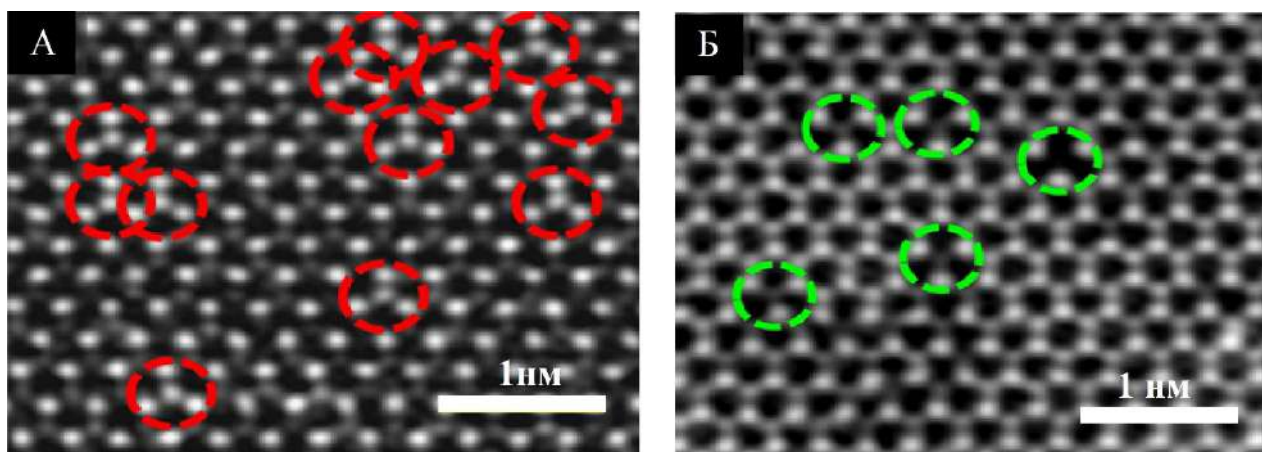
Изучение точечных структурных несовершенств является анализ картин диффузионного рассеяния рентгеновских лучей (ДРРЛ) в окрестности узла обратной решетки, чьи индексы Миллера кратны или совпадают с ориентацией исследуемой поверхности монокристалла, для построения изодиффузных контуров (рисунок 1.1.4). Так, в работе [15] было изучено влияние термической обработки на кластеры точечных дефектов в монокристаллах арсенида галлия, легированного кремнием, после термической обработки, что также позволило оценить величину отклонения твердого раствора от стехиометрического состава. В работе [16] на основе построения изодиффузных контуров было показано, что в независимости от методики выращивания в  $\text{GaAs}(\text{Si})$  при концентрации носителей заряда  $2 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ , образуются микродефекты вакансионного и межузельного типа.



а – начало слитка; б – середина; в – конец;

Рисунок 1.1.4 – Характерная картина распределения интенсивности ДРРЛ для различных участков монокристаллов GaP и GaAs [16].

Наблюдение точечных дефектов и их кластеров непосредственно в прямую трудновыполнимая задача, так как необходимо обеспечить разрешающую способность соизмеримую с размером атомов. Решить данную задачу можно посредством просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. Так как даже для данного подхода обеспечить такую разрешающую способность трудоемкая задача, так как необходимо нивелировать влияние различного рода aberrаций. На рисунке 1.1.5 представлено изображение точечных дефектов в дисульфиде молибдена.



а – атом замещения молибдена в подрешетке серы, б – вакансии

Рисунок 1.1.5 – Точечные дефекты в монослоях дисульфида молибдена [17]

Помимо очень высоких требований к оборудованию, а также необходимость трудоемкой подготовки экспериментальных образцов данный метод является локальным и не позволяет анализировать плотность точечных дефектов в объеме даже далеко не самых

крупногабаритных образцов, что сильно ограничивает его в рамках решения задачи исследования физики образования точечных дефектов.

Наиболее перспективным методом исследования достаточно больших кластеров точечных дефектов, коагулирующих в микродефекты, является метод избирательного травления. Соответствие мелких ямок травления, а также ямок травления с плоским дном или (светлых неглубокие ямок травления, согласно ГОСТ 16153-80), выявляемых при селективном травление, микродефектами/комплексами точечных дефектов было не раз подтверждено для элементарных полупроводников и полупроводниковых соединений группы  $A^{III}B^V$  [18-20]. Такие фигуры травления при достаточно сильном легировании могут образовывать, так называемый, мелкоточечный фон [21]. В нелегированных монокристаллах пустые ямки травления могут возникать в местах выхода на поверхность коагуляций неравновесных вакансий. В свою очередь, в легированных монокристаллах фигуры травления такой морфологии обусловлены скорее примесными преципитатами и сегрегатами. Наглядно данную закономерность отражает изменение вероятности возникновения мелкоточечного фона в арсениде галлия при увеличении концентрации теллура (рисунок 1.1.6).

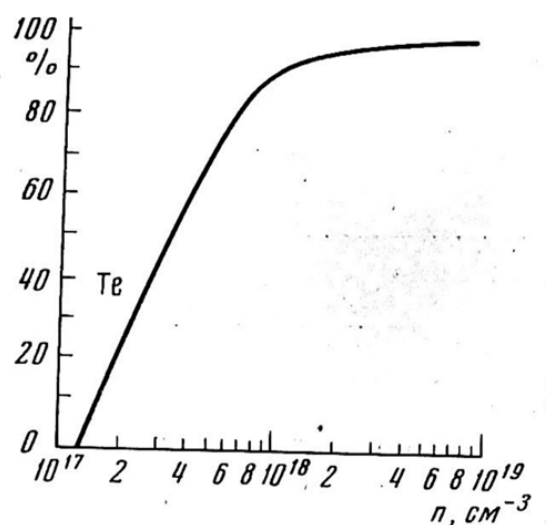
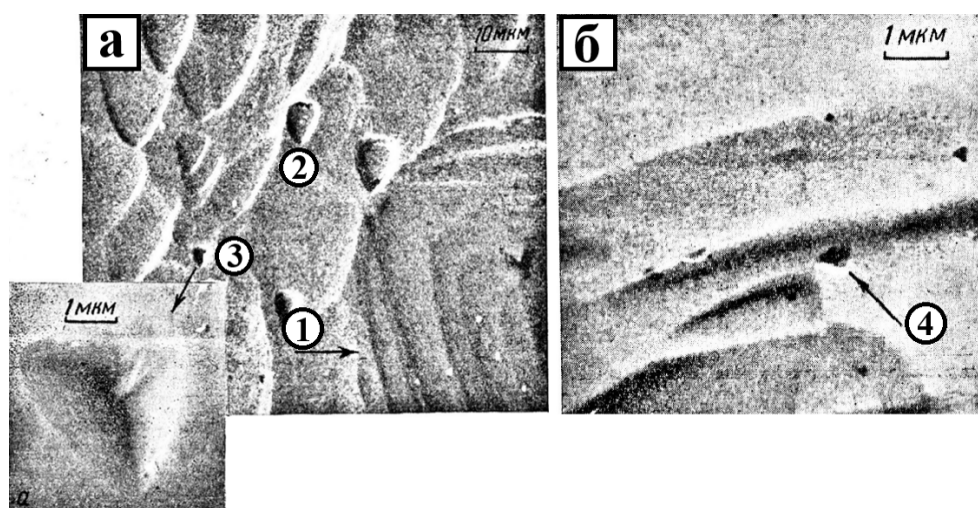


Рисунок 1.1.6 – Изменение вероятности возникновения фона мелких пустых ямок травления в зависимости от концентрации теллура [18]

Разрешающая способность светового микроскопа не позволяет ввести разделения ямок травления по размеру и морфологии. Для классификации ямок травления, составляющие мелкоточечный фон, необходимо применение высокоразрешающих материаловедческих методов исследования структуры, например, растровой электронной микроскопии [22]. Так, можно выделить «субмелкие» и мелкие островершинные ямки

травления размером 0,03 ... 0,1 и 0,8 ... 4 мкм и фигур, а также плоскодонные ямки 2 ... 50 мкм (рисунок 1.1.7). Исследование тонких пленок методом ПЭМ показало, что мелким ямкам соответствуют сегрегации, залегающие по плоскостям {111} под углом к поверхности шлифа, а субмелким - вероятно соответствуют пластинчатые дисперсные преципитаты атомов теллура [18]. В работе [23] для GaAs, легированного теллуrom, была предложена следующая классификация микродефектов по природе образования. При концентрации свободных носителей заряда  $7 \cdot 10^{17} \text{см}^{-3}$  комплекс точечных дефектов представляет собой их диффузионное скопление и обладает отрицательным зарядом, когда как при  $1 \cdot 10^{18} \text{см}^{-3}$  - менее дисперсные и предвыделения второй фазы, окруженные ансамблем точечных.



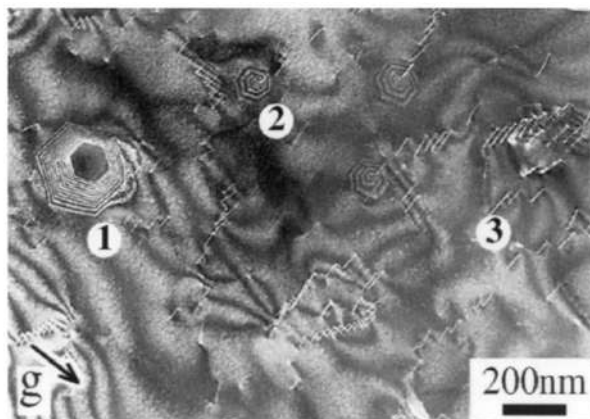
1 – дислокационные; 2 – пустые; 3 – мелкие; 4 – «субмелкие»

Рисунок 1.1.7 – Растровое изображение ямок травления на поверхности монокристалла GaAs

Обнаружить мелкие ямки травления (0,05-0,5 мкм), образующие так называемый мелкоточечный фон, «свирл»-дефекты, а также пустые (плоскодонные, блюдцеобразные) и S-ямки можно на картинах «проекционного» травления, полученных в растровом электронном и оптическом световом микроскопе [24]. Размер пустых ямок лимитируется диффузией, зависит от времени травления и может кратно превышать размеры исходного микродефекта. Их плотность и неоднородность распределения растет с увеличением концентрации легирующей примеси. Вероятностный характер возникновения мелкоточечного фона при низких концентрациях легирующих добавок определяет интерес

к исследованию влияния температурных и динамических параметров процесса выращивания на концентрацию и характер распределения микродефектов в монокристалле.

Интересно что в монокристаллах (эпитаксиальных слоях) GaN с высокой плотностью структурных дефектов ( $>10^8 \text{ см}^{-2}$ ) мелкие фигуры травления  $>30 \text{ нм}$  ( $0,03 \text{ мкм}$ ) имеют дислокационную природу. (рисунок 1.1.8) [25].



1 – нанотрубки; 2 -смешанной дислокации с заметной винтовой составляющей; 3 –  
краевой дислокации

Рисунок 1.1.8 – Растровое изображение фигур травления на поверхности эпитаксиального слоя GaN в местах выхода на поверхность

Так, плотность ямок травления ( $N_{EPD}$ ), выявляемых в эвтектике KOH/NaOH на поверхности нитрида галия, сопоставима с величиной плотности дислокаций ( $N_d^{ПЭМ}$ ), рассчитываемой методом просвечивающей электронной микроскопии (рисунок 1.1.9). Линейная зависимость также наблюдается между плотностью ямок травления и плотностью дефектов темных точек ( $N_{DSD}$ ), наблюдаемых методом растровой электронной микроскопии в режиме наведенных токов и микрокатодолюминесценции рисунок 1.1.9 б. [26]

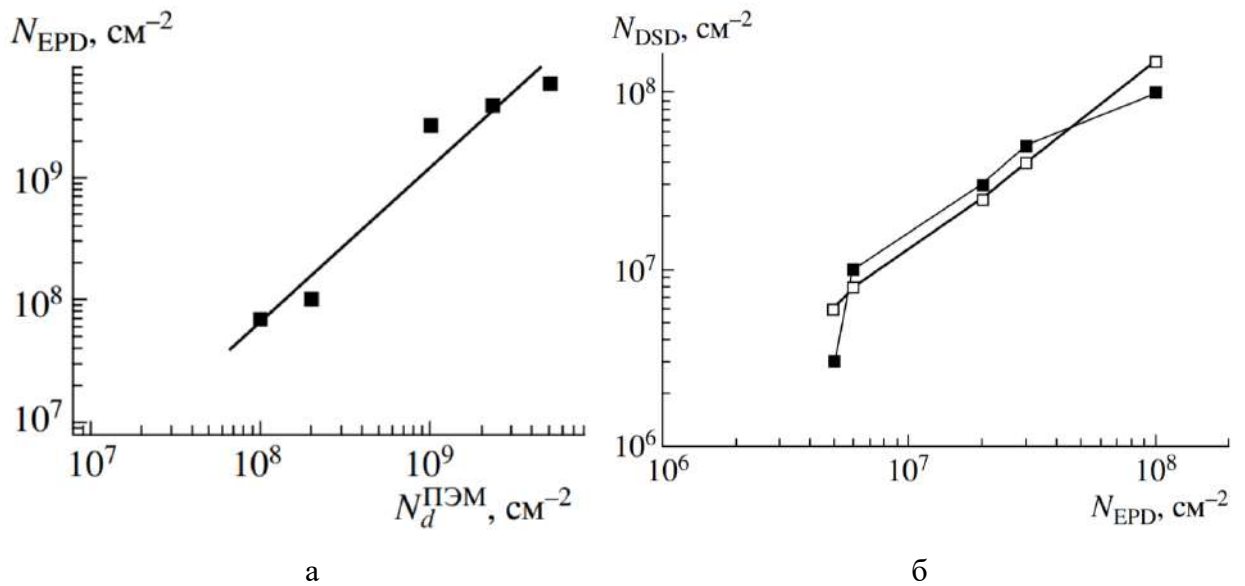
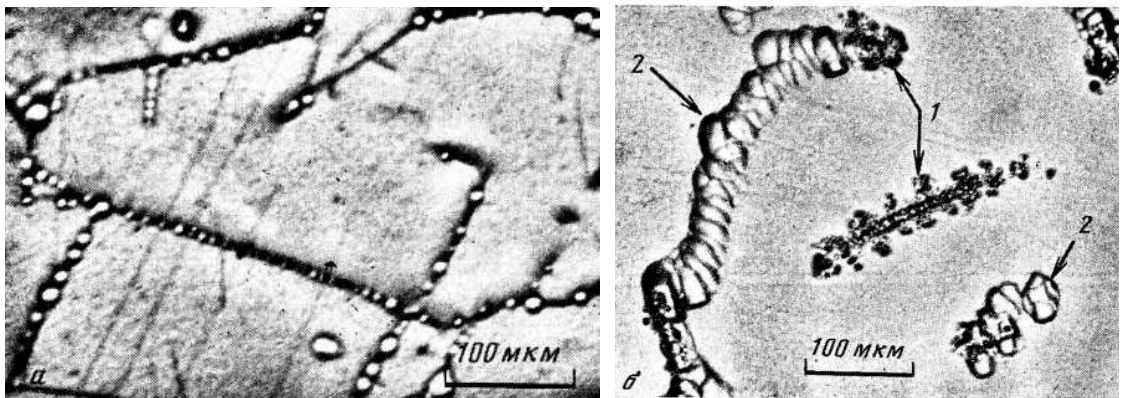


Рисунок 1.1.9 – Корреляция между плотностью ямок травления и плотностью дислокаций ПЭМ (а) и плотностью дефектов-темных точек (б)

В легированных полупроводниках за счет применения травителя Абрахамаса-Бьюочи (АВ) становится возможным выявление сегрегаций вдоль дислокационной линии, разделенных при невысоких концентрациях и изменяющих морфологию дислокации при высоких концентрациях (рисунок 1.1.10).



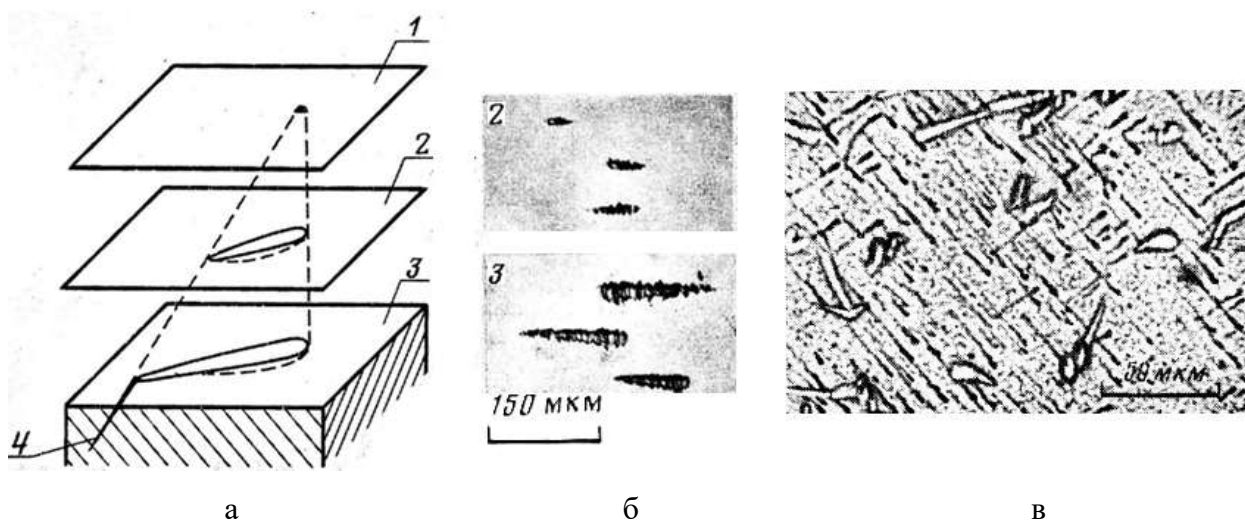
а – КСНЗ  $\sim 10^{17} \text{ см}^{-3}$ ; б – КСНЗ  $\sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$

1 — следы дислокаций, выходящих на фактическую поверхность образца, 2 — находившихся в стравленном слое

Рисунок 1.1.10 – Следы дислокаций, декорированных микродефектами, в кристаллах GaAs с различным содержанием Те, выявленные АВ травителем на поверхности {100}

Сами же дислокации в травителе Абрахамса-Бьюочи с большой вероятностью оставляют след в виде канавок, сужение которой соответствуют выходу дислокации на поверхность исследуемой пластины (рисунок 1.1.11). Исключением служат линейные дефекты, возникающие при отрыве растущего слитка от расплава в ситуации, когда не удалось сформировать так называемый обратный конус, а также механически «наведенные» дислокации.

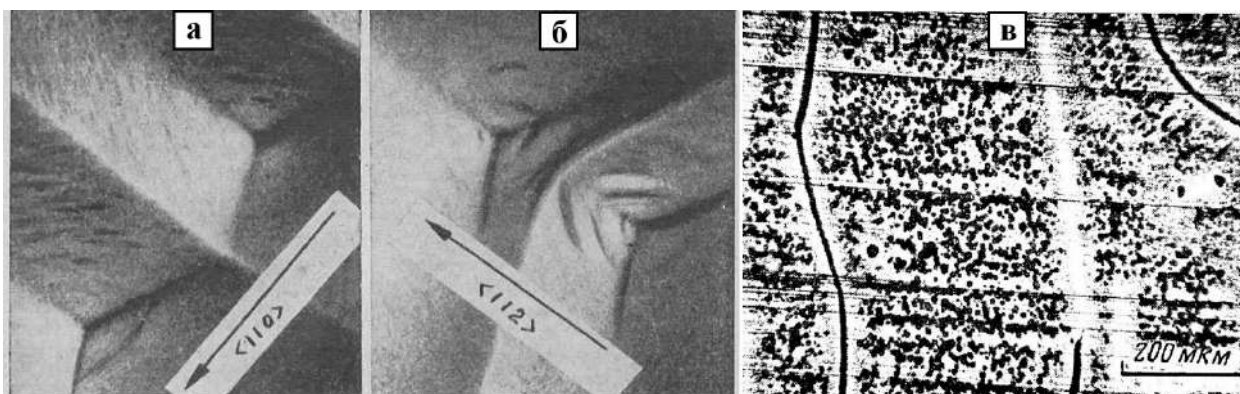
При «проекционном» травления нелегированных и «слаболегированных» (концентрация свободных носителей заряда  $< 1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ ) монокристаллов геометрия следов дислокаций не меняется в зависимости от времени травления и имеет следующую конфигурацию – ширина и высота  $\sim 3 \text{ мкм}$ . Аналогичная картина наблюдается при легировании монокристаллов GaAs изовалентными примесями [24].



а – схема формирования следа дислокаций, б -поверхность (100) монокристалла GaAs легированного теллуром ( $4 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ), в – дислокации на периферии монокристалла InP  
 1, 2, 3 — первоначальное, промежуточное и конечное положения поверхности травления,  
 4 — часть прямолинейной дислокации, сохранившейся после травления  
 Рисунок 1.1.11 – Формирование следов дислокаций при «проекционном» травлении [24]

Отдельный интерес к изучению картин травления полупроводников в «проекционном» травителе обусловлен возможностью наглядной визуализации пространственной неоднородности распределения дефектов. Так, в GaAs, сильнолегированном теллуром ( $KCHЗ \sim 6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ) отчетливо наблюдается отсутствие «недислокационных» ямок травления вблизи дислокаций при «проекционном» травлении,

даже в том случае, когда она залегает в объеме кристалла и не пересекает поверхность шлифа (рисунок 1.1.12).



а, б – островершинные и «растравленные» ямки травления на поверхности GaAs (селективное травление), в – дислокаций в сильнолегированном GaAs (AB-травитель)

Рисунок 1.1.12 – Влияния ансамбля точечных дефектов на картину травления вблизи дислокаций

При избирательном травлении такую закономерность можно отследить по изменению морфологии вершин ямок (рисунок 1.1.12 а,б). Так, «высокотемпературные» дислокации с «богатой» примесной атмосферой, перемещающиеся преимущественно переползанием и образующие, так называемые, полигональную стенку в кристаллографическом направлении  $[112]$ , имеют «растравленные» вершины в отличие от островершинных ямок травления, возникающих в местах выхода на поверхность монокристалла «незакрепленных» дислокаций, формирующих линию скольжения [27]

## 1.2 Дислокации в полупроводниковых монокристаллах

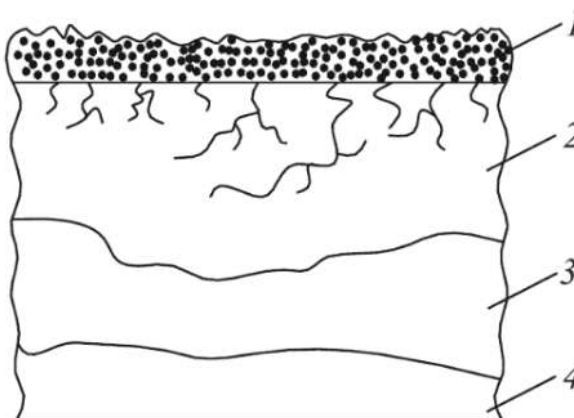
Аналогично кристаллам с простой гранцентрированной решеткой, в полупроводниковых монокристаллах со структурой сфалерита скольжение дислокаций происходит преимущественно по плотноупакованным плоскостям семейства  $\{111\}$  (направление сдвига в данном случае, как правило, параллельно  $\langle 110 \rangle$  [28]. На работу конечной интегральной системы дислокации оказывают значительное влияние, что было показано в работе [29] на примере германия, в работе [30] на примере полуизолирующего арсенида галлия и в [31] в нитриде галлия. Согласно [32,33] дислокации, вне зависимости от природы происхождения, могут привести к:

- уменьшению времени жизни неосновных носителей заряда в активной области структуры интегральной системы;
- к деградации рабочих параметров приборов: светодиодов, лазерных диодов, диодов Ганна, лавинно-пролетным диодам, лавинным транзисторами и др.;
- к наследованию дислокационной структуры эпитаксиальными слоями в ходе дальнейших технологических операций и усугублению деградации структуры.

Влияние дислокаций и их скоплений на комплекс свойств полупроводниковых монокристаллов неоднозначно. Примером может служить явление характерное для приборов на основе GaAs и Si, где дислокации выступают внутренними центрами геттерирования, что способствует очищению полупроводникового материала и улучшению электрофизических параметров [34,35]. Неоднозначная корреляция повышенной плотности дислокаций с электрофизическими свойствами прибора может быть вызвана следующими причинами:

- не все дислокации одинаково влияют на работу интегральной схемы, например, дислокаций пересекающие р–п переход могут вызывать пробой микроплазмы (характерная картина наблюдается при сравнении микрофотографий дислокаций, полученных методами рентгеновской топографии и в РЭМ в режиме наведенных токов);
- степень влияния дислокаций на характеристики конечного прибора также определяется составом примесной атмосферой (ансамблем точечных дефектов)
- количеством сегрегированных примесных атом, в особенности металлов.

Дислокационные скопления также оказывают влияние на стойкость монокристалла к хрупкому разрушению при резке и на дальнейшие структурные особенности пластин (рисунок 1.2.1). На данный факт также влияние оказывается природа и характер примесных сегрегаций, что было показано на примере легирования азотом монокристаллов кремния [36].



1 -рельефный слой; 2 – микротрещины; 3 – область скопления дислокаций; 4 –  
монокристалл

Рисунок 1.2.1 – Структура нарушенного слоя пластины после механической обработки.

Классические механические испытания (растяжение, сжатие, кручение и др.), регламентированные ГОСТ, не в полной мере отражают схему нагружения материала в процессе создания и работы интегральной схемы (прибора), в связи с чем, оценить вклад дислокаций и неоднородности их размещения в упрочнение материала нетривиальная задача. Наиболее часто для оценки прочностных характеристик полупроводников исследуют температурную или концентрационную зависимость микротвердости [37], однако численно оценить вклад дислокаций в изменение твердости материала не всегда представляется возможным. Так, при неизменной плотности дислокаций ( $N_d=2\pm 0,5\cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ) в процессе термической обработки GaAs, выращенного методом Чохральского и легированного Te, наблюдалось снижение микротвердости с  $574\pm 23$  до  $531\pm 22 \text{ HV}$ , когда как при уменьшении плотности дислокаций (при неизменной концентрации свободных носителей заряда) с  $3\pm 0,75\cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$  (LEC GaAs) до  $5\cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$  (ВНК GaAs) микротвердость увеличивается с  $446\pm 36$  до  $569\pm 20 \text{ HV}$  [38].

Существенный вклад дислокаций и характера их распределения в объеме материала на комплекс физико-механических свойств подложки и формируемой на ней интегральной схемы определяет интерес к изучению природы формирования дислокационной структуры полупроводниковых монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  [38].

### 1.2.1 Подвижность дислокаций в монокристаллах группы $A^{III}B^V$

Выращивание монокристаллов из расплава сопряжено с возникновением внутренних макронапряжений, которые обуславливают не только лишь формирование и характер распределений дислокаций, но и комплекс механических свойств, в том числе на стойкость пластин к хрупкому разрушению при дисковой резке и на других технологических этапах производства интегральных систем. Исследование физики явлений, происходящих в процессе роста, на основе теории внутренних напряженных состояний, главной причиной возникновения которых является неоднородно температурное поле, способствуют развитию технологии получения высокосовершенных кристаллов.

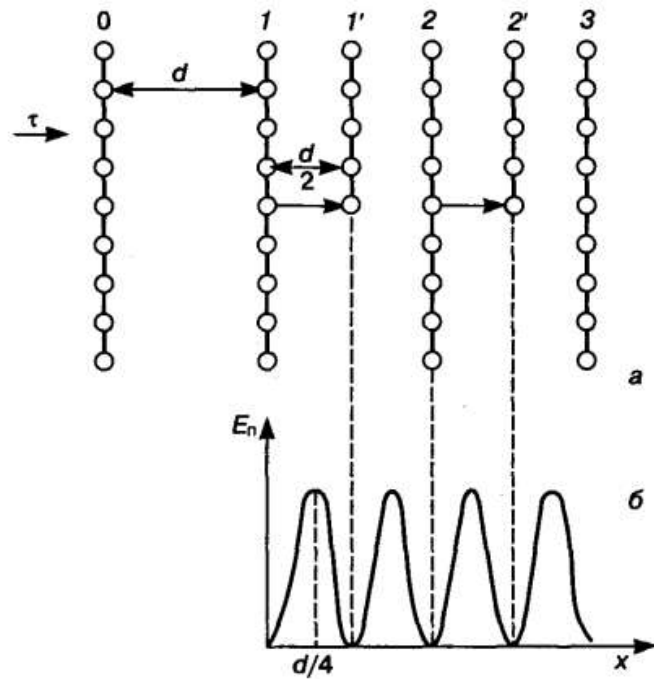
Как и в случае элементарных полупроводниковых соединений (Si, Ge) соединения группы  $A^{III}B^V$  с решеткой сфалерита в связи с направленностью устойчивых ковалентных связей отличаются высоким барьером Пайерлса для активации движения дислокаций (но

меньшим чем в Si, Ge за счет повышенной ионной составляющей связи). Анизотропия энергии связи в ГЦК решетке также обуславливает паттерн расположения дислокаций преимущественно в кристаллографических плоскостях с наибольшей ретикулярной плотностью (в долинах потенциального рельефа). Зависимость потенциального барьера скольжения дислокаций от ее ширины описывается выражением [3].

$$\tau_p = -\frac{G}{1-\mu} \exp\left(-\frac{4\pi w_D}{b}\right) \quad (1.2.1)$$

где  $w_D$  – ширина дислокации, Å  
 $b$  – вектор Бюрегса, Å.

Ширину дислокаций можно оценить с помощью просвечивающей электронной микроскопии. Например, ширина дислокаций в монокристаллическом германии 0,5 нм, что примерно в двое превышает расчетную величину, а в пластине GaAs (100) – 70 нм [39]. В свою очередь напряжение Пайерлса для элементарных полупроводников и монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  значительно превосходит значения данной величины для металлов с ГЦК решеткой и щелочногалоидных кристаллов [40,41]. Для скольжения из одного положения в идентичное дислокации необходимо пройти также и промежуточное положение (рисунок 1.2.2) [42].

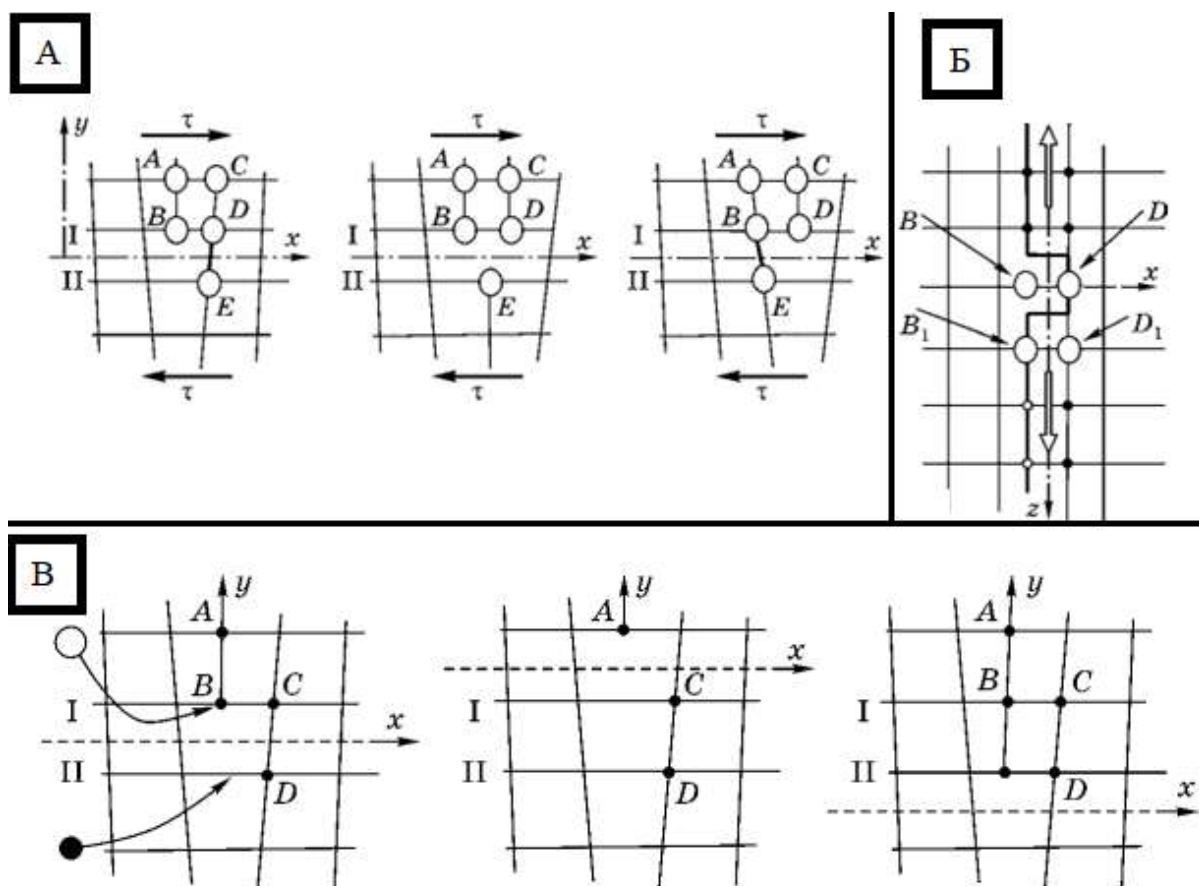


а – перемещение дислокаций в решетке; б – периодический характер изменения потенциальной энергии при движении дислокации

Рисунок 1.2.2 – Периодическое изменение энергии дислокации в зависимости от положения в кристалле [43]

Изначально дислокация, изображенная на рисунке, расположена в потенциальной долине (долине Пайерлса), то есть в равновесном стабильном состоянии. Величина энергии активации, необходимая для начала скольжения соответствуют барьеру Пайерлса. Очевидно, что величина барьера будет зависеть от тензора напряжений и от плоскости скольжения. В случае кристаллографических плоскостей с высокой ретикулярной плотностью, межатомные силы слабо изменяются при данном переходе, что обуславливают наименьшую энергию активации.

Принципиально движение дислокаций можно разделить на консервативное (скольжение), при котором не возникают никакие дополнительные возмущения структуры, и неконсервативное (переползание), лимитирующей стадией которого является диффузия точечных дефектов в монокристалле (рисунок 1.2.3) [44].



а – скольжение; б – образование двойного перегиба; в – переползание;

Рисунок 1.2.3 – Консервативное и неконсервативное движение краевой дислокаций

В общем случае скольжение дислокации можно представить себе как разрыв связи DE и образование связи между атомами В и Е, постепенно восстанавливаемой до нормальной величины (рисунок а). В зависимости от вектора приложенной нагрузки и кристаллографической ориентации монокристалла возможны различные механизмы пластической деформации данным способом. В случае монокристаллов группы  $A^{III}B^V(100)$  при ориентации нагрузки вдоль оси сжатия активируется октаэдрическое скольжение дислокаций [45].

Как было отмечено выше, полупроводниковые монокристаллы обладают достаточно высоким потенциальным барьером, но в реальных кристаллах дислокации подвижны и при более низких напряжениях ( $t < \tau_p$ ), за счет так называемого термического перегиба [3]. На рисунке 1.2.3 б схематично показано образование двойного перегиба. К атомам В приложена равномерно распределенная сила, действующая на дислокацию и пропорциональная величине сдвиговых напряжений и вектору Бюргерса. Модельно движение атомов в кристаллической решетке можно представить как некое колебание относительно положения равновесия, в этом случае атом В перейдет в положение D лишь тогда, когда фаза максимума тепловых колебаний совпадет с направлением приложенной силы. В результате образуется двойной перегиб, что в свою очередь снижает энергию активации перехода оставшихся атомов вдоль дислокационной линии (переход требует меньшей по модулю силы и меньшей по фазе амплитуды колебаний), что приводит к распространению перегиба. Энергия (барьер Пайерлса второго рода), которую необходимо затратить на распространение двойного перегиба относительно  $\tau_p$ , мала [46]. Частота образования двойных термических перегибов и скорость движения дислокации определяются выражениями:

$$v_{д.п.} = \frac{vB}{l_{кр}} \exp\left(-\frac{U_{д.п.}}{kT}\right) \quad (1.2.2)$$

$$V = aLv_{д.п.} \quad (1.2.3)$$

где,  $U_{д.п.}$  – энергия образования двойного перегиба;

$v$  – частота тепловых колебаний дислокаций;

$l_{кр}$  – критическая ширина двойного перегиба;

$L$  – длина дислокации;

$a$  – расстояние между соседними долинами пайерлсовского рельефа;

В случае, когда расстояние между двумя возникающими в процессе термической флуктуации перегибами  $< l_{кр}$  происходит их «схлопывание» в поле напряжений. Так в

случае достаточно длинной дислокаций и высокой частоты температурных колебаний атомов кристаллической решетки скорость движения дислокации перестает зависеть от ее длины, а определяется лишь аннигиляцией двойных перегибов.

Процесс пластической деформации монокристаллов можно отнести к термически активируемому, но температура может оказывать двойное влияние на движение дислокационных скоплений. С одной стороны снижается энергия необходимая для преодоления дислокацией препятствий, с другой стороны когерентные флуктуации обуславливают самоблокировку дислокационных скоплений различной конфигурации [47]. За счет повышенной диффузионной способности точечных дефектов становится возможным механизм переползания. Как видно из рисунка 1.2.3 в, в случае диффузии вакансии в области сжатия дислокации смещаются вверх, относительно своего начального положения. В случае же межузельного атома, диффундирующего в область растяжения, происходит «достройка» лишней полуплоскости, и линия дефекта спускается вниз. Увеличение температуры также влияет на характер примесных сегрегаций вдоль дислокационной линии, которые, в свою очередь, являются локальными барьерами для распространения формирующихся двойных термических перегибов и могут приводить к появлению стартового напряжения, ниже которого дислокация неподвижна. Увеличение времени и номинальной температуры проведения термической обработки монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  приводит к возрастанию стартовых напряжений [48], что наиболее вероятно объясняется увеличением плотности примесных сегрегаций в связи с увеличением их потенциального диффузионного пути (диффузионный путь  $x \approx \sqrt{2D\tau}$ ) Наличие точечных дефектов также может нивелировать влияние протяженности линии дислокаций на скорость ее передвижения, так как  $l_{кр}$  в данном случае будет определяться как расстояние между соседними комплексами точечных дефектов.

В сравнении с монокристаллами Si и Ge в соединениях группы  $A^{III}B^V$  наблюдается значительное различие подвижности дислокаций различного типа, что проявляется в сильной асимметрии полупетель, формирующихся в области нанесенный царапины [49]. Наиболее подвижными являются 60-градусные  $\alpha$  дислокаций, а наибольшей энергией активации движения (потенциальные барьер) имеют 60-градусные  $\beta$  [50]. Для арсенида галлия численное соотношение скоростей скольжения винтовой,  $\alpha$ ,  $\beta$ -дислокаций при температуре 300° равно соответственно 300:9:1. Схожая картина наблюдается и в других монокристаллах группы  $A^{III}B^V$  (InSb, GaSb, InAs, InP) [51] и наиболее вероятно определяется различиями барьеров Пайерлса первого и второго рода, которые, в свою очередь, обусловлены различием в электрическом зарядовом состоянии. При достаточно высоких ростовых напряжениях скорость движения дислокаций полностью определяется

видом зависимости образования двойного перегиба от величины этого напряжения. Безусловно сложный характер комплексов точечных дефектов, образующийся в результате неизбежных отклонений от стехиометрии на фронте кристаллизации в процессе роста бинарных монокристаллов, оказывает влияние на характер распространения двойных перегибов в ходе высокотемпературной пластической деформации. В работе [52] механизм влияния нульмерных дефектов, введенных в материал путем облучения, был исследован на примере ударных волн. Очевидно, что состояние ансамбля точечных структурных несовершенств в реальных монокристаллах различной химической природы может существенно различаться. Так в работах [53,54] на примере монокристаллического GaAs легированного теллуром в различных количествах показано изменение структуры точечных дефектов.

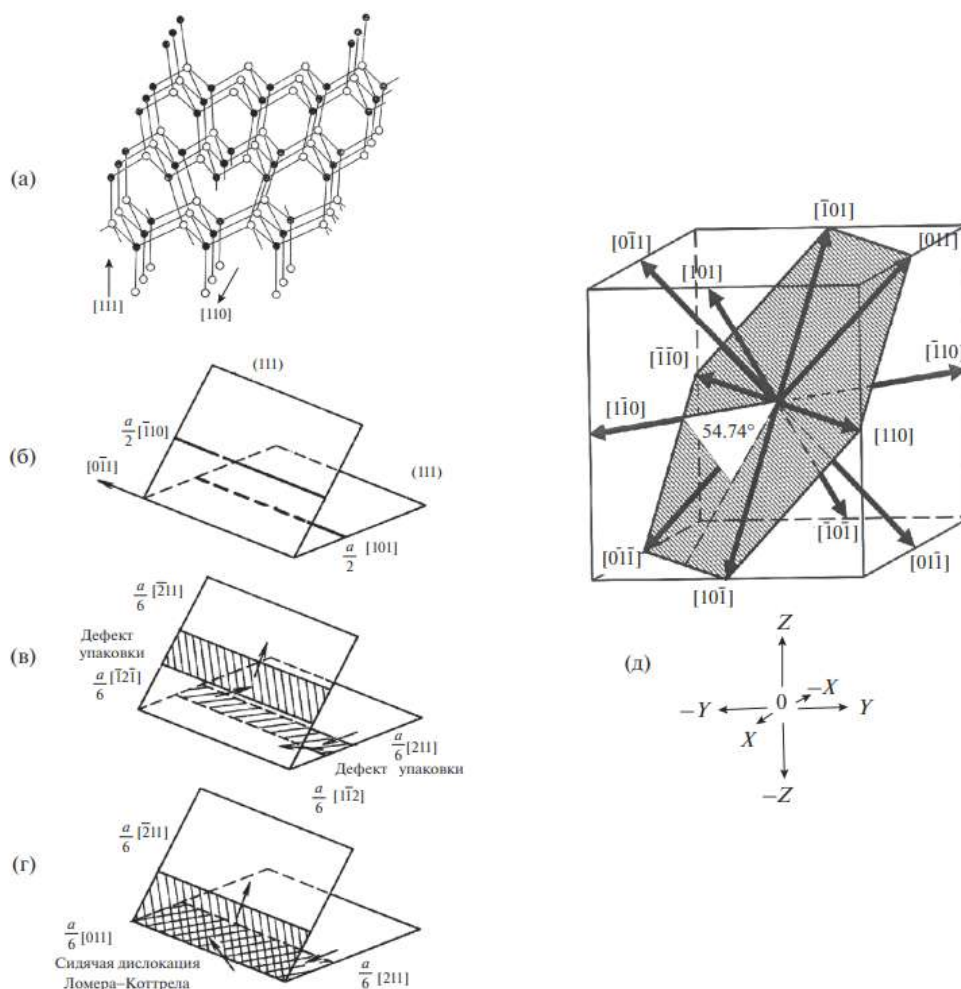
В рамках исследования динамики движения дислокаций в кристаллической решетке типа  $A^{III}B^V$  механизм их расщепление представляет особый интерес. Расщепленные дислокации в структуре сфалерита в общем случае являются частичные дислокации Шокли разделенные плоскостью дефекта упаковки типа вычитания:

$$60\text{-градусная } \alpha \rightarrow 30\text{-градусная } \alpha + 90\text{-градусная} \quad (1.2.4)$$

$$60\text{-градусная } \beta \rightarrow 30\text{-градусная } \beta + 90\text{-градусная} \quad (1.2.5)$$

$$\text{винтовая} \rightarrow 30\text{-градусная } \alpha + 30\text{-градусная } \beta \quad (1.2.6)$$

Помимо типа частичной дислокации ее подвижность определяется ее непосредственным расположением относительно дефекта упаковки – она может являться как замыкающей, так и лидирующей. В результате при движении расщепленной дислокации в зависимости от величины прикладываемых напряжений ширина полосы дефекта упаковки может изменяться. В свою очередь энергия дефекта упаковки с увеличением доли ионной составляющей связи в ряду монокристаллов  $A^{III}B^V$  закономерно уменьшается. При пересечении траекторий движения двух расщепленных дислокаций образуется сидячая дислокация Ломера-Коттрела с высоким барьером Пайерлса (рисунок 1.2.4) [55,56].



а -  $60^\circ$  дислокация; б – расщепление дислокации; в – движение плоскостей дефекта упаковки; г – образования сидячей Ломера-Коттрела.

Рисунок 1.2.4 – Скольжение дислокаций с образования барьера Ломера-Коттрела в структуре  $A^{III}B^V$  на примере GaSb.

Скопление сидячих дислокаций приводит к образованию в плоскости (110) микротрещин и облегчает раскалывание по этим кристаллографическим плоскостям (образуются плоскости скола). Так как процесс роста монокристаллов ведется при температурах близких к температурам плавления бинарных соединений нельзя отрицать влияние формирующихся атмосфер Коттрела также на скольжение частичных дислокаций. Физические особенности расщепления дислокаций с образованием дефекта упаковки обуславливают также возможность образование атмосфер Сузуки за счет абсорбции примесных атомов и точечных дефектов, что становится особенно актуально в рамках исследования физики сильнолегированных образцов.

Так как дислокации можно представить себе как линейный дефект, вдоль плоскости которого присутствует большое число разветвленных связей и собственных и примесных

точечных несовершенств, несущих донорный или акцепторный характер, что приводит к возрастанию влияния кулоновских сил на процессы их передвижения. Изменение расстояния между частичными дислокациями, связанное с увеличением их эффективного заряда, можно описать следующим выражением:

$$r = r_0 + \frac{2q_1q_2}{\epsilon\gamma} \quad (1.2.7)$$

Где,  $r$  – ширина расщепления;

$r_0$  – равновесное расщепление;

$\gamma$  – энергия дефекта упаковки;

$\epsilon$  – электрическая постоянная.

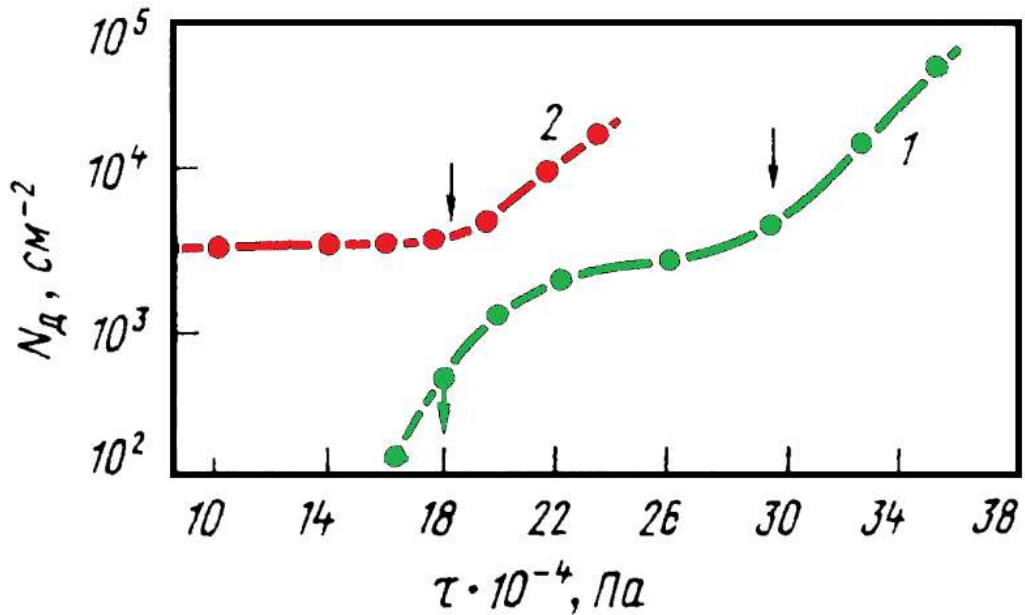
В материалах  $A^{III}B^V$  влияние легирующих примесей на закономерности размножения дислокаций было проиллюстрировано в работах [57,58] на примере Te в GaAs, являющегося в данном случае ПАВ – поверхностно-активной примесью. Была исследована закономерность снижения в монокристаллах GaAs(Te) тенденции дислокаций к поперечному скольжению, что можно связать с усилением роли кулоновского взаимодействия.

Большинство исследований механизмов движения дислокаций проводится при температурах намного более низких, чем в процессе выращивания монокристаллов по методу Чохральского. Диффузионная способность примеси, нивелирование потенциальных стартовых барьеров скольжения за счет термической флуктуации и другие факторы обуславливают отличие физики явлений при высоких температурах ( $> 0,7 T_{пл}$ ) и сложности с экстраполяцией «низкотемпературных» данных.

### 1.2.2 Влияние напряжений на зарождение и размножение дислокаций

Отличительной особенностью монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  относительно элементарных полупроводниковых является невозможность получения полностью бездислокационных слитков, что наиболее вероятно связано с невозможностью нивелирования локальной нестехиометрии и влияния температурных градиентов в процессе роста по методу Чохральского [59]. Зависимость плотности дислокации полупроводников  $\rho_d$  от возникающих термических напряжений  $\tau$  имеет характерную особенность – при превышении некой критической величины  $\tau_{кр}$  вне зависимости от

искомого структурного совершенства, в монокристалле начинается заметный рост дислокационных скоплений (рисунок 1.2.5)



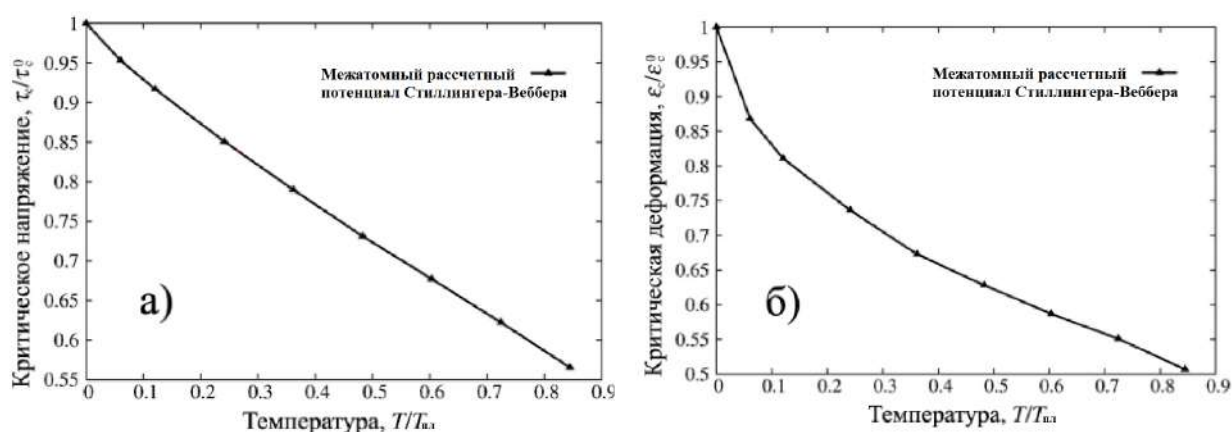
1 – бездислокационный Ge; 2 -  $\rho_d 3 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ ;

Рисунок 1.2.5 – Зависимость плотности дислокаций германия от величины сдвигового напряжения при температуре 900°C

Из рисунка 1.2.5 видно, для начала интенсивного размножения дислокаций, необходима их определенная концентрация в структуре слитка, что приводит к образованию эффективных дислокационных источников, которыми наиболее вероятно являются неподвижные линейные дефекты. Критическое напряжение образование дислокаций слабо зависит от времени нагружения и является скорей характеристикой конкретного материала, зависящей от температуры. Их гомогенное образование возможно лишь при  $\tau \approx \frac{G}{30}$ , в случае же приближения температуры в печи к  $T_{пл}$  материала данная величина становится на несколько порядков меньше, что говорит о гетерогенном механизме зарождения на формируемых диффузионным путем микронеоднородностях, являющихся локальными сильными концентраторами напряжения [60]. Максимальна возможная плотность дислокаций в общем случае зависит лишь от величины напряжений и природы материала:

$$\rho_d^{\text{макс}} = \frac{\tau^2 4\pi^2}{(Gb)^2} (1 - \mu)^2 \quad (1.2.8)$$

Принципиально источники зарождения дислокаций можно классифицировать на поверхностные и объемные. К первым можно отнести разнообразные по своей природе и морфологии дефекты поверхности – микроскопические сколы, царапины, что позволяет исследовать механизмы их движения методами избирательного травления, как это показано в работе [61] в Si и в работе [62] в InSb. Ступенька может приводить к образованию не только лишь единичного линейного дефекта, но и служить источником множества дислокаций. Такое явление возможно также и на двойниковой границе, как это было показано в работе [60] на примере сложных гетероструктур. Объемными источниками являются скопления собственных точечных дефектов решетки, к которым также можно отнести обозначенные выше микровыделения, сформировавшиеся в результате локальной нестехиометричности расплава. С понижением температуры вклад объемных источников снижается, что выражается в характерной зависимости прочностных характеристик монокристалла. Данная закономерность была исследована в работе [63] на примере кремния (рисунок 1.2.6).



а – напряжение как функция температуры; б – деформация как функция температуры;

Рисунок 1.2.6 – Зависимость критической напряжение и деформация Si от температуры [63]

С понижением температуры число «подвижных» дислокаций в решетке сфалерита снижается и большинство из них (при неизменной величине сдвиговых напряжений) остаются закрепленными в области атмосфер точечных дефекта вдоль главной оси и перестают быть источниками дальнейшего размножения линейных несовершенств. «Закрепленность» зависит от температуры образования и лимитируется диффузией. Также термически активируемым является процесс переползания дислокаций, который оказывает влияния на их беспорядочное распределение в объеме кристалла и на механизмы их дальнейшего размножения (размножение по механизму Франка-Рида перестает быть

возможным, в связи с преодолением дислокациями точек закрепления при высоких температурах). Наиболее вероятными механизмами формирования дислокационной структуры при высоких температурах является дипольный механизм Хаазена и образования субструктуры в ходе поперечного скольжения [64].

### 1.2.3 Возникновения макронапряжений при росте монокристаллов группы $A^{III}B^V$

Неоднородность поля температурной деформации является основной причиной, обуславливающей наличие термоупругих напряжений, дислокаций и локальных примесных неоднородностей, вызывающих остаточные напряжения [3]. К нелинейному температурному полю приводят следующие факторы:

- нелинейное изменение температуры слитка вдоль боковой поверхности (осевой температурный градиент);
- кривизна фронта кристаллизации;
- отсутствие массопереноса тепла (критерий Пекле  $Pe = 0$ ).

В общем случае температурное поле деформации описывается дифференциальным уравнением, которое при нивелировании перечисленных выше факторов эквивалентно линейному уравнению:

$$\Delta T = \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r} \left( r \frac{\delta T}{\delta r} \right) + \frac{\delta^2 T}{\delta z^2} \quad (1.2.9)$$

$$T(R, z) = T_0 + \left( \frac{\delta T}{\delta z} \right) z \quad (1.2.10)$$

Где,  $R$  – радиус монокристалла;

$r$  – радиус температурного поля;

В случае достижения линейного по трем координатам температурного поля печи – даже большие перепады температур могут не вызывать напряженных состояний в монокристалле, имеет место, так называемого свободного температурного изгиба (СТИ). Обеспечение тепловых условий СТИ позволяет обеспечить безопасный режим выращивания слитка [65].

Рассчитать распределение температур в системе расплав-кристалл можно лишь с учетом ряда допущений, в условиях так называемого квазистационарного выращивания. Например, необходимо принять что температурное поле имеет центр симметрии, а перенос тепла осуществляется только за счет теплопроводности, а конвективными потоками можно

пренебречь. В действительности же наблюдаться противоположная картина, что было, в частности, показано на примере выращивания монокристаллов кремний большого диаметра. Причиной данного негативного эффекта наиболее вероятно является тепловая неустойчивость в области мениска расплава, что в итоге приводит к асимметрии фронта кристаллизации (рисунок 1.2.7) [66].

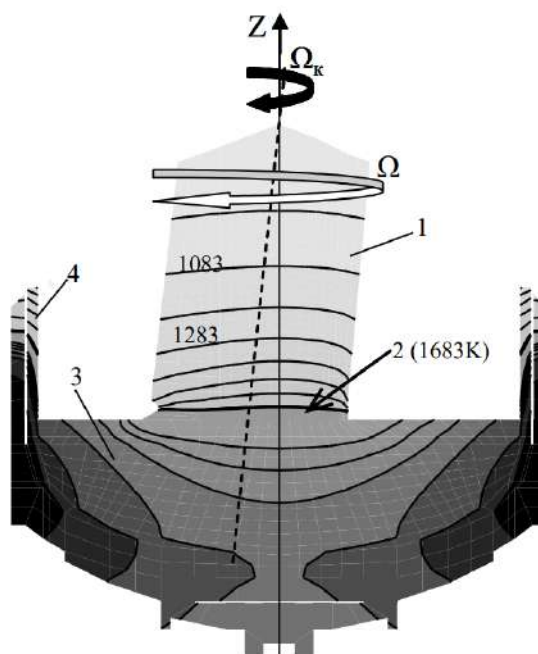


Рисунок 1.2.7 – Асимметрия формы и температурного поля в процессе роста монокристаллов Si.

На рисунке  $\Omega_k$  – угловая скорость вращения затравочного кристалла, а в свою очередь  $\Omega$  угловая скорость вращения кристалла вокруг своей оси. В данном случае можно говорить о явлении винтового скручивания кристалла, что, в частности, отражается и на распределении напряжений, и на формируемой дислокационной структуре. На основе наблюдаемых эмпирически закономерностей в работе [67] был проведен расчет термических напряжений. Решалась трехмерная задача по расчету ассиметричного теплового поля и формируемых термических напряжений в монокристалле кремния (рисунок 1.2.8).

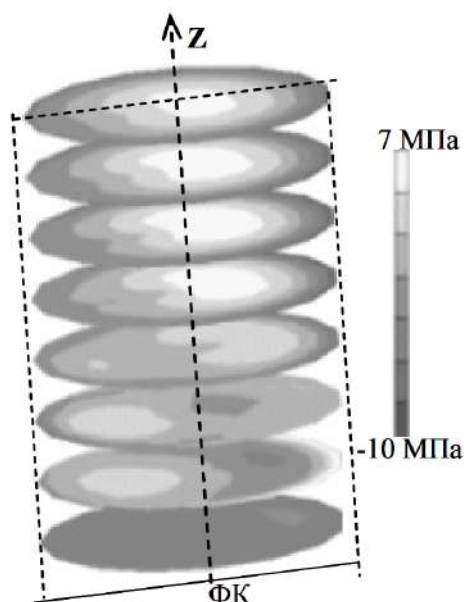


Рисунок 1.2.8 – Изолинии первого компонента напряжения в поперечных сечениях кристалла кремния с учетом его анизотропии.

Из рисунка наглядно видно значительно влияние анизотропии на градиенты напряжений в монокристалле кремния (в изотропном случае распределение первого компонента напряжений зачастую представляет собой набор симметричных концентрических окружностей). Следует отметить, что монокристаллы группы  $A^{III}B^V$ , в связи с растущей долей ионной составляющей связи, обладают меньшим барьером Пайерлса чем Si (таблица 1.2.1).

Таблица 1.2.1 – Критические напряжения образования дислокаций полупроводников, экстраполированные до температур близких к температуре плавления [43].

Материал	InAs	InSb	InP	Si	Ge
Критическое напряжение образование дислокаций, $10^4$ Па	50	20	100	90-150	15

Данная физическая особенность будет приводит к генерации дислокаций, чье распределение в общем случае должно совпадать с распределением напряжений, представленном на рисунке.

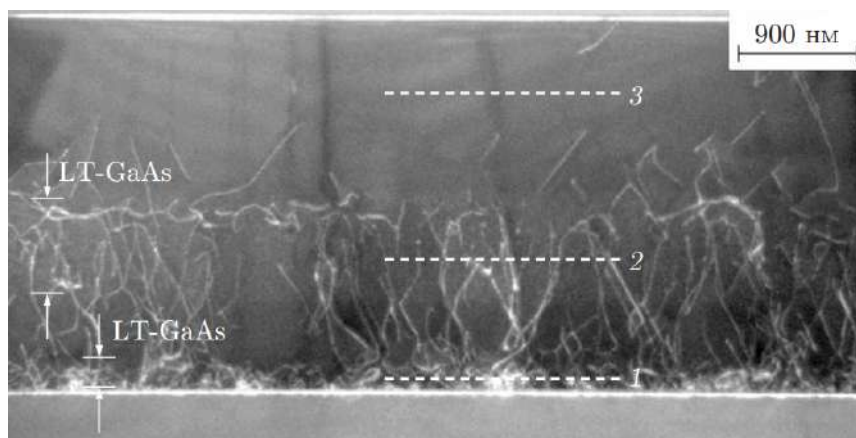
#### 1.2.4 Влияние дислокаций на свойства интегральных схем

Влияние дислокаций на комплекс физических свойств полупроводниковой подложки и непосредственно на работу конечной интегральной схемы неоднозначно. Так, на примере

монокристаллического Ge было показано, что уменьшение плотности дислокаций с  $10^5$  до  $10^3$  см<sup>-3</sup>, приводит к значительному росту коэффициента усиления транзистора по току (приблизительно в два раза) [68]. В полуизолирующем же арсениде галлия [30] помимо номинального значения плотности дислокаций показано влияние характера их распределения на электрофизические характеристики, что также было отмечено в работе [69] на примере отожженного образца Ge. Схожая закономерность наблюдалась с помощью метода рентгеновской топографии при исследовании процента брака транзисторов на основе монокристаллического кремния.

С другой стороны, ростовые дислокации могут полезными для увеличения люминесцентной способности кристаллов, легированного рекомбинационно активной примесью, возрастание концентраций которой приводит к снижению интенсивности краевой полосы излучения. В данном случае следует отметить, что природа рекомбинационно-активных центров связана не с самими линейными дефектами, а вероятней всего с ансамблем образующихся точечных дефектов вдоль их линии. В бездислокационном же возможно образование микродефектов – комплексов неравновесных точечных несовершенств из-за отсутствия возможности их стока с образованием атмосфер Коттрела [33]. В работе [70] показано, что в ходе отжига полуизолирующего арсенида галлия лишь при достаточно большой плотности дислокаций удастся управлять изменением электрического сопротивления слитка (при меньших значениях результат непредсказуем и возможно как увеличение, так и уменьшение электрического сопротивления).

В ходе формирования интегральной схемы в процессе роста эпитаксиальных слоев происходит наследование дислокаций из подложки с образованием прорастающих дислокаций (ПД) (рисунок 1.2.9). Данный вид дефектов приводит к деградации электрофизических параметров прибора и выходу его из строя, что, в частности, было показано в работе [71] на примере структур Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As-GaAs. В свою очередь использование в качестве подложечного материала малодислокационных и бездислокационных в совокупности с оптимизацией производственной траектории может позволить решить задачу изготовления непрерывных лазеров с высоким ресурсом работы [72].



1-3 сечения, в которых измерялась плотность ПД;

Рисунок 1.2.9 – ПЭМ-изображение поперечного среза гетероструктуры GaAs/Si с внедренными низкотемпературными слоями LT-GaAs [73]

В случае если плотность дислокаций в гетеролазере на основе  $Ga_{1-x}Al_xAs-GaAs$  ниже  $10^5 \text{ см}^{-2}$  заметное влияние на электрофизические характеристики может не наблюдаться [74]. Данный факт можно связать, по аналогии с светоизлучающими диодами (например InGaN/GaN) [75], с влиянием на квантовую эффективность, которая значительно снижается в случае расстояние между дислокациями  $l$  становится соизмеримо с диффузионной длиной пробега неосновных носителей заряда  $L$  ( $l \sim 3L$ ) [76].

В случае гетеро-эпитаксии возможно также образование дислокаций несоответствия (ДН), причиной которым являются термические напряжения  $\sigma_\alpha$ , вызванные различием коэффициентов термического расширения

$$\sigma_\alpha = \frac{E}{(1-\mu)\Delta\alpha\Delta T} \quad (1.2.11)$$

Где,  $\Delta\alpha$  – градиент температурного расширения.

В случае если  $\sigma_\alpha < 0$  формируются растягивающие напряжение, а при  $\sigma_\alpha > 0$  сжимающие. Знак напряжений определяется в первую очередь коэффициентом деформации решетки (различием периодов решетки сопрягающихся материалов), градиентом концентрации легирующей примеси, термического расширения и температуры [33].

Можно выделить несколько механизмов прямого и косвенного воздействия дислокаций на электрофизические параметры интегральной схемы. Косвенным можно назвать формирование определенного ансамбля точечных дефектов в монокристалле, активно взаимодействующих как с дислокациями, так и между собой с образованием комплексов. К прямым можно отнести формирование вокруг дислокации области

положительного заряда, что, в свою очередь, вносит достаточно значительный вклад в рассеяние электронов и дырок, что непосредственно сказывается на величине подвижности носителей заряда. Также, в случае ориентированного набора дислокаций, возможно возникновение анизотропии проводимости. В связи с высокими температурами образования ростовых дислокаций они, с большой вероятностью, оказывают косвенное влияние, а при концентрации нульмерных дефектов свыше  $10^{16}\text{см}^{-3}$  вообще трудно ожидать прямого воздействия на электрофизические параметры.

Линейные структурные несовершенства могут создавать как донорные, так и акцепторные уровни в запрещенной зоне, а также непосредственно влиять на ширину запрещенной зоны за счет воздействия поля деформации. Акцепторное действие дислокации, согласно [77] можно объяснить исходя из модели болтающихся связей, где электрон, захваченный на такую связь, обладает большей энергией чем в валентной зоне, но меньшей чем в зоне проводимости [78]. На рисунке 1.2.10 представлено изменение положения энергетических зон в зависимости от расстояния от дислокации в полупроводнике n - типа.

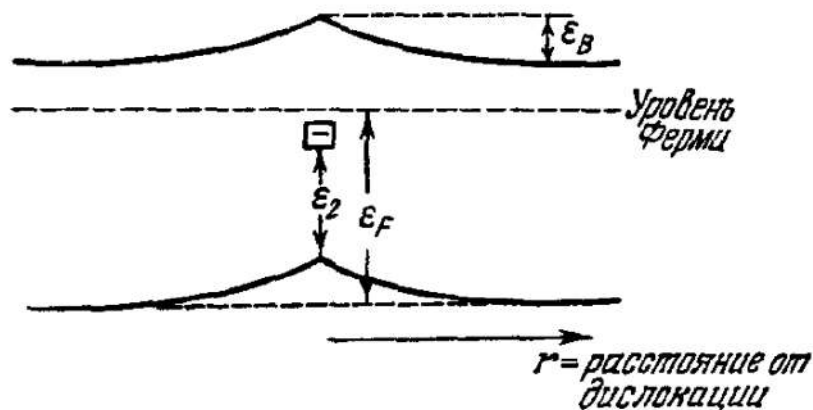
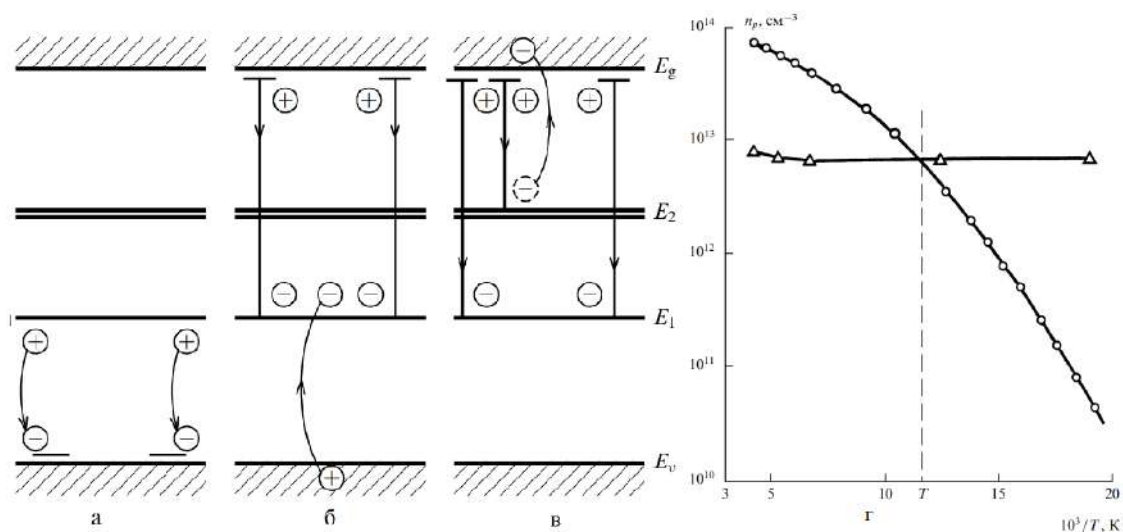


Рисунок 1.2.10 – Изменение положения энергетических зон в зависимости от расстояния от дислокации

В случае полупроводника n-типа уровень Ферми выше, чем уровень  $\epsilon_2$ , возможно ожидать, что дислокация будет захватывать электроны из зоны проводимости, снижая при этом электропроводность монокристалла. Донорный же механизм влияние дислокаций наиболее вероятно связан с характером образующихся примесных атмосфер вдоль ее линии, что было показано на  $60^\circ$ - $\beta$  дислокациях в монокристаллическом GaAs n и p типа и в Ge [69,79]. В полупроводниках p-типа дислокации могут выступать как донорами, так и

акцепторами (плотность дырок в процессе пластической деформации может как расти, так и уменьшаться (рисунок 1.2.11)).



а,б,в – варианты электронных переходов, г – температурная зависимость плотности дырок для деформированного и контрольного образца Ge

Рисунок 1.2.11 – Схема энергетических уровней для электронов, локализованных на  $60^\circ$  дислокации

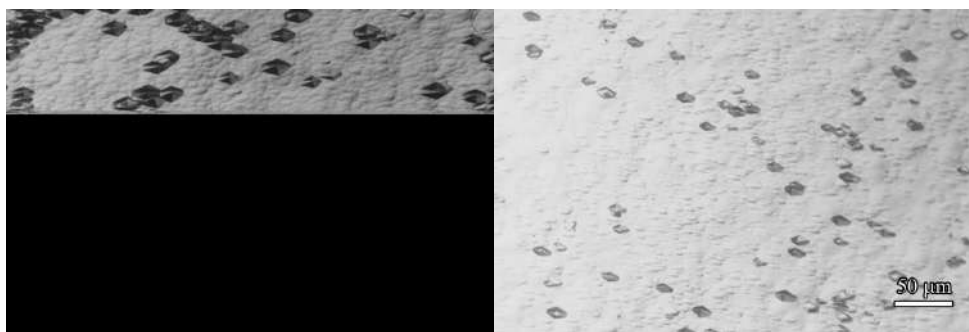
Видно, что донорный и акцепторные уровни дислокации практически совпадают, что коррелирует с графиком, иллюстрирующим зависимость плотности дырок от температуры – при переходе от донорного действия дислокация к акцепторному в деформированном образце тангенс угла наклона практически не меняется (отчет всех энергий велся от потолка валентной зоны) [80].

### 1.2.5 Методы исследования дислокаций

Метод избирательного травления является наиболее быстрым и незаменимым в производственных условиях, так как позволяет решать целый спектр задач, связанных с оценкой качества выращенных полупроводниковых монокристаллов. В рамках первоначальной оценки данный подход предназначен для контроля наличия дефектов структуры с целью обнаружения таких дефектов как: включения второй фазы, двойниковые ламели, мозаичность, малоугловые границы, поликристалличность, макроскопические поры и трещины. Вторым этапом является подсчет фигур (ямок) травления, возникающих в местах выхода дислокаций на поверхность. Под дислокационными ямками травления подразумевают островершинное углубление, имеющее симметрию, определяемую

кристаллографической ориентацией поверхности, что обусловлено различием в скорости травления плоскостей отличных друг от друга по параметру плотности упаковки атомных слоев [81].

Измерение плотности дислокаций ( $N_D$ ) в полупроводниковых монокристаллах производится путем визуального подсчета количества ямок травления с помощью оптического микроскопа в нескольких поля зрения. Выбор полей зрения осуществляют, исходя из кристаллографической ориентации пластины, которая может иметь как относительно однородное распределение с одним максимумом на периферии кристалла, так и сложный омега-образный характер [3]. При подсчете ямок травления учитываются островершинные ямки, однотипные по форме и размерам, образующиеся в местах невырожденных дислокаций (рисунок 1.2.12 а). Ямки с плоским или блюдцеобразным дном, а также ямки травления, размеры которых существенно меньше дислокационных (обусловленных микродефектами (рисунок 1.2.12 б)) не учитываются.



а

б

а – дислокационные ямки травления; б – недислокационные ямки травления.

Рисунок 1.2.12 — Фигуры травления, возникающие на поверхности {100} GaAs.

Световая микроскопия обычно дает либо качественные оценки структуры, либо её сопоставление с эталонными шкалами, что не позволяет внести количественные меры в описание структурной неоднородности. На данный момент структурная однородность один из важнейших критериев при выборе полупроводниковых пластин потенциальным потребителем [82,83], однако применение существующих методик нередко приводит к противоречивым результатам из-за определенного субъективизма в выделении информативных элементов на изображении.

Возможным решением данной проблемы может быть количественная металлография, основанная на измерении элементов структуры на её цифровых изображениях (в виде матрицы значений интенсивности отдельных пикселей – поля яркости изображения) [84,85]. Данный подход позволяет анализировать как отдельные кадры, так и

их «сшивки» в панораму – в масштабе образца (изделия), например, для оценки распределения фигур травления в монокристаллических пластинах полупроводниковых материалов (рисунок 1.2.13).

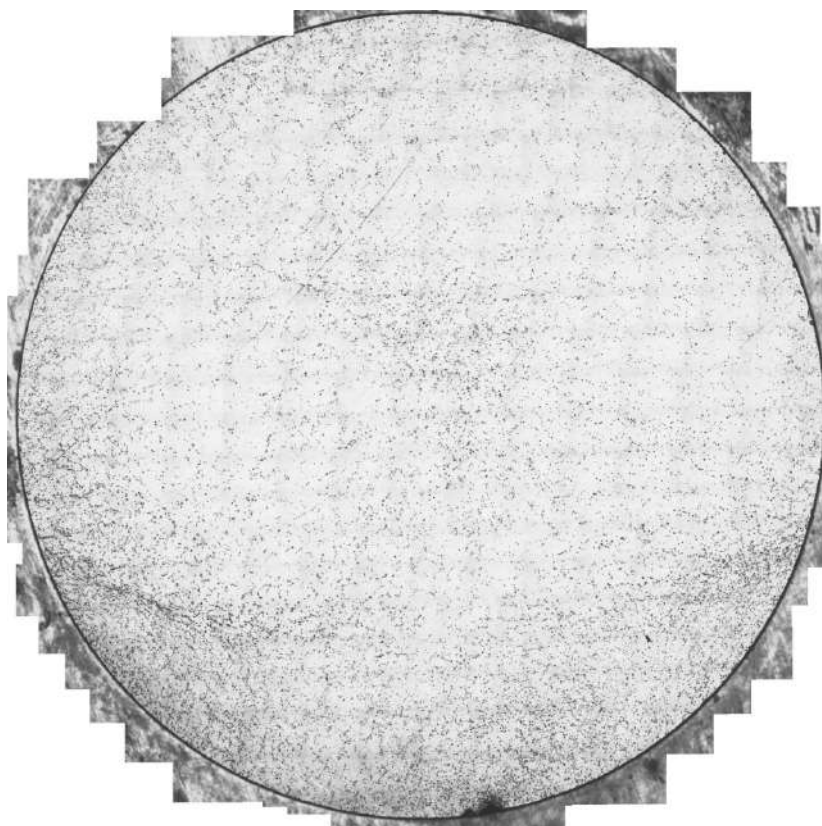


Рисунок 1.2.13 – Панорама распределения дислокационных ямок травления в монокристаллическом InAs {111} [81]

В ходе формирования панорамного изображения (склейки отдельных кадров) нередко происходит образование темного «каркаса», возникающего в местах наложения отдельных кадров, что может внести погрешности в сводную (по всей панораме) матрицу значений интенсивности пикселей. Коррекция подобных дефектов в ряде случаев основывается на необходимом понимании природы объекта и роли структурных составляющих в формировании его свойств [84].

Для выявления фигур травления, образующихся в ходе процедуры избирательного травления, помимо традиционно используемой световой оптической микроскопии возможно применение растровой электронной микроскопии (РЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). Данный подход за счет высокой разрешающей способности позволяет анализировать ямки травления различного размера. Условно фигуры травления можно классифицировать по размеру как маленькие (30-50 нм) остроконечные ограниченные ямки, возникающие в местах выхода краевых дислокаций, ямки среднего размера (50-150 нм),

обусловленные дислокациями смешанного характера с преобладающей винтовой составляющей, и большого размера (150-200 нм), в местах выхода скопления винтовых дислокаций (нанотрубок), как это было продемонстрировано в работе [26] на примере GaN. На рисунок 1.2.14 представлена микрофотография фигур травления, полученная во вторичных электронах в РЭМ.

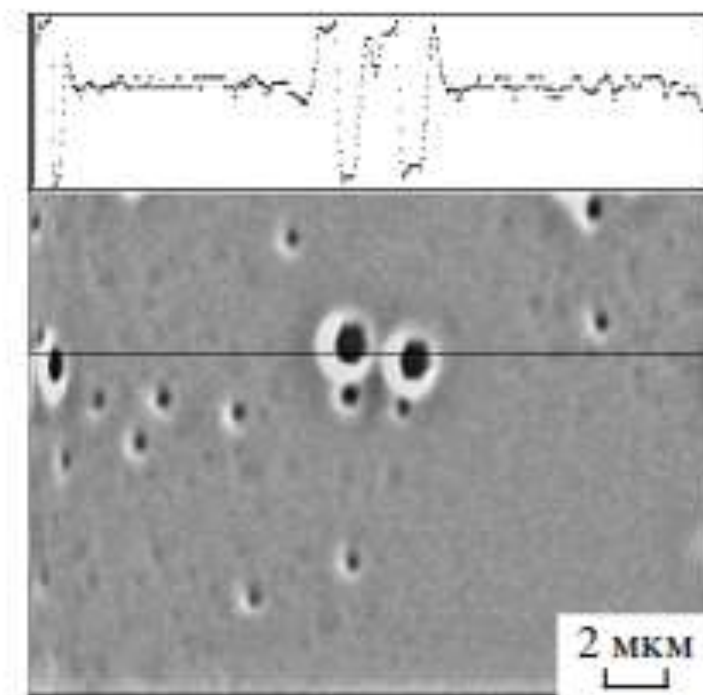
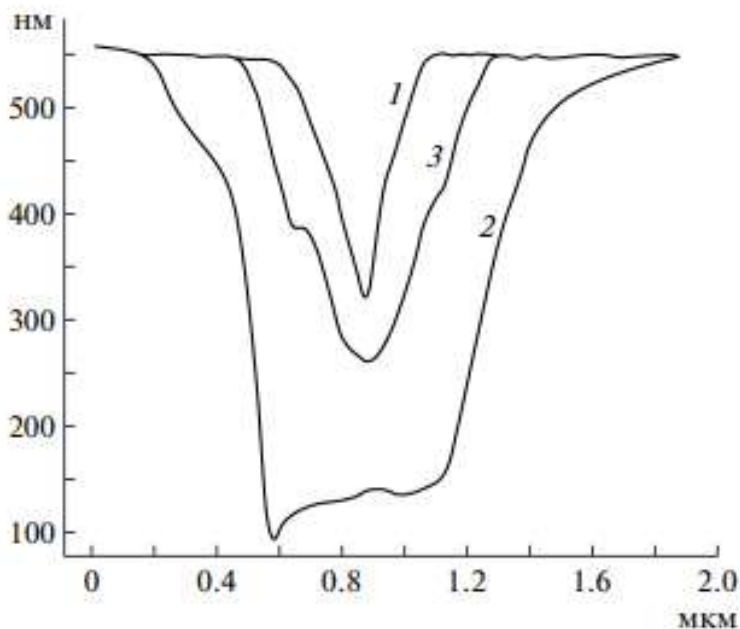


Рисунок 1.2.14 – Микрофотография ямок травления во вторичных электронах в РЭМ [26]

Из рисунка 1.2.14 видно, что за счет высокой разрешающей способности анализ морфологии микрорельефа во вторичных электронах в сканирующем электронном микроскопе позволяет исследовать фигуры травления различной природы и различного размера, вплоть то ямок менее 1 микрона. В данном случае ямки имеют шестигранную форму, что характерно для гексагонального GaN. Анализ распределения интенсивности яркости отдельных пикселей вдоль секущей (черная линия на рис.3) позволяет выделить профиль фигур травления. Однако для оценки характерной огранки ямок, установления нижнего (по размерам) предела возможностей реконструкции формы ямок необходим анализ поля яркости всего изображения, что может обеспечить цифровизация измерений [81].

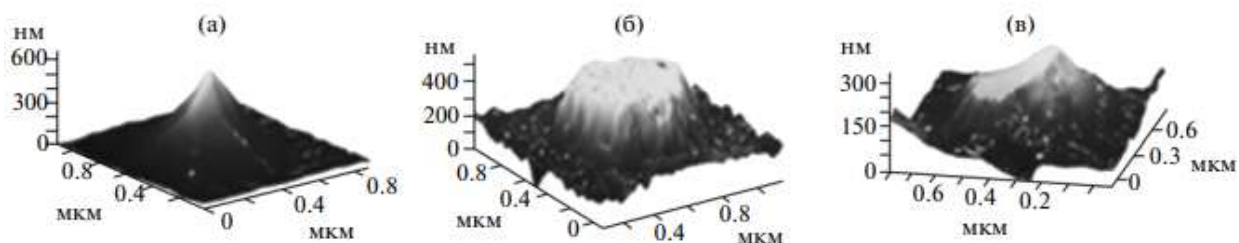
При исследовании дислокационной структуры полупроводниковых монокристаллов методы АСМ используют для определения рельефа поверхности фигур травления с разрешением от десятков нанометров (рисунок 1.2.15)



1 – профиль краевой дислокации; 2 – профиль винтовой дислокации; 3 – профиль дислокации смешанного типа.

Рисунок 1.2.15 – Реконструированный рельеф фигуры травления GaN [86]

При исследовании травленной поверхности монокристаллических пластин посредством данной методики становится возможен анализ влияние различных параметров на формирующийся контур ямки, как было показано в работе [26]. На рисунок 1.2.16 представлена реконструкция фигур травления монокристаллического GaN



а – ямки травления, относящаяся к краевым дислокациям; б – винтовым дислокациями; в – дислокациям смешанного типа

Рисунок 1.2.16 – Обратное трехмерное изображение ямок травление, полученное в атомно-силовом микроскопе [86].

Дифракционная топография (микроскопия) занимает особое место среди неразрушающих методов исследования реальной структуры кристаллов. Отличительной особенностью подхода является возможность исследования достаточно больших образцов (толщиной порядка 10мм) и непрозрачных для оптического диапазона длин волн монокристаллов и изделий из них. Высокая чувствительность к несовершенствам кристаллической решетки, позволяющая изучать границы блоков, микротрещины, дислокации, доменные границы, сегрегации примесей, обусловили широкое применение методов рентгеновской микроскопии в различных областях науки и техники [81]

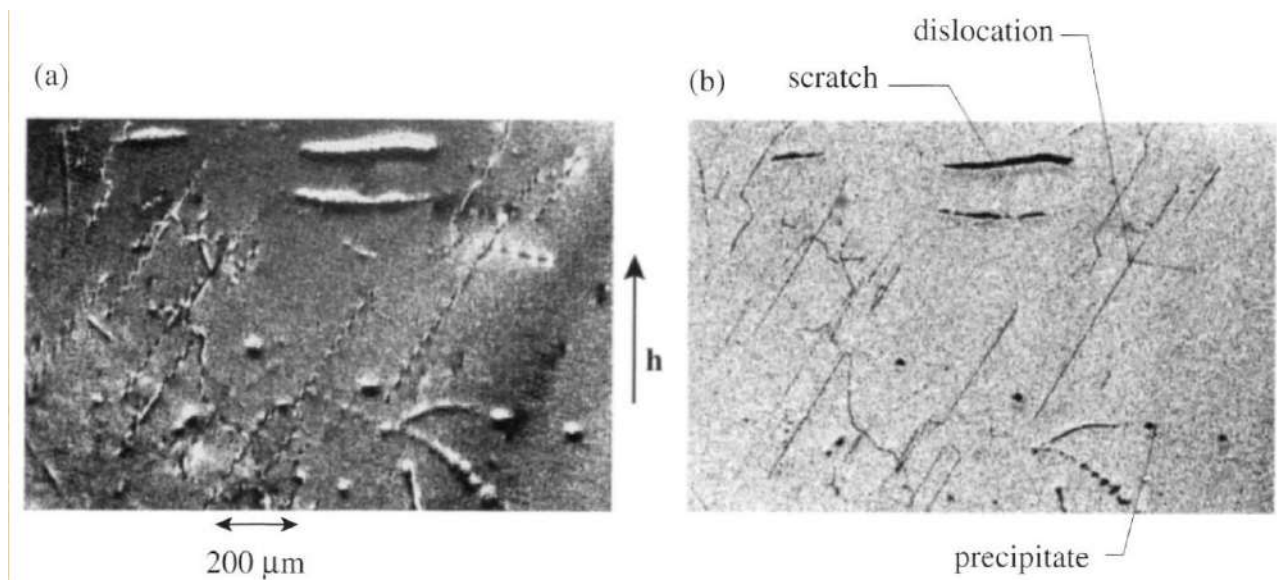
«В числе возможностей рентгеновской топографии - определение типа и пространственного расположения дислокаций в объёме кристалла по трансмиссионным топограммам, получаемым с двух взаимно перпендикулярных проекций. Наряду с дислокациями можно наблюдать дефекты упаковки, двойниковые границы, слои роста, обусловленные неоднородным распределением примесей в процессе выращивания кристалла, скопления точечных дефектов. Анализ погасаний контраста при отражении от плоскостей разных типов дает возможность устанавливать характер искажений кристаллической решетки». Методы рентгеновской микроскопии можно подразделить на:

- классические методы рентгеновской топографии: метод Берга-Баррета, метод Шульца, метод Фудживара;
- рентгеновская топография высокого разрешения: метод Ланга, методы моделирования и расчета изображения;
- плосковолновая топография: двухкристальная и трехкристальная;
- рентгеновская топография в синхротронном излучении.

В двухволновом случае рентгеновское волновое поле в кристалле является суперпозицией двух типов блоховских волн, имеющих существенно различные коэффициенты поглощения. Поэтому изображение дислокаций будет зависеть от того, оба ли типа блоховских волн участвуют в формировании изображения и, следовательно, от толщины кристалла [81].

Первые систематические представления о формировании изображения дислокаций на рентгеновских топограммах были даны А.Отье [87,88]. Следуя его классификации, изображение дислокаций состоит из трех частей: "прямого" или "кинематического" изображения, которое формируется в сильно искаженной области дислокационного упругого поля за счет того, что падающий пучок имеет конечную расходимость и определенный спектральный интервал; "динамического" изображения, возникающего в результате перераспределения волнового поля в треугольнике Бормана и проявляющегося в

виде светлой тени на топограмме; и, наконец, "промежуточного" изображения, являющегося результатом интерференции волнового поля, распространяющегося в треугольнике Бормана, с новыми волновыми полями, рождающимися в сильно искаженной области вблизи дислокации (рисунок 1.2.17) [81].



а - топограмма с кристалла, установленного на вершине кривой качания; б - топограмма, снятая с кристалла, установленного на середине склона кривой качания.

Рисунок 1.2.17 – Синхротронные двукристалльные трансмиссионные топограммы кристалла германия отражение (111);  $\lambda \approx 0.35 \text{ \AA}$ ; монохроматор – кристалл кремния (111).

Видны дислокации, царапины и выделения

При цифровой обработке необходимо предусмотреть процедуру выделения его информативных элементов, в частности дислокации от деталей рельефа, не являющиеся прямыми объектами исследования. Это можно реализовать в процессе назначения цифровых процедур бинаризации и фильтрации, проводимых с учетом морфологии конкретного объекта структуры. Рентгеновская топография является незаменимой из-за высокой разрешающей способности и возможности использовать массивные образцы, что позволяет производить исследования искомой структуры образца и оценивать протяженность отдельных дислокаций. Главным сдерживающим фактором является стоимость оборудования и его низкая распространенность [81].

Существует несколько различных способов получения и наблюдения изображений в ПЭМ: работа микроскопа в светлом и темном поле, а также наблюдение микродифракционного контраста, что является менее актуальным в рамках задачи исследования дислокационной структуры монокристаллов. Светлопольное изображение

получают, когда диафрагма объективной линзы задерживает наиболее рассеянные - сильно отклоненные электроны. В этом случае наименьшая плотность потока электронов будет в местах, соответствующих наиболее рассеивающим - наиболее плотным или толстым. Яркость изображения зависит от количества электронов, попавших на экран, поэтому толстые и плотные участки образца будут на изображении более темными и, наоборот, менее рассеивающие детали препарата отобразятся на экране более светлыми участками. В темнопольном изображении наблюдается обратная картина. Основными сдерживающими фактором в использовании данной методики является стоимость оборудования и необходимость трудоемкой подготовки экспериментальных образцов, а именно – их необходимо утонить до размеров 100-150 нм, что в случае монокристаллов осуществляется путем наведения отверстия и проведения исследований по его краям [81].

В связи с этим становится возможным выявление различных нарушений кристаллической структуры (субзерен, дефектов упаковки, дислокаций). На рисунок 1.2.18 представлено изображение дислокаций в монокристаллическом GaAs {100}.

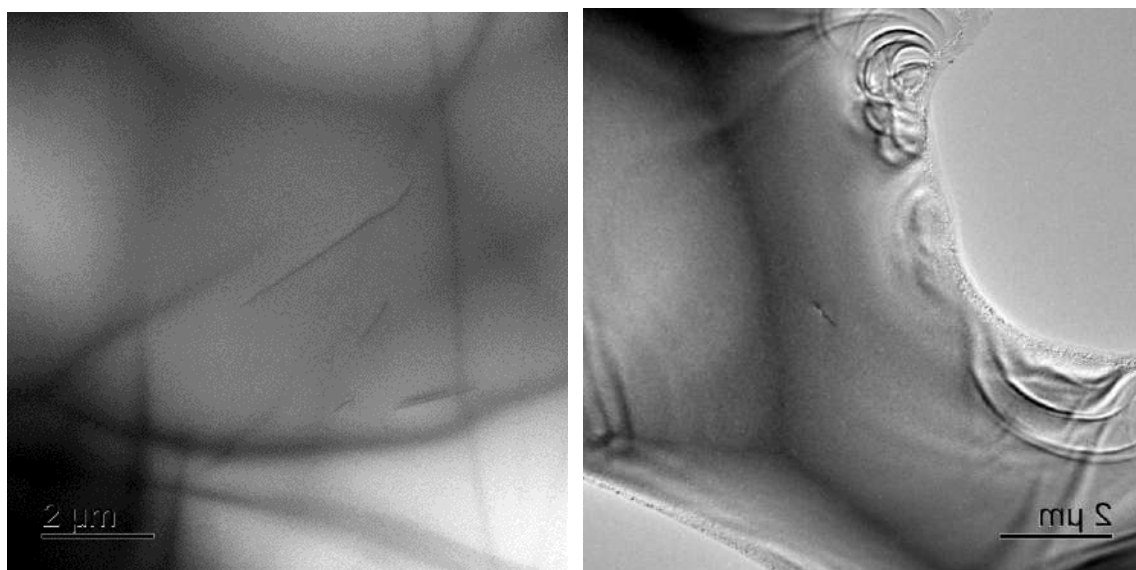
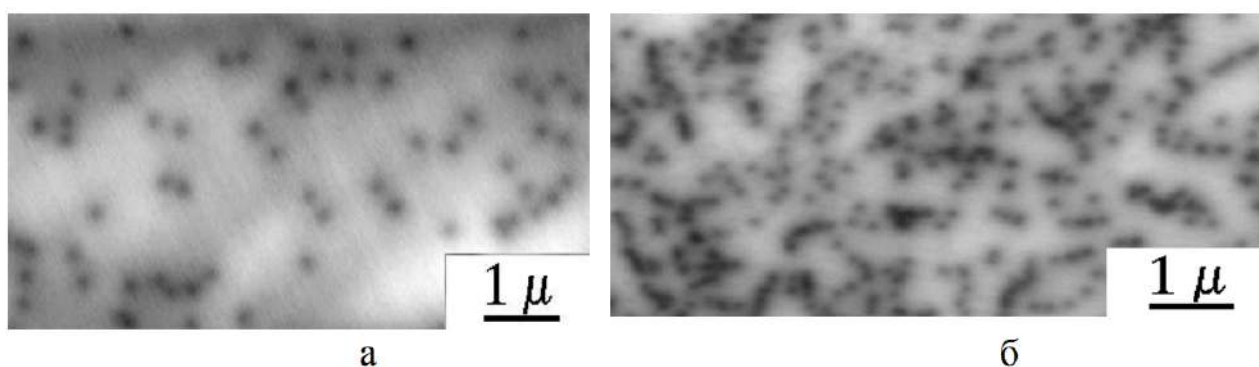


Рисунок 1.2.18 – Микрофотографии дислокаций GaAs, полученные методом ПЭМ.

Из рисунка видно, что методом ПЭМ в микроскопическом режиме можно получить изображение отдельных дислокаций и, проанализировав большое количество кадров и пересчитав число детектируемых дислокаций на размер кадра, можно сделать вывод о плотности структурных несовершенств в монокристалле. Помимо непосредственно дислокаций в ходе формирования изображения в электронном микроскопе наблюдаются линии экстинкции. Природа экстинкции может быть различной, так, экстинкция в виде полос, схожих с малоугловыми границами, вызвана разнотолщинностью, а расположенная

по границам наведенного отверстия, обусловлена микродеформациями. В связи с данным фактом возникает задача однозначного выделения информативных участков изображения. Её решение также может быть основано на анализе закономерностей формирования поля яркости [81].

Режим наведенного тока в растровом электронном микроскопе (РЭМ НТ) успешно используется для выявления структурных дефектов (дефектов упаковки, дислокаций, областей сегрегации примесей и др.) в полупроводниках и диэлектриках. С помощью РЭМ НТ удастся определить скорость рекомбинации и диффузионную длину вблизи рекомбинационного центра в структурах, содержащих *p-n*-переход или барьер Шоттки. На рисунок 1.2.19 представлены изображения дислокаций в GaN с различной концентраций донорных примесей [89].



а – GaN с концентрацией доноров  $10^{15} \text{ см}^{-3}$ ; б – GaN с концентрацией доноров  $10^{17} \text{ см}^{-3}$

Рисунок 1.2.19 – Микрофотография дислокаций, полученная в РЭМ НТ.

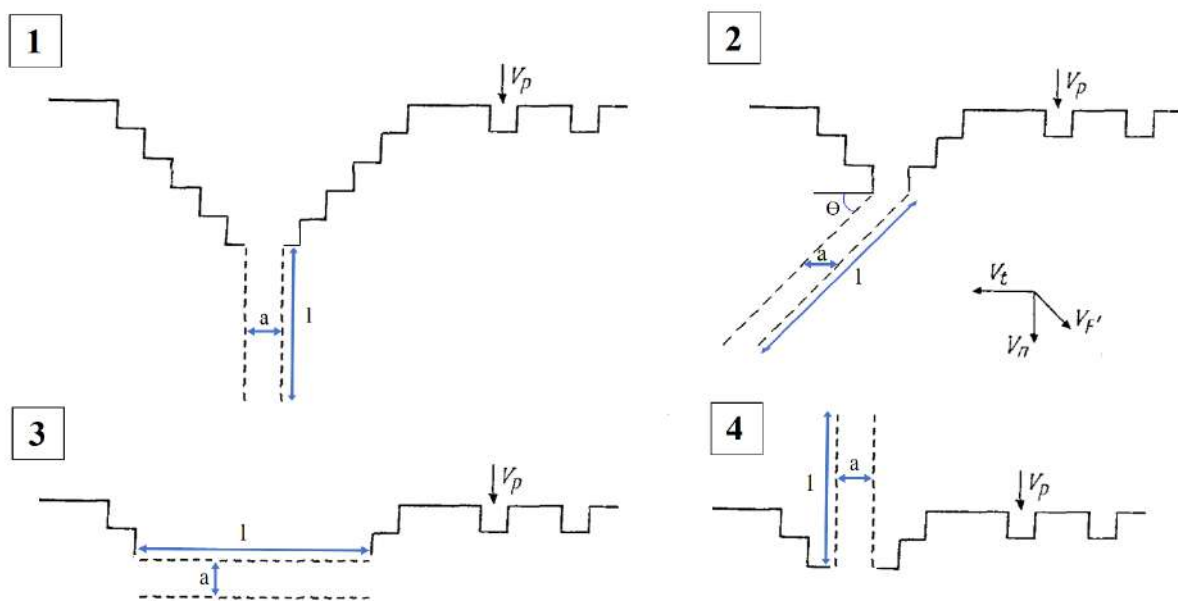
Помимо анализа микроскопических изображений данный метод может использоваться для исследования электрофизических свойств полупроводников и приборов микроэлектроники, поскольку он позволяет определить области локальных дефектов, места утечек и пробоев, а также оценить параметры и местоположения *p-n*-переходов. Кроме того, РЭМ НТ также является перспективным для выявления отказов, как целых блоков, так и отдельных элементов интегральных схем (ИС) и широко применяется в ряде крупных компаний в качестве экспресс-контроля работоспособности ИС. При сопоставлении микрофотографий, полученных в режиме наведенных токов, с результатами рентгеновской топографии становится возможным анализ влияния дислокаций на электрофизические параметры конечных интегральных систем [81].

## 1.3 Теоретические аспекты процесса травления

### 1.3.1 Растворение и формирование ямок травления

В основе метода избирательного травления лежит явление формирования резких контрастных ямок в местах выхода дислокаций на поверхность монокристалла. В общем случае вероятность формирования фигуры травления определяется соотношением трех скоростей одновременно идущих химических реакций (рисунок 1.3.1) [20]:

- реакции, протекающей по нормали к поверхности  $V_n$  (непосредственно вдоль дислокации);
- реакции  $V_t$ , называемой боковой или тангенциальной и направленной вдоль торцевой поверхности монокристалла;
- реакции  $V_p$ , определяющей скорость растворения области монокристалла свободной от дислокаций;
- скорость растворения поверхности ямки  $V_F$ .



1 – линия дислокации перпендикулярна поверхности; 2 – линия дислокаций лежит под углом  $\Theta$ ; 3 – дислокация лежит в плоскости поверхности; 4 – в плоскости шлифа лежит лишь часть дислокации.

Рисунок 1.3.1 – Направление химических реакций, определяющих вероятность возникновения ямки травления в местах выхода дислокации длинной дислокации и шириной на поверхность монокристалла [90]

На абсолютные значения скоростей реакций, представленных на рисунке, оказывает влияние большое число факторов, из которых можно выделить химический состав и природу избирательного травителя и условия протекания реакции (температура травления, присутствие катализатора, среда и др.), а также сегрегировавшие вдоль дислокации примесные атомы (атмосферы точечных дефектов).

Согласно ступенчатой модели роста и растворения кристаллического тела (дословно с английского терраса-ступень-перегиб (Terrace Ledge Kink model) любая кристаллографическая плоскость, не являющаяся плотно упакованной, имеющие при этом большие индексы Миллера (h, k, l), склона к однородному растворению за счет атомом с наибольшим числом разветвленных химических связей. В случае же атомно-гладкой поверхности, которая являет собой скорее математическую модель, растворение происходит по механизму двумерного зародышеобразования в случайных местах. В данном случае растворение поверхности есть результат слияния образующихся зародышей, чей размер превышает критический [20]:

$$r_{\text{кр}} = \frac{2\sigma v}{RT \ln(C/C_0)} \quad (1.3.1)$$

Где,  $\sigma$  – поверхностное натяжение, Н/м;

$C/C_0$  – величина пересыщения;

$T$  – температура, К

$v$  – молярный объем, моль/м<sup>3</sup>

В свою очередь дефекты кристаллической решетки за счет локального увеличений внутренней энергии и большого числа разветвленных связей создают участки с пониженной энергией активации процесса растворения. Данный факт обуславливает возникновения фигур травления как в областях выхода дислокаций на поверхность, так и в местах скопления точечных дефектов. В случае, когда кластеры точечных несовершенств достигает макроскопического масштаба образующиеся ямки можно будет увидеть по средствам оптической световой микроскопии, что актуально в рамках аттестации качества полупроводниковой продукции, а также при исследовании механизмом дефектообразования в полупроводниковых монокристаллах [20].

Как было показано в [91] распределения ямок, возникающих в местах образования вакансионных кластеров, зависит от термической и технологической наследственности. Данный факт обуславливает интерес проведения исследований фигур травления в

монокристаллическом GaAs после различных режимом термической обработки в рамках снятия послеростовых напряжений. В данном случае необходимо учитывать факт, что размер образующихся фигур травления может быть меньше разрешающей способности светового оптического микроскопа, возможным решением может служить растровая электронная микроскопия [81,86]. Примесные кластеры могут как образовывать ямки, аналогично вакансионным, так и влиять на процесс травления в случае их сегрегации вдоль дислокаций. Ключевой особенностью, позволяющей дифференцировать фигуры травления, образованные точечными дефектами, от дислокационных является их исчезновение в процессе длительного травления.

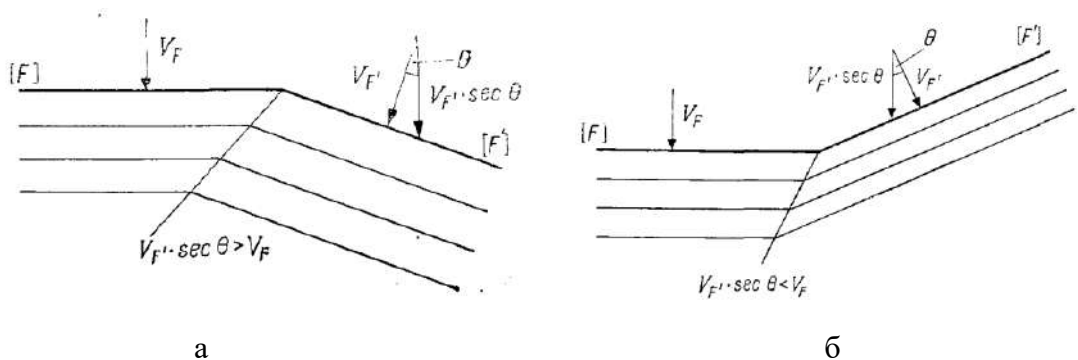
Согласно условию, сформулированного Гроссом соотношение скоростей травления в различных кристаллографических направлениях – решающий фактор формирования ямки травления [20]. В упрощенном варианте данное условие можно сформулировать следующим образом:

–  $V_F \ll V_n$  скорость травления поверхности слишком высока и ямок не образуется, следовательно поверхность монокристалла можно считать практически гладкой;

–  $V_F \gg V_n$  образуются устойчивые ямки или бугорки травления.

Из данного факта следуют, что вероятность образования фигуры травления напрямую связана с плотностью упаковки исследуемой кристаллографической плоскости и устойчивыми являются те фигуры травления, где соблюдается некое соотношение скоростей растворения, которое можно записать следующим образом (рисунок 1.3.2):

$$V_F > V_n \cdot \cos \theta \quad (1.3.2)$$



а – образование ямки травления; б – образование бугорка травления.

Рисунок 1.3.2 – Условие возникновения устойчивой фигуры травления на поверхности монокристалла.

Второе условие формирования на поверхности монокристалла устойчивой фигуры травления можно сформулировать следующим образом – в пределах линии пересечения торцевой плоскости кристалла с плоскостью образующейся фигуры травления не должно существовать кристаллографических плоскостей, чья скорость растворения больше  $V_F$ . В свою очередь это означает, что вогнутые поверхности ограничены наиболее плотноупакованными плоскостями, а выпуклые – наименее плотноупакованными. Для ямки травления второе условие устойчивости можно записать следующим образом:

$$V_F \cdot \sec \theta_{F/n} > V_n \cdot \cos \theta \quad (1.3.3)$$

Ирвингом было сформулировано третье условие возникновения устойчивой фигуры травления – направление траектории точек пересечения всех кристаллографических плоскостей, составляющих фигуру травления (ямку), должно быть параллельно максимальной скорости травления (минимальной в случае бугорков) [92].

### 1.3.2 Кинематическая теория движения ступенек

Поверхностно-диффузионная теория роста Бартона, Кабреры, Франка (БКФ) в качестве основного постулата подразумевает однородное распределение монокристаллов ступенек, однако в случае роста и растворения реальной кристалла возможны нерегулярности, которые можно наблюдать посредством оптической световой микроскопии (макроскопические нерегулярности). Очевидно, что данное явление будет однозначно сказываться на физике процесса травления и роста монокристалла, скорости которых должны быть одинаковы для одной из тех же плоскостей, но на практике процессы растворения зачастую протекают быстрее [20,93].

В случае построения математической модели роста и растворения в своем конечном варианте она должна дать функции, определяющие форму монокристалла в определенный момент времени. Очевидно, что она будет напрямую зависеть от условий протекания процессов, а также от конфигурации поверхности и прочих дефектов ее пересекающих. Конфигурация поверхности определяется наклоном относительно горизонта, таким образом, введя декартовую систему координат, функцию, описывающую динамику процесса растворения, можно представить как  $z(x,y,t)$ , реакции, а наклон поверхности как  $p = -\frac{dz}{dx}$ ,  $q = -\frac{dz}{dy}$ . Согласно модели БКФ процесс растворения ступенчатый, в общем виде поток ступеней определяется следующим выражением:

$$J = \frac{R}{h} \quad (1.3.4)$$

где  $R$  – скорость растворения,  $\text{Å}/\text{с}$ ;

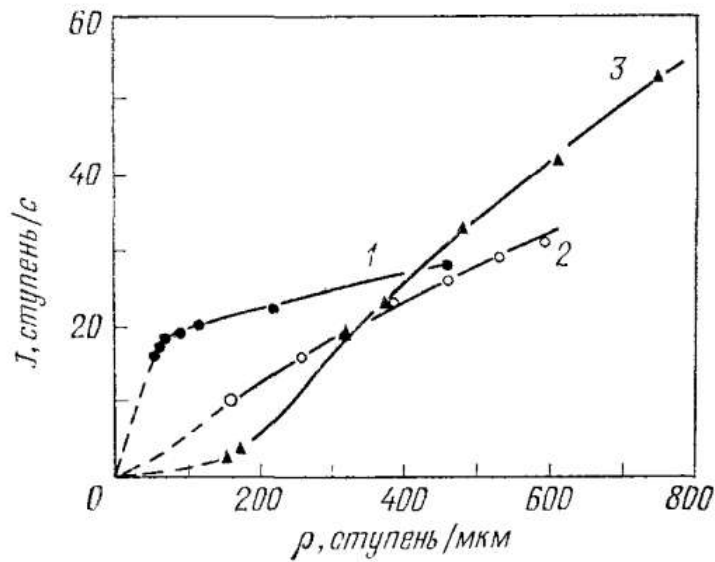
$h$  – высота монокристаллической ступени,  $\text{Å}$ .

При принятии ряда допущений, в рамках кинематической теории, ориентация поверхности в процессе растворения или роста в области постоянного наклона определяется выражением (1.3.2). Такие области с постоянным наклоном поверхности вдоль выбранной оси называются кинематическими волнами.

$$\left. \frac{dz}{dx} \right|_p = \left. \frac{dz}{dt} \frac{dt}{dx} \right|_p + \frac{dz}{dx} = \frac{R}{c} - p \quad (1.3.5)$$

где  $c$  – компонента скорости по оси абсцисс,  $\text{Å}/\text{с}$ ;

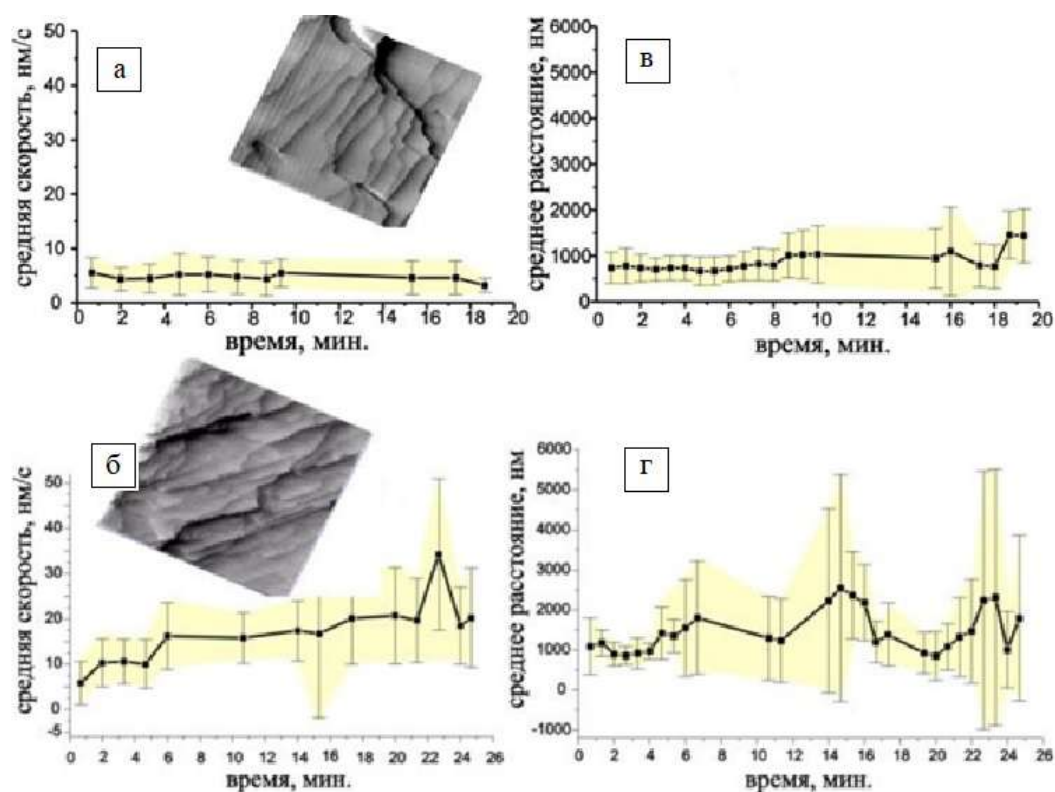
Величина потока ступеней, определяемая выражением (1.3.4) будет однозначно зависеть также от плотности ступеней ( $\rho$ ) и от присутствия на них примесных атомов, что зачастую наблюдается в реальных кристаллах. В случае отсутствия адсорбции примеси для двух процессов растворения с плотностями ступеней  $\rho_1 > \rho_2$  будет соблюдаться соотношение  $J(\rho_1) > J(\rho_2)$ . В случае, когда адсорбция имеет место и зависит от времени соотношение будет обратным  $J(\rho_1) < J(\rho_2)$ . Наличие примеси замедляет процесс движения ступени, а так как во втором случае ступени очень близки к друг другу адсорбция будет затруднена. В работе [94] данные закономерности продемонстрированы на примере ямок травления, образующихся на поверхности меди с ориентацией (111) при анодном растворении (рисунок 1.3.3).



1 – концентрация ионов  $\text{Br}^- = 0,03 \text{ N}$ ; 2 – концентрация ионов  $\text{Br}^- = 0,25 \text{ N}$ ; 3 – концентрация ионов  $\text{Br}^- = 1 \text{ N}$

Рисунок 1.3.3 – Зависимость потока ступеней от их плотности для  $\text{Cu}(111)$ .

Флуктуация условий движения ступеней на источнике, которым может служить дислокация или малоугловая граница, может привести к локальному скачку их плотности. Дальнейшее развитие отклонение от постоянства плотности ступеней аналогично образованию ударных волн (кинематических волн) быстрее [95]. На рисунке 1.3.4 показано возникновение кинематических волн плотности ступеней при росте кристалла  $\text{NaCl}$ .



а, б- средняя тангенсальная скорость роста ступеней; в, г – расстояние между ступенями

Рисунок 1.3.4 – Кинематические волны плотности ступеней в растущем кристалле NaCl [95].

Моментам формирования кинематических волн соответствуют точки наибольшей флуктуации параметров (точки с наибольшим доверительным интервалом) – например скачки на 6, 14 и 23 минутах на рисунке 1.3.4 г.

Слияние ступеней приводит к образованию макроступеней, которые, в свою очередь могут приводит к образованию террасчатых ямок травления (рисунок 1.3.5). Макроступени возникают в результате соприкосновения моноатомных, при их взаимодействии с несовершенством монокристалла или вследствие неустойчивости эквидистантного состояния их расположения - как показано в работе [96] на примере эпитаксиальных слоев GaAs и AlGaAs. В результате такого взаимодействия, образующееся ступень большой высоты, которая движется медленнее (так как скорость растворения  $R$  обратно пропорциональна высоте ступени  $h$ ).

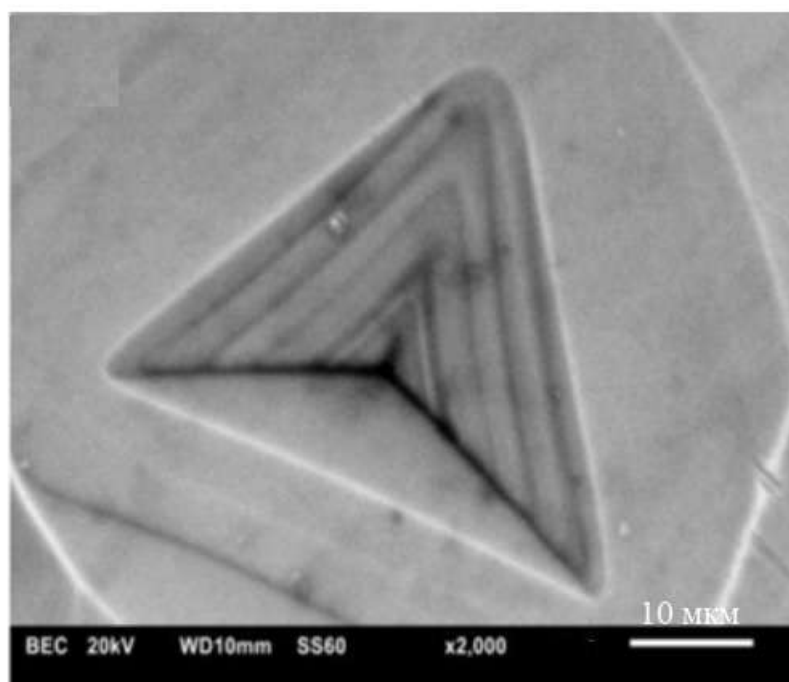


Рисунок 1.3.5– Террасчатая дислокационная ямка травления в монокристаллическом Ge [97]

Изменение контура ямки травления и структуры ступеней в них говорит о изменении морфологии процесса растворения, которая определяется главным образом составом травителя, загрязнением атмосферы травления и температурой, а также наличием и природой сегрегаций на дислокациях [90]. Условия травления также определяют лимитирующую стадию процесса растворения:

- в случае сферической поверхности, однородно растворяющейся во всех направлениях, процесс зарождения и движения ступеней имеет низкую энергию активации – лимитирующей выступает объемная диффузия (условие химической полировки полупроводниковых пластин);

- в случае возникновения «выбросов» в кристаллографических направлениях, соответствующих плоскостям с малым индексами – лимитирующей стадией выступает зарождение, их движение, в свою очередь, будет проходить сравнительно легко.

В последнем случае форма фигур травления будет схожа с многогранником с выпуклыми гранями, с кристаллографической огранкой характерной для растущего слитка. Ограничивающими будут являться плоскости, чья ретикулярная плотность максимальна (плотнупакованные), а поверхностная энергия, в свою очередь, минимальна [98]. В общем случае для оценки геометрии ямки травления в зависимости от ориентации поверхности шлифа необходимо:

- определить индексы плоскостей с наибольшей ретикулярной плотностью, выходящих на боковую поверхность монокристалл при росте (для решетки типа сфалерит в порядке убывания:  $\{111\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{100\}$  и т.д);
- построить в декартовой системе координат многогранник, в зависимости от набора ограничивающих кристалл плотноупакованных плоскостей);
- рассечь многогранник плоскостью, совпадающей с плоскостью шлифа (пластины), получившееся сечение – искомый контур фигуры травления.

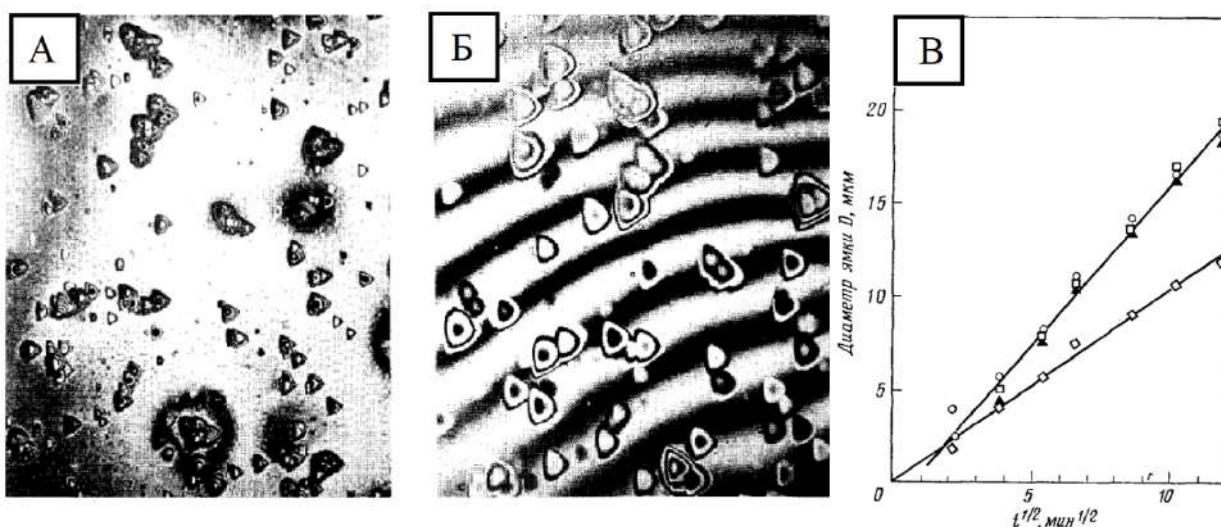
В свою очередь кривизна стенок ямки, при условии, что она представляет равновесную форму будет зависеть от соотношения между энергией дислокации ( $E_D$ ) и поверхностной энергией ( $\gamma$ ):

$$E_D = 2\pi a\gamma \sin(\theta) \quad (1.3.6)$$

где,  $a$  – радиус дислокации, мкм;

$\theta$  – угол наклона ямки травления;

Кристаллографические фигуры травления характерные не только для полупроводниковых монокристаллов, но и для металлов и зачастую образуются в дефектных местах поверхностного слоя. Дислокации как могут служить местами формирования ямок, так и могут не иметь с ними прямой связи, что было показано в [99] на примере распределения ямок в монокристаллическом низко-дислокационном кремнии. Травление грани с кристаллографической ориентацией (111) показало формирование ямок с плоским дном, возникающим в потенциальных местах локализации комплексов точечных дефектов – рисунок 1.3.6 [100]. С течением времени травления такие фигуры могут исчезать с поверхности образца, что было показано в работе [90] на примере монокристаллов InSb (111).



а – время травления 30 секунд; б – время травления – 330 секунд; в -зависимость размера ямок от времени

Рисунок 1.3.6 – Развитие морфологии поверхности в зависимости от времени травления [101]

Видно, что со временем глубина ямок травления уменьшается, контур скругляется, тем не менее поперечное сечение увеличивается. Размер фигур травления увеличивается пропорционально корню квадратному от времени (зависимость параметров – параболическая), что говорит о диффузионном контроле процесса растворения. В общем случае скорость расширения ямки определяется следующим соотношением:

$$\frac{dD}{dt} = v_n - v_p \quad (1.3.7)$$

В случае, если скорость растворения вдоль дефекта перпендикулярно поверхности много больше общей скорости ее растворения все ямки, независимо от природы дефекта, должны иметь одинаковую ширину. В противном случае глубокие ямки будут шире, чем с плоским дном. В общем случае дефект, которым может выступать как дислокация, вакансия, комплекс точечных дефектов, граница зерна, кольцевая трещина и др., это область, удаление атомов с которой идет с большей скоростью. Из рисунка 1.3.6 так же видно, что наклон фигуры травления уменьшается при удалении от центра дефекта. Данная закономерность прослеживается на пластинах GaAs и в эпитаксиальных слоях GaN (рисунок 1.3.7 и 1.3.8)

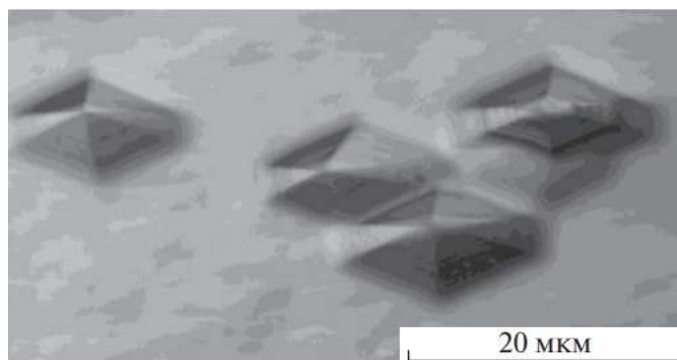
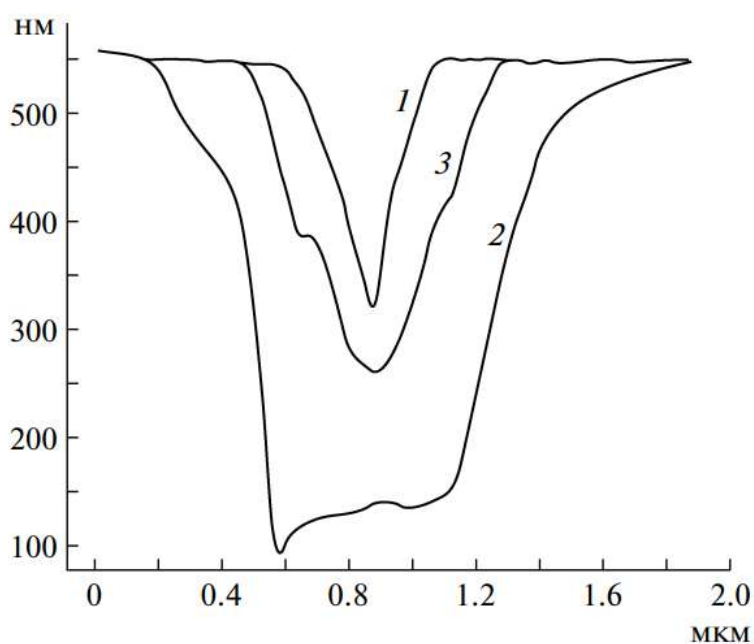


Рисунок 1.3.7 – Морфология ямок травления на поверхности монокристаллического GaAs (100) с кристаллографическим отклонением менее  $1^\circ$  [64]



1 – краевая; 2 – винтовая; 3 – дислокация смешанного типа;

Рисунок 1.3.8 – Профиль ямок травления различной природы в GaN, полученный методом АСМ [86]

Видно, что наклон ямки травления относительно поверхности шлифа при удалении от центра дефекта уменьшается. Наиболее подходящей в рамках исследования формирования дислокационных фигур травления у монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  являются кристаллографические плоскости семейства  $\{111\}$ , как наиболее плотноупакованные. В данном случае наклон фигуры травления в атомных единицах будет задаваться соотношением величин скорости течения ступеней в направлении  $\langle 112 \rangle$  и скорость зарождения ступени вдоль направления  $\langle 111 \rangle$ .

### 1.3.3 Термодинамическая теория

В местах выхода винтовых дислокаций на поверхность монокристаллической пластины всегда присутствует ступень, равная вектору Бюргерса, что способствует возникновению спирального растворения поверхности образца, в случае если разность химических потенциалов  $\Delta\mu < 0$ . Расстояние между витками пропорционально критическому радиусу образования двумерного зародыша. Связь термодинамических параметров с наклоном ямки травления описывается следующим выражением:

$$\theta = \text{tg}^{-1} \left( \frac{h\Delta\mu}{19\gamma\Omega} \right) \quad (1.3.8)$$

где,  $\Omega$  – объем, занимаемые каждым атомом;

$\gamma$  – свободная поверхностная энергия;

$h$  - глубина ямки травления.

Из выражение (1.3.8) следует вывод, что наклон ямки травления является функцией градиента химического потенциала  $\Delta\mu$ , который, в свою очередь, определяется соотношением концентрации насыщения на дислокационном источнике  $c_0$  и концентрации на некотором расстоянии от него  $c$ . При больших значения  $\frac{c}{c_0}$  наклон формируемой фигуры травления мал, и она слабо различима в световом микроскопе. Наличие вдоль линии структурного несовершенства примеси приводит к снижению  $\Delta\mu$  и, соответственно, к уменьшению угла наклона. Данный факт обуславливает также наличие критической величины разности потенциалов, при которой растворение идет как на краевых, так и на винтовых дислокациях.

Рассматривая процесс формирования фигур травления с термодинамической точки зрения, необходимым этапом является анализ изменения свободной энергии в ходе химической реакции растворения поверхности монокристалла. Свободная энергия Гиббса зарождения ямки в месте выхода дислокаций на поверхность пластины определяется выражением:

$$\Delta G_d = \Delta G_s + \Delta G_v + hE_{\text{дисл}} \quad (1.3.9)$$

$$E_{\text{дисл}} = -\frac{Gb^2}{4\pi} \alpha \ln \left( \frac{r}{r_0} \right) \quad (1.3.10)$$

где,  $\Delta G_s$  – изменение поверхностной энергией;

$\Delta G_v$  – изменение объемной энергии;

$r_0$  – радиус ядра дислокации;

$\alpha$  – коэффициент, равный для винтовой дислокации единице, а для краевой дислокации  $1/(1-\mu)$ ;

В рамках исследования механизма избирательного травления полупроводниковых монокристаллов  $A^{III}B^V$  необходимо количественно оценить соотношение скоростей растворения, определяющих условия возникновения дислокационной ямки –  $V_n$ ,  $V_t$  и  $V_p$  [20, 90]

$$V_p = hV_n \exp\left(\frac{-\Delta G_p^*}{kT}\right) \quad (1.3.11)$$

$$V_n = hV_n \exp\left(G_d^*(r_c'') + \frac{\Delta H}{kT}\right) \quad (1.3.12)$$

$$V_t = \sigma h k^* v \exp\left(-\frac{\Delta H}{kT}\right) \quad (1.3.13)$$

$$\frac{V_n}{V_t} = \frac{1}{k^* \exp(\pi r h \Omega \gamma^2 / \Delta \mu k T)} \quad (1.3.14)$$

Где,  $v$  - частотный множитель порядка Дебаевской частоты;

$\sigma = 1 - c/c_0$  – относительное недосыщение;

$k^* = \frac{2\beta\lambda_s}{h}$  - коэффициенты подвижности ступени;

$\beta$  – коэффициент сопротивления движению ступеней;

$\lambda_s$  – среднее смещение атома в ходе диффузии от места перегиба к месту адсорбции;

$\Delta H$  – изменение свободной энергии для молекулы при переходе с поверхности кристалла в раствор;

$\Delta G_p^*$  - энергия образования зародыши на поверхности монокристалла;

$G_d^*(r_c'')$  - вторая производная свободной энергии зарождения ямки травления, численно равная  $p \cdot \Delta G_p^*$ ;

$p$  – постоянная кристалла, численно равная  $p = \left(1 - \frac{A\alpha}{2\pi\gamma r}\right)^2$ ;

Величины  $\Delta\mu$ ,  $k^*$ ,  $\gamma$ ,  $p$  определяет наклон дислокационной ямки на поверхности монокристалла и, соответственно, ее различимость по средствам микроскопии. В частности, малые значения  $k^*$ ,  $\gamma$ ,  $p$  и большое  $\Delta\mu$  благоприятны для формирования контрастных фигур травления. Перечисленные выше параметры не являются независимыми друг от друга. Множитель  $p$  зависит от природы вещества и его

кристаллической решетки, в том числе от соотношения между модулем сдвига, вектором Бюргерса дефекта и поверхностной энергии. Значение  $\Delta\mu$  от особенностей диффузионных процессов в местах выхода дислокаций, в свою очередь,  $k^*$  зависит от кинетики протекающих процессов, которая в том числе определяется величиной разности потенциалов [90].

Исходя из термодинамической модели легко описать действие точечных дефектов и их комплексов на механизм формирования дислокационной ямки. Очевидно, что своим присутствием примесная сегрегация приводит к увеличению разности потенциалов в области дефекта и уменьшению свободной энергии  $\Delta G_p^*$ , что, в свою очередь и требуется для образования критических двумерных зародышей растворения. В тоже, время величина  $k^*$ , которая в случае избирательного травления полупроводников является коэффициентом подвижности ступени, уменьшается. Данный факт, вероятно, приводит к уменьшению тангенсальной компоненты скорости формирования дислокационной ямки, что приводит к увеличению угла ее наклона и к уменьшению контрастности микроскопического изображения.

Возможно также ситуация, когда характер примесных сегрегаций оказывает влияние на  $V_t$ , но скорость травления вдоль дефекта остается неизменной, что соответственно приводит к снижению контраста фигуры травления. Нивелировать данный эффект можно за счет уменьшения свободной энергии  $G_d^*$  (увеличив разность потенциалов и уменьшив поверхностную энергию).

### 1.3.4 Диффузионная теория формирования фигур травления

В кинематической и термодинамической теории Шаарвехтера процесс растворения и формирования фигур травления рассматривался исходя из концепции зарождения и растворения и движения ступеней на дислокациях и в объеме монокристалла. Диффузия и процессы переноса вещества в ходе химической реакции практически не рассматривались.

В наиболее упрощенной модели Бома-Клебера изначально полагается отсутствие ингибитора химической реакции, поверхностной диффузии, а также многослойной адсорбции, что позволяет рассматривать ситуацию, когда градиент концентрации в ходе формирования ямки линеен. В таком случае максимальную глубину ямки (условия ее различимости посредством микроскопии) можно выразить следующим выражением [102].

$$h_{max} = D \frac{(k_b^-)}{k_s k_b} \quad (1.3.15)$$

где,  $k_b$  – постоянная скорости реакции в вершине ямки;

$k_s$  – постоянная скорости поверхностной реакции;

Таким образом в рамках данной модели глубина фигуры травления определяется в первую очередь коэффициентом диффузии и не зависит от концентрации растворителя. Величина  $h_{\max}(k_s, k_b)$  является функцией постоянных скоростей реакции, которые, в свою очередь, определяются химическими свойствами раствора и кристалла, а также энергетическими свойствами выходящих на поверхность дислокаций (рисунок 1.3.9).

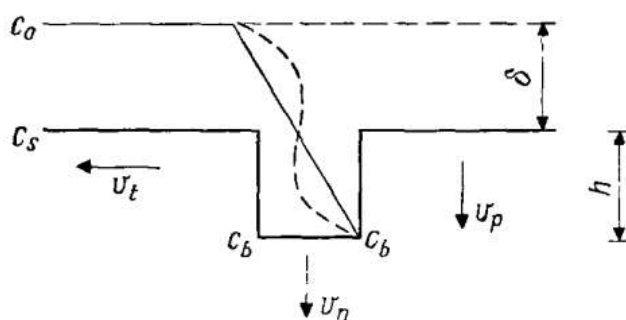


Рисунок 1.3.9 – Модельное представление распространения реагента в окрестности ямки травления.

В реальном же случае наличием явлением топахимической адсорбции и поверхностной диффузии пренебречь нельзя. Очевидно, что, если формирование контура ямки травления имеет диффузионный контроль, ее различимость по средствам микроскопии определяется соотношением поверхностной и объемной диффузии.

В свою очередь процесс адсорбции чувствителен к структуре поверхности, что также может быть причиной того, что скорость растворения в различных кристаллографических направлениях различна [103].

## 1.4 Практика обработки изображений структур в материаловедении

Цифровое изображение содержит в себе фиксированное количество столбцов и строк элементов изображения – пикселей (pixels – picture element англ.). В свою очередь каждый пиксел хранит в себе некое дискретное значение, определяющее яркость соответствующей точки. Цифровые изображения можно принципиально классифицировать на цветные (в каждом пикселе может храниться три числа определяющие яркость его красной (red), зеленой (green) и синей (blue) составляющих -RGB) , бинарные (значение пикселей  $\in [0;1]$ ) и изображения в оттенках серого ( $\in [0;255]$ ) (рисунок 1.4.1).

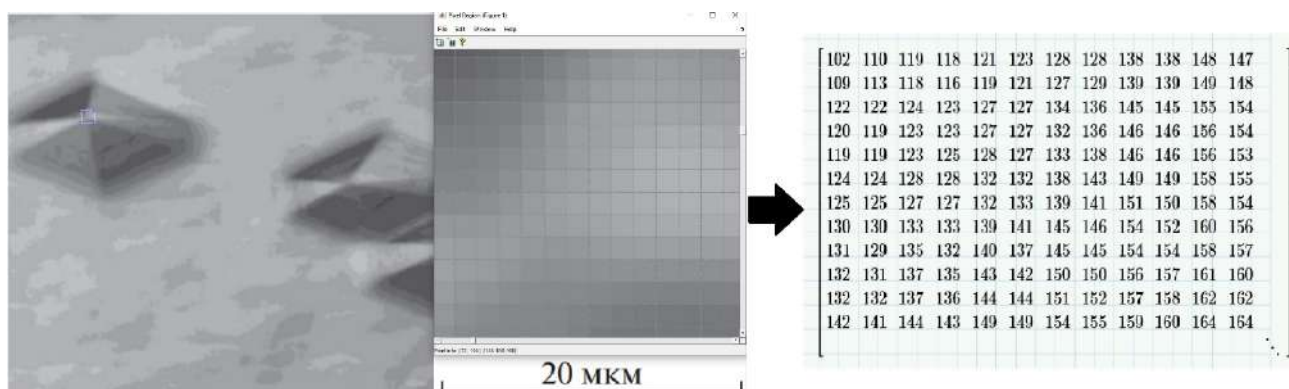


Рисунок 1.4.1 – Цифровое изображение ямок травления на поверхности GaAs (100).

На примере вершины дислокационной ямки травления на поверхности пластины GaAs видно, что каждому пикселу соответствует числовое значение, в зависимости от интенсивности яркости.

Под обработкой изображения понимают ряд морфологических операций целью которых является четкое разделение элементов изображения на объекты исследования и фон. Для достижение данной задачи используется математическая модель - функция интенсивности, которая позволяет представить изображение в виде матрицы числовых значений интенсивности яркости каждого пикселя  $I[m]$  (в аналоговом виде) и задействовать весь аппарат математического анализа [104]. Каждому пикселю в данном случае соответствует выборка значений интенсивности для некоторой элементарной площадки аналогового изображения. Принципиальная схема обработки изображения представлена на рисунке 1.4.2.



Рисунок 1.4.2 – Принципиальная схема обработки изображения [105]

Первично, исходное цифровое изображение переводится в градации серого, в результате чего все элементы матрицы значений функции интенсивности  $I[m] \in [0;256]$  (рисунок 1.4.3 а). Конечным этапом обработки изображений, как видно из рисунка, является процесс бинаризации (перевод в бинарное изображение), главной целью которого является радикальное уменьшение информации для анализа. Бинарное изображение – это цифровое изображение, пиксели которого имеют значения 0 или 255 (рисунок 1.4.3 б).

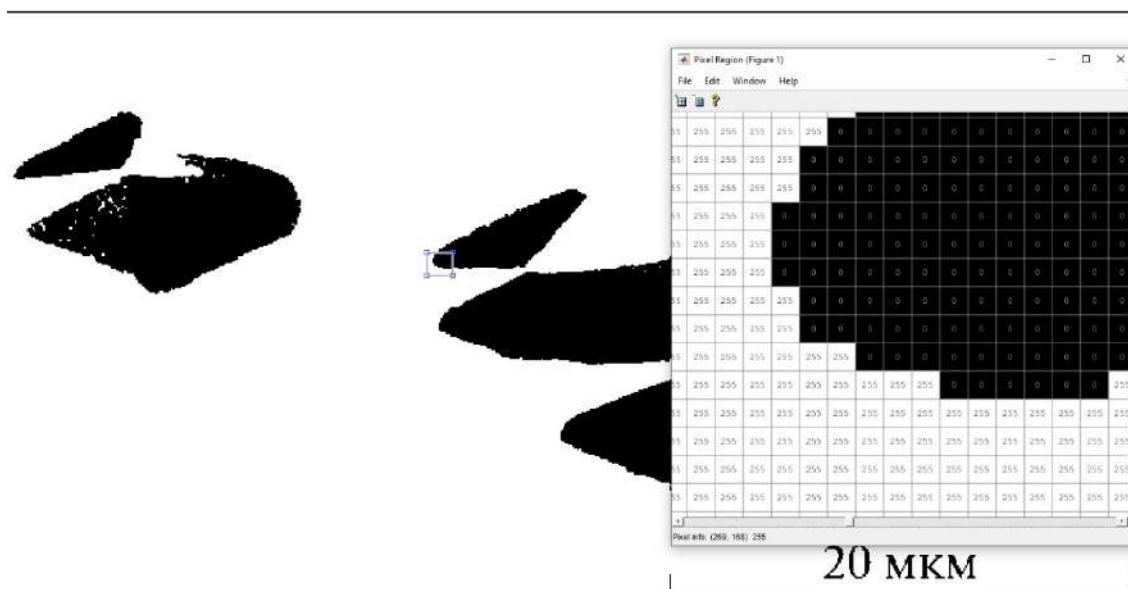


Рисунок 1.4.3 – Цифровое монохромное изображений дислокационных ямок травления в монокристаллическом GaAs (100)

При выборе порога бинаризации «на глаз» существует высокая вероятность снижения объективности измерений и потери информативности. В данном случае видно,

что контур обособленной и скученных дислокационных фигур травления не сплошной. Данный факт обуславливает затруднения, которые возникают при дальнейшей компьютеризированной количественной оценки и анализ распределения дислокаций.

### 1.4.1 Бинаризация изображений

В настоящее время активное развитие систем компьютерного зрения, в частности нейронных сетей, позволяет производить контроль, отслеживание, а также классификацию объектов, в основе их работы, зачастую, лежит бинаризация [104]. Под бинаризацией понимают выделение границ объектов исследований, содержащих исчерпывающую информацию о его геометрических особенностях, для последующего анализа распределения и кластеризации. Алгоритма бинаризации можно классифицировать следующим образом:

- адаптивная бинаризация (с переменным порогом):
- глобальная бинаризация (с постоянным порогом):
- на основе нейронных сетей

К глобальной бинаризации можно отнести бинаризацию с нижним и верхним порогом ( $\Pi$ ), бинаризацию с двойным ограничением. В математическом виде условие преобразования матрицы числовых значений интенсивности яркости можно выразить следующей системой:

$$I[m] = \begin{cases} 0, & \text{если } I(i, j) \leq \Pi \\ 1, & \text{если } I(i, j) \geq \Pi \end{cases} \quad (1.4.1)$$

Если в приведенной выше формуле для точки изображения выполняется первое условие, то такая точка является точкой объекта, если же выполняется второе условие, то точка будет точкой фона [106]. Выбор величины  $\Pi$  должен быть статистически и физически обоснован. На рисунке 1.4.4. представлено изменение морфологии изображения в зависимости от порогового значения бинаризации.



а – исходное выражение; б – бинаризация с порогом 160; Бинаризация с порогом 180;  
 Рисунок 1.4.4 – Цифровое изображений дислокационных ямок травления в  
 монокристаллическом GaAs (100)

При снижении порога бинаризации на 20 оттенков серого происходит значительное изменение морфологии микрофотографии. Очевидно, что результаты количественного анализа распределения фигур травления для одно и того же участка будут кардинально различны. Контуры ямок травления сливаются, и даже визуальная оценка становится затруднительной. Данный факт иллюстрирует важность процедуры обработки изображений и ее влияние на объективность получаемых в ходе исследовательской работы результатов. Значение интенсивности яркости отдельных пикселей можно рассматривать как случайные величины, а гистограмму уровня серого – как оценку плотности распределения вероятности (рисунок 1.4.5). Если плотности распределения вероятности известны, то можно определить оптимальные (в смысле минимума ошибки) порог для сегментации изображения на объекты и фон [105].



Рисунок 1.4.5 – Дислокационные ямки травления на поверхности пластины GaAs(100) и гистограмма распределения уровня серого

На основе построения математической статистики и, в частности, на построение гистограмм распределения уровня серого основан один из наиболее популярных методов бинаризации – метод Отцу [107]. Внутри областей разбиения ищется порог, уменьшающий остаточную дисперсию. Ключевыми преимуществами алгоритма являются: адаптация к изображениям различной конфигурации (что является особенно актуальным для пластин монокристаллов, где процесс травления прошел с образованием окислов), а также низкая энергоемкость и простота реализации.

Локальные или адаптивные методы бинаризации действуют по схожему принципу, но в пределах некоторых заданных областей, на которые разделяется исследуемое изображение. Порог аналогично глобальным методам рассчитывается, основываясь на исследовании гистограммы интенсивности яркости пикселей. При выборе размера областей разбиения необходимо руководствоваться следующими принципами [108].

- с одной стороны размер должен быть минимален для объективности исследования морфологии изображения различной степени неоднородности;
- с другой стороны - размеры области должны настолько велики, чтобы влияние шумов было сведено к минимуму.

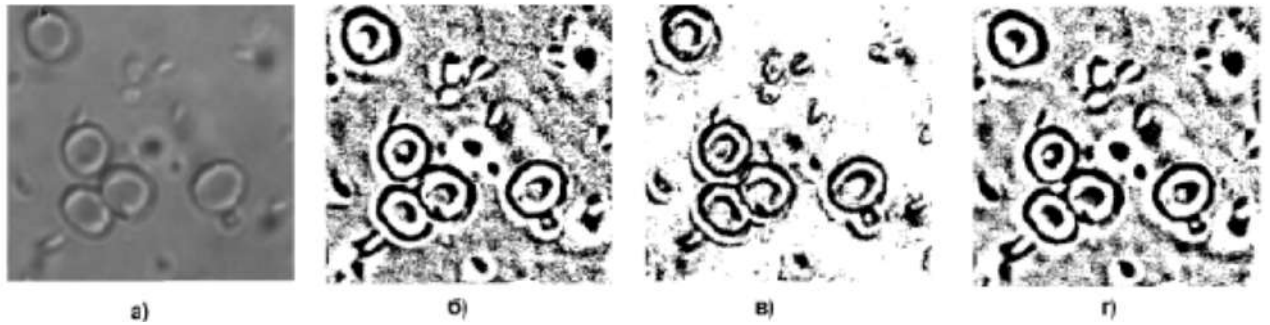
Наибольшее распространение получили следующие методы адаптивной бинаризации: метод Ниблэка, метод Бернсена, метод Эйквеля, метод Совула, метод Кристиана [109].

Например, метод Бернсена предполагает под собой сегментацию исследуемого изображения на квадраты, имеющие центр в некой точке с координатами  $(i, j)$ . Порог  $P(i, j)$ , в данном случае, есть среднее между наибольшим и наименьшим уровнем яркости квадрата, размером  $r \times r$ . Значение  $P(i, j)$  сравнивается с некой заданной пользователем константой  $\varepsilon$ , определяющей принадлежность пиксела к черному или белому цвету.

В свою очередь, в методе Ниблэка для каждого пиксела рассчитывается значение порога бинаризации, исходя из вычисления локального среднего  $\mu$  и среднеквадратичного отклонения  $\sigma$ :

$$P(i, j) = \mu(i, j) + k\sigma(i, j) \quad (1.4.2)$$

Данный подход на практике особенно эффективен в рамках процедуры быстрой фильтрации изображений, обладающих высокой степенью контраста и низкой зашумленностью. На рисунке 1.4.6 представлены результаты изменения аналогового изображения различными методами адаптивной бинаризации, на примере эритроцитов крови [110].



а – исходное изображение; б - метод Совула; в - метод Бернсена; г- метод Ниблэка

Рисунок 1.4.6 – Адаптивная бинаризация цифрового изображения эритроцитов крови.

Выбор оптимального режима перевода изображения в оттенках серого в монохромное, не является тривиальной задачей. Формирование единого алгоритма бинаризации для всех монокристаллов группы  $A^{III}B$  и различных режимов избирательного травления не представляется возможным. В работе [111] выбор алгоритма бинаризации предложено производить на основе формы и контрастности объектов интереса. В материаловедении в рамках решения подобных задач зачастую руководствуются методами математической статистики. К ним можно отнести: построение в единых координатах гистограмм распределения уровня серого для объектов исследования и для фона. (в данном случае оптимальным уровнем бинаризации является общий минимум двух графиков), а также метод С-образной кривой.

#### 1.4.2 Фильтрация шумов. Дилатация и эрозия

В ходе формирования цифрового-аналогового изображения, а также в ходе процесса бинаризации возможно возникновение малых областей, не относящихся к его информативной части – шумов. Процедуру фильтрации шума можно проводить по двум основным алгоритмам: путем изменения яркости отдельных пикселей или путем удаления компонент. Единичные темные или светлые пиксели внутри соответственно светлых и темных областей аналогового изображения формирует так называемый шум «соль и перец» [112].

В процедуре обработки изображений дилатация и эрозия имеют большое значение и являются основой многих алгоритмов. Под дилатацией понимают «утолщение» или «наращивание» объектов бинарного изображения, в свою очередь под эрозией понимают его «утонение». Вид и размер влияния данных операций определяются так называемым структурообразующим элементом (уровнем эрозии или дилатации соответственно).

Математически, используя терминологию операций над множествами, дилатацию (эрозию) множества  $A$  по множеству  $B$  можно выразить следующими выражениями (для бинарного изображения) [113].

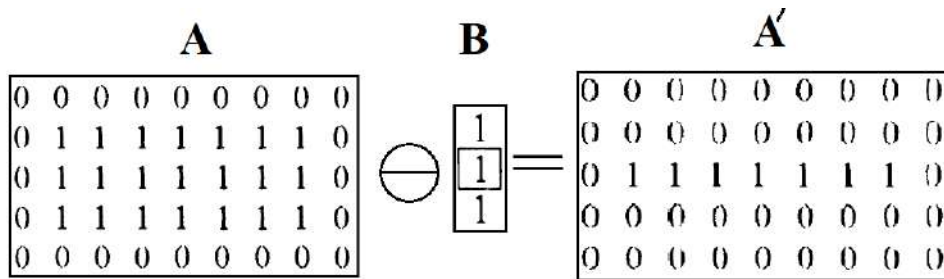
$$A \oplus B = \{z | (\hat{B})_z \cap A \neq \emptyset\} \quad (1.4.3)$$

$$A \ominus B = \{z | (\hat{B})_z \cap A^c \neq \emptyset\} \quad (1.4.4)$$

Где,  $A \oplus B$  – дилатация  $A$  по множеству  $B$ ;

$A \ominus B$  – эрозия  $A$  по множеству  $B$ .

Структурообразующий элемент в общем виде представляется в виде матрицы, центр которой должен быть четко определен, так как относительно него происходит оценка границ применимости «наращивания» и «утонения» объектов (рисунок 1.4.7) Результатом дилатации (эрозии)  $A$  по  $B$  является множество значений интенсивности яркости пикселей, состоящее из всех положений центров структурообразующего центра, которые будучи центрально отраженным и сдвинутым имеет частичное перекрытие с множеством  $A$ .



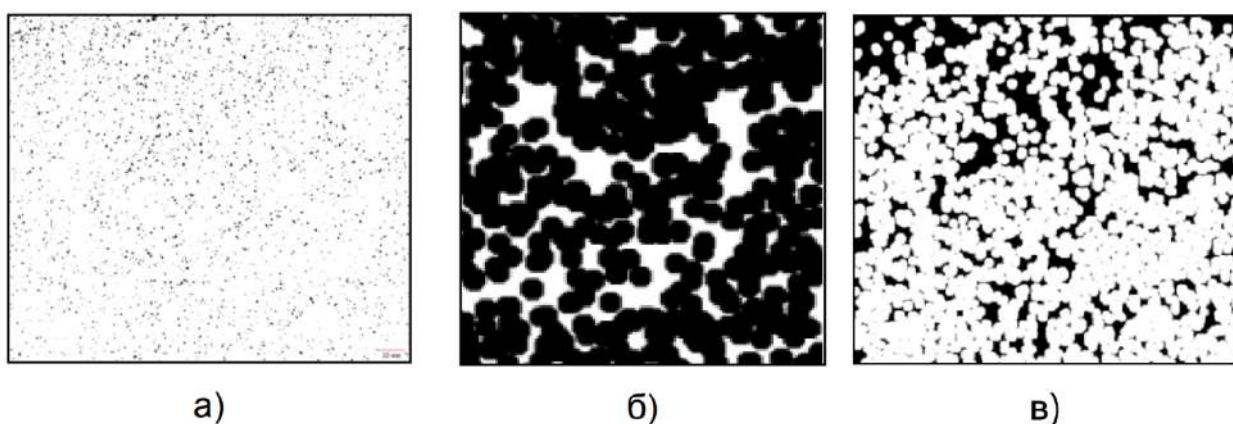
В этом положении выход равен нулю, так как структурообразующий элемент перекрывает фоновые пиксели



Рисунок 1.4.7 – Принципиальная схема эрозии цифрового изображения.

Примером, иллюстрирующем возможности данных морфологических операций, может служить применение цифровой обработки изображений в рамках исследования

характера распределения неметаллических включений в сталях. Традиционно решение подобных задач осуществляется путем сравнения с эталоном (картинкой), что обуславливает субъективность и несет скорее качественный характер [114]. Так в [115] процедуры дилатации и эрозии были применены для выделения областей скопления серы (темных пятен на серном отпечатке) на цифровом изображении, что способствует формированию компьютеризованного алгоритма их количественной оценки (рисунок 1.4.8). Также, в частности, в [116] показано, что при исследовании ферритной полосчатости в ходе формирования связности элементов структуры (полосчатость начальных баллов) для их выделения необходимо применение неформальных процедур дилатации и эрозии, отсюда часто бывает предпочтительнее использование линейных характеристик объектов, определенных при их пересечении секущими. В [117] показано, что процедура цифровой дилатация эффективна при реконструкции первичного контура отпечатка по Бауману и исследования связи его геометрии со строением излома.



а – исходное изображение; б – дилатация; в – эрозия;

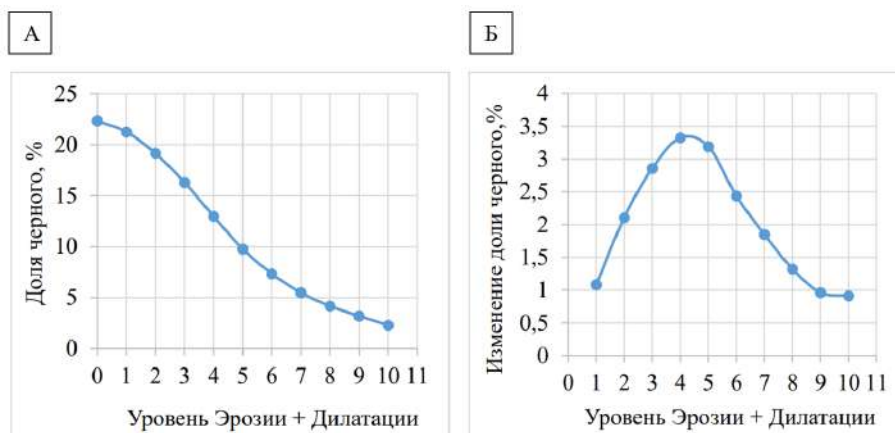
Рисунок 1.4.8 – Изображение серного отпечатка

Зачастую в конкретных алгоритмах обработки изображений эрозия и дилатация комбинируются в серии, с одним и тем же и с различными структурообразующими элементами. Можно выделить следующие комбинации:

- морфологическое замыкание – операция, представляющая собой эрозию, примененную к множеству, сформированному после дилатации;
- морфологические размыкание – операция, представляющая собой последовательную эрозию и дилатацию.

Физический смысл метода «эрозия и дилатация» состоит в последовательном применении процедур двумерных эрозии и дилатации. При эрозии все объекты меньшие или равные структурообразующему элементу удаляются и на последующем этапе

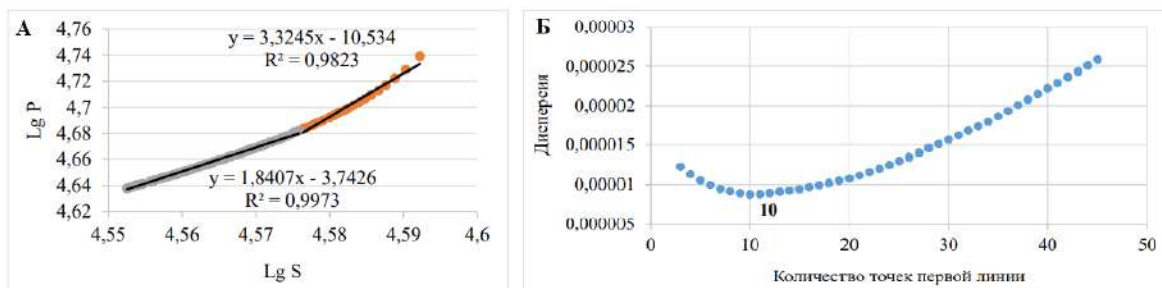
дилатации не восстановятся, что, в свою очередь, и позволяет обеспечить фильтрацию цифрового изображения от шумов. Для определения уровня комплексного режима фильтрации строятся зависимости изменения доли черного от уровня комплексного режима (рисунок 1.4.9).



а – зависимость доли чёрного от уровня комплексной процедуры; б – зависимость изменения доли чёрного от уровня комплексной процедуры

Рисунок 1.4.9 –Пример определения уровня комплексного режима «эрозии и дилатации»

В рамках определения уровня комплексного режима «эрозии и дилатации» возможно также применения метода поиска наилучшей ломанной. Методика основана на поиске точки перегиба на графике зависимости логарифма площади объектов цифрового изображения от логарифма их периметра. Первостепенно измеряется среднее значения для черных объектов, после чего производится фильтрация с увеличением размера структурообразующего элемента с заданным шагом, что в итоге позволяет построить графические зависимости (рисунок 1.4.10).



а – определение точки перегиба, б – зависимость дисперсии с изменением количества точек первой линии;

Рисунок 1.4.10 – Метод наилучшей ломанной в рамках фильтрации цифровых изображений

Линия зависимости суммарной дисперсии двух линий с количеством точек первой линии (это значение понимается как размер удаляемых объектов) является кривой с минимумом. Данный подход является достаточно энергоёмким и зачастую в результате анализа поля яркости кривая (рисунок 1.4.10 б) может вовсе не иметь ярко выраженного перегиба.

Наиболее прост в своем исполнении и одновременно эффективен метод, основанный на том, что геометрические размеры шумов много меньше среднего размера объектов. Существенным недостатком является невозможность фильтрации изображений, после глобальной бинаризации, в связи с возможностью нарушения связности объектов исследования.

В работе [118] была произведена оценка эффективности процедуры размыкания цифрового изображения в рамках исследования структуры трубной стали 09Г2ДС. Процедура «дилатация-эрозия» предназначена для преобразования тоновых изображений морфологическими методами эрозии и дилатации. Применение морфологических методов позволяет выявить элементы изображения по заданным признакам, в выявленных элементах изображения снизить уровень высокочастотного шума, повысить контрастность изображения, ликвидировать разрывы областей. Процедура «дилатация-эрозия» может применяться при решении задач распознавания элементов изображения путем построения остова, построения контура и выявления связных компонент [119]. Так в работе [115] для выделения областей скопления серы (тёмных пятен на серном отпечатке) проводили последовательные процедуры «дилатация – эрозия».

### **1.4.3 Диаграмма Вороного**

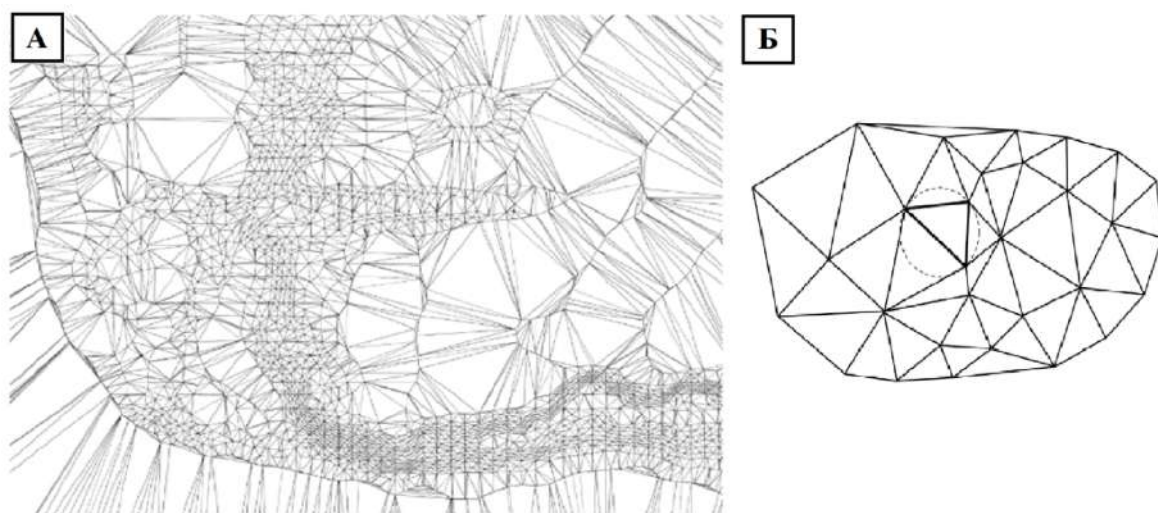
Применение алгоритма цифровой обработки изображений, основанного на анализе поля яркости и включающего в себя процедуру бинаризации и фильтрации, позволяет выделить объект интереса (ямка травления) и приступить к поиску решения одной из наиболее актуальных задач – исследованию и введению меры структурной неоднородности и выработке технологической режима по ее нивелированию.

Структурная однородность - один из важнейших критериев оценки качества полупроводниковых монокристаллов, позволяющий гарантировать заданный уровень электрофизических характеристик конечных интегральных схем, снизив при этом процент брака готовой продукции. Распределение дислокаций, как было отмечено выше, напрямую связано с возникновением термических напряжений, а, следовательно, и с параметрами

технологического процесса роста слитков. В связи с этим поиск решения задачи, которая с точки зрения вычислительной геометрии может быть сформулирована как - исследование близости ямок травления, является весьма актуальным.

В свою очередь анализ неоднородности распределения объектов изображения на основе [120] можно разделить на несколько типичных задач:

- задача по поиску ближайшей пары и ближайших  $n$  соседей (среди заданного количества точек  $N$  находятся две из них ( $n$  из них), расстояние между которыми наименьшее);
- задача по поиску всех ближайших соседей (среди заданного количества точек  $N$  находятся ближайшие соседи для каждой точки интереса изображения);
- построение евклидова минимального остовного дерева (для всех точек на плоскости  $N$  строится «дерево» - совокупность точек и отрезков, соответствующих минимальным расстояниям между ними (ребрам));
- триангуляция (для множества точек на плоскости  $N$  заданы такие отрезки, чьи длины не пересекаются, и каждая область внутри «выпуклой» оболочки множества является треугольником (рисунок 1.4.11).



а – триангуляция на плоскости; б – триангуляция Делоне

Рисунок 1.4.11 – Пример триангуляции

Диаграмма (статистика) Вороного, называемая также методом локусов, является одним из возможных решений задачи о близости объектов изображения. Под разделением на локусы понимают эвристический прием, на основе которого формируется большое количество геометрических алгоритмов, который заключается в выделении и организации

некоторой области точек, обладающими требуемыми свойствами. В контексте данного метода:

– задача по определению области близости: для заданного множества  $S$  из  $n$  точек для каждой  $i$ -ой точки из них необходимо определить locus  $(x, y)$  для которых расстояние до  $S_i$  меньше, чем до любой другой  $\in S$ ;

– задача по поиску ближайших соседей для точек  $S_i$  и  $S_j$ : множество точек более близких к  $S_i$  чем  $S_j$  есть полуплоскость  $H(S_i, S_j)$ , перпендикулярная отрезку  $S_i S_j$ , делящую его пополам. Тогда  $V$  – есть множество точек, более близких к  $S_i$ , чем ко все остальным и располагающихся в местах пересечения полуплоскостей. В результате такого разбиения формируется выпуклый многогранник, имеющий не более  $n-1$  ребер, называемый полиэдром Вороного (многоугольниками близости, ячейками Дирехле) [121,122].

Образующееся в ходе данной морфологической операции разбиение цифрового изображения на полиэдры называется диаграммой Вороного. На рисунке 1.4.12 представлено панорамное изображение неметаллических включений в улучшаемой стали 38ХНЗМФА и результаты анализа поля его яркости для 4 исследуемых участков [123].

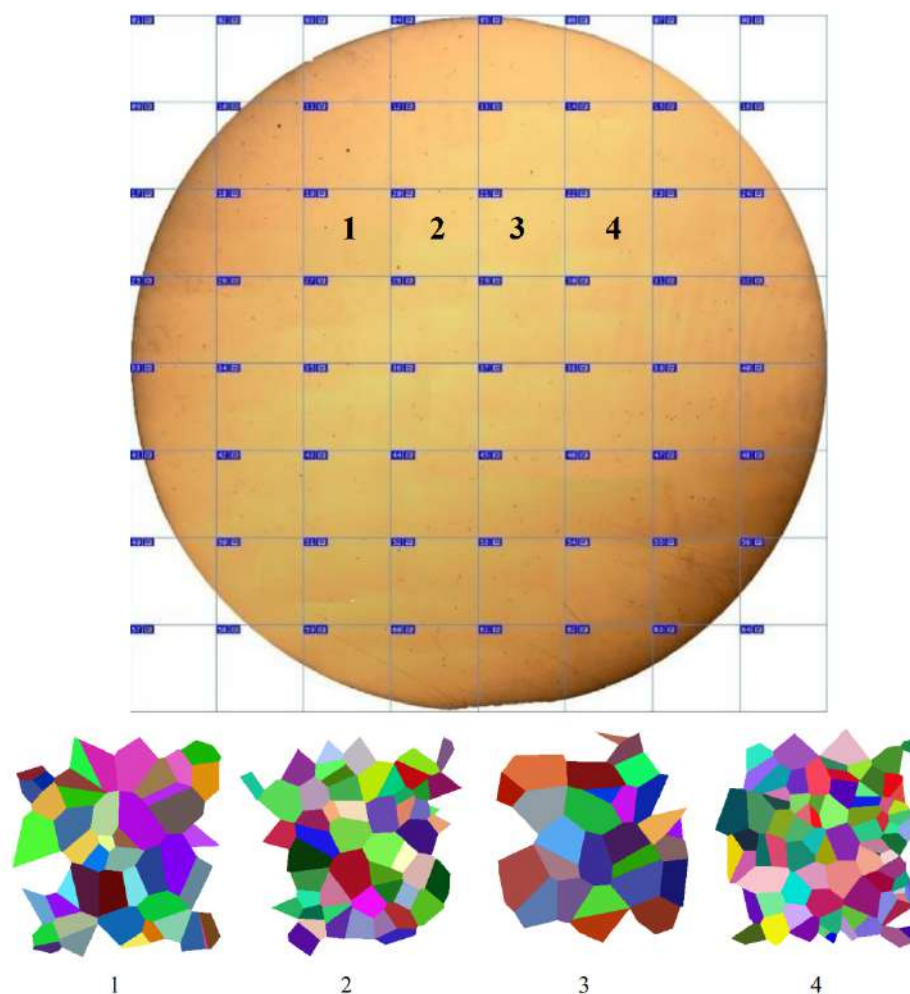


Рисунок 1.4.12 – Панорамное изображение неметаллических включений в улучшаемой стали 38ХНЗМФА и статистика Вороного для отдельных ее кадров.

Измерение геометрии пространства, разбитого на полиэдры, позволяет ввести меру неоднородности размещения объектов на изображении [124]. Сравнение выборок расстояний между центрами полиэдров и выборок величин их площадей методами параметрической и непараметрической статистики должно способствовать поиску технологического режима, позволяющего не только снизить плотность дислокаций в полупроводниковых монокристаллах, но и повысить однородность их распределения.

### 1.5 Механические свойства полупроводников и методы их исследования

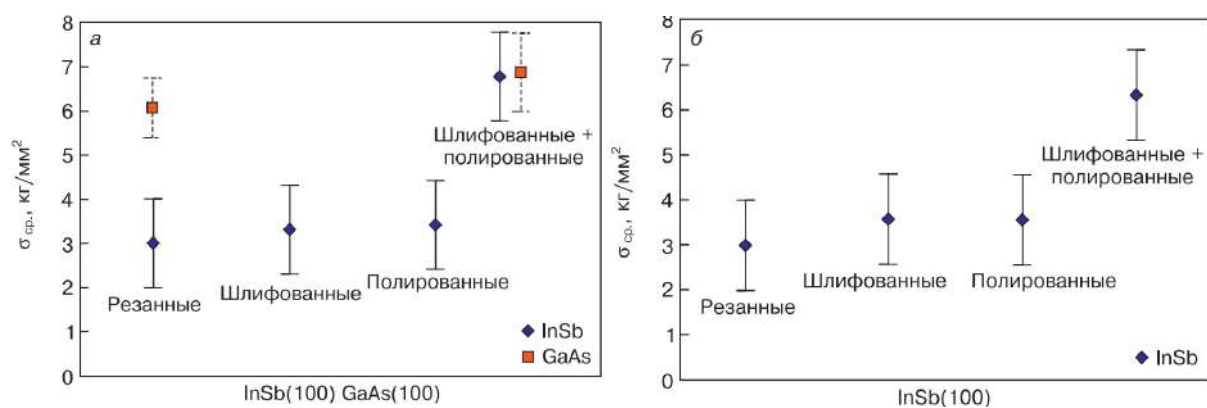
Изготовление полупроводниковых приборов и интегральных схем - многостадийный и многофакторный процесс (может насчитывать более 100 операций), включающий в себя различного рода механические (шлифование и полирование, диффузию, скрайбирование и

др.) и термические воздействия на материал ( $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (криогенное травление) до  $+1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (отжиг, окисление, диффузия, и др.) и при давлении от атмосферного до  $10^5\text{ Па}$ ) [1].

Данный факт обуславливает возникновение в пластинах структурных дефектов, ухудшающих комплекс их физических и механических свойств, что непосредственно оказывает влияние на эффективность производства и на надежность конечной продукции. Иными словами, как и в случае термоэлектрических материалов [125,126], на монокристаллы группы  $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$  распространяются требования к конструкционным материалам – прочность, пластичность и вязкость.

Решение задачи по оценке комплекса механических свойств полупроводников не является тривиальным. Несмотря на максимальную приближенность к математически модулируемым моделям разрушения за счет высокой степени кристаллического совершенства структуры, имеет место значимое различие (на 1–2 порядка) между реальной и теоретической прочностью монокристаллов. Наиболее отчетливо прослеживается корреляционная зависимость механических свойств от температурных и динамических условий процесса выращивания и концентраторов напряжений, таких как включения второй фазы, двойниковые границы и др. Для полупроводниковых материалов характерен хрупкий тип разрушения («разрушение сколом» - распространение трещины со скоростью  $\sim 10^5\text{ см/с}$ ), что, однако не исключает наличие предшествующей микропластической деформации [127].

На данный момент нет досконально прописанной нормативной документации, регламентирующей схему механических испытаний полупроводников, что обуславливает методические и технологические трудности получения объективных данных об их прочности [128]. Большинство механических испытаний моделируют условия эксплуатации металлов [123] и композитов [129] и не всегда позволяют объективно оценить механические свойства полупроводниковых материалов, часто характеризующихся как «аномально низкие». С низкой стойкостью к хрупкому разрушению наиболее вероятно связан и разброс при оценке прочностных характеристик, при этом существенную роль играет режим обработки поверхности пластин. Так, при переходе от шлифования к более тонкой обработке, например, к химической или химико-механической полировке наблюдается повышение предела прочности  $\text{InSb}$ ,  $\text{GaAs}$  как при 3-х так и при 4-х точечном плоско-поперечном изгибе (рисунок 1.5.1) [130].



а – трехточечная схема нагружения; б – четырехточечная схема нагружения

Рисунок 1.5.1 – Значения предела прочности монокристаллических образцов антимолида индия, ориентированных в плоскости (100) и прошедших разные виды обработки:

В ходе анализа методических работ по оценке механических свойств различных материалов особый интерес представляют исследования полимеров и керамики, которые обладают сопоставимым с полупроводниками уровнем механических свойств [131,132,133]. Так, механические испытания керамических материалов регламентируются как российскими, так и международными стандартами. А именно:

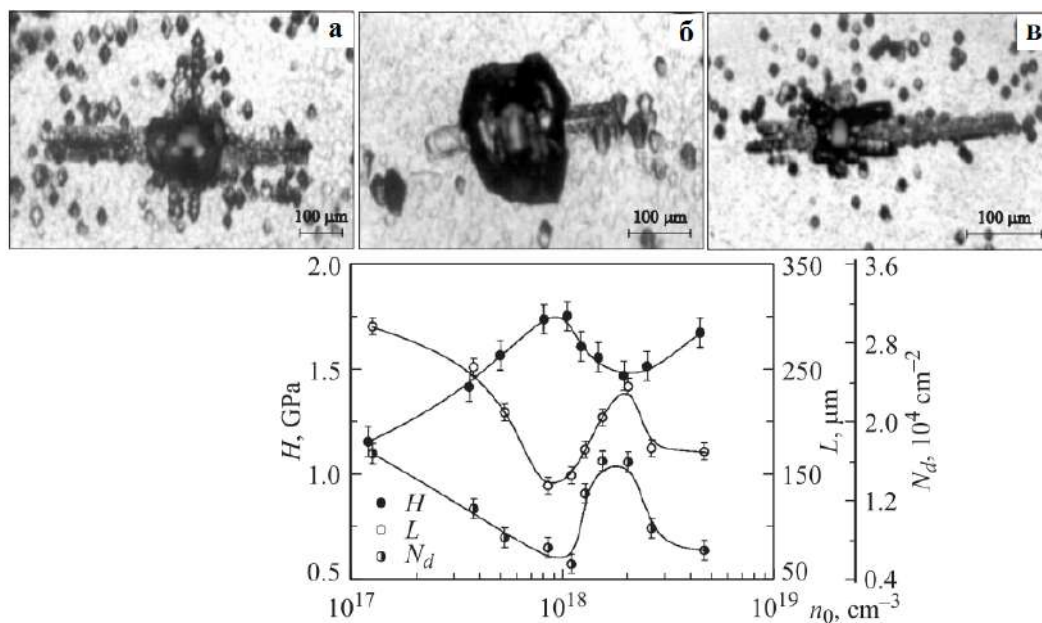
- методом испытания на сжатие керамических композитов при нормальной температуре (ГОСТ 57606- 2017 (ISO 20504:2006) и повышенной температуре (ГОСТ Р 57605-2017 (ISO 14544:2013));
- методом определения предела прочности при растяжении/сжатии, прочности на изгиб, стойкости к термоударам (материалы керамические электротехнические ГОСТ 24409-80);
- трещиностойкостью (вязкость разрушения) при испытании на 3-х и 4-х точечный изгиб (ISO 23146) [133].

Характерная для полупроводников высокая склонность к хрупкому разрушению определяет особую роль испытаний на микровдавливание. Сама величина микротвердости (H) является достаточно емкой характеристикой материала [134]. Отдельный интерес представляет исследование механических свойств материалов группы  $A^{III}B^V$  при помощи нанотвердомера. Обработка полученных данных при помощи методики Оливера и Фарра [135] с использованием полученных нагрузочно-разгрузочных кривых [126,136] позволяет оценить не только твердость, но также жесткость контакта и величину модуля Юнга

В ходе оценки масштабов неоднородности материала полезно также строить профили распределения значений микротвердости по сечению образца [137]. Так, на примере полос

технической меди было установлено, что знакопеременный изгиб приводит не только к повышению микротвердости, но и к появлению градиента ее распределения [138], а в [139] было произведена приблизительная оценка распределения азота по толщине листа

Для элементарных проводников установлена корреляционная зависимость между плотностью дислокаций ( $N_D$ ) и микротвердостью. Так, для монокристаллов Ge снижение плотности дислокаций с  $10^6 \text{ см}^{-2}$  до 0 приводит к снижению микротвердости с 700 до 500  $\text{кГ/мм}^2$  [140], а для монокристаллов Si зависимость  $H(N_D)$  наблюдалась только в интервале  $10^3 \dots 2 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$  [141], тогда как для монокристаллов InSb снижение плотности структурных дефектов приводит к повышению стойкости и к хрупкому разрушению и снижению микротвердости [142]. В свою очередь, существенное увеличение микротвердости пластин GaAs может также свидетельствовать о примесной неоднородности, отражающейся в градиенте концентрации свободных носителей заряда (рисунок 1.5.2) [143].



а –  $1,2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ ; б –  $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ; в –  $1,9 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$

Рисунок 1.5.2 – Концентрационные зависимости микротвердости  $H$ , длины лучей дислокационных розеток  $L$  и плотности ростовых дислокаций  $N_d$  в монокристаллах GaAs:Te

Отдельный интерес в рамках аттестации качества хрупких материалов, в связи с трудностью применения в производственных реалиях объемных испытаний [144,145] занимает метод оценки вязкости разрушения, состоящий в определении нагрузки, при которой в процессе микроиндентирования на поверхности материала возникают трещины. Построение графической зависимости числа отпечатков, растрескивающихся при нагрузке,

или среднего количества трещин от величины нагрузки позволяет ввести количественную меру хрупкости. На рисунке 1.5.3 представлена картина образования трещин вблизи поверхности монокристалла GaAs при воздействии индентора.

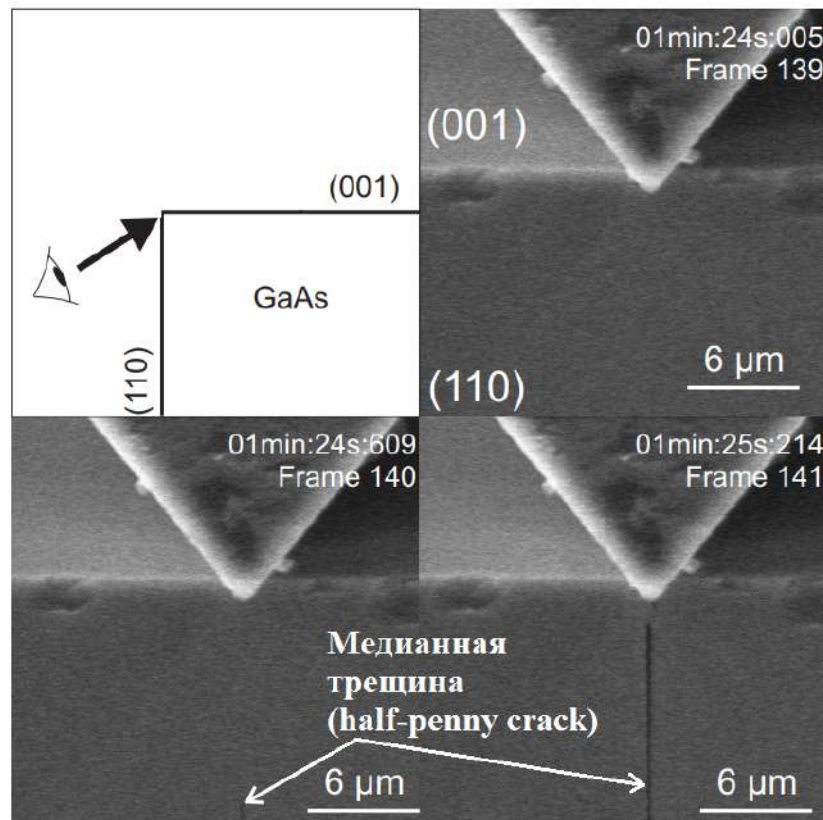
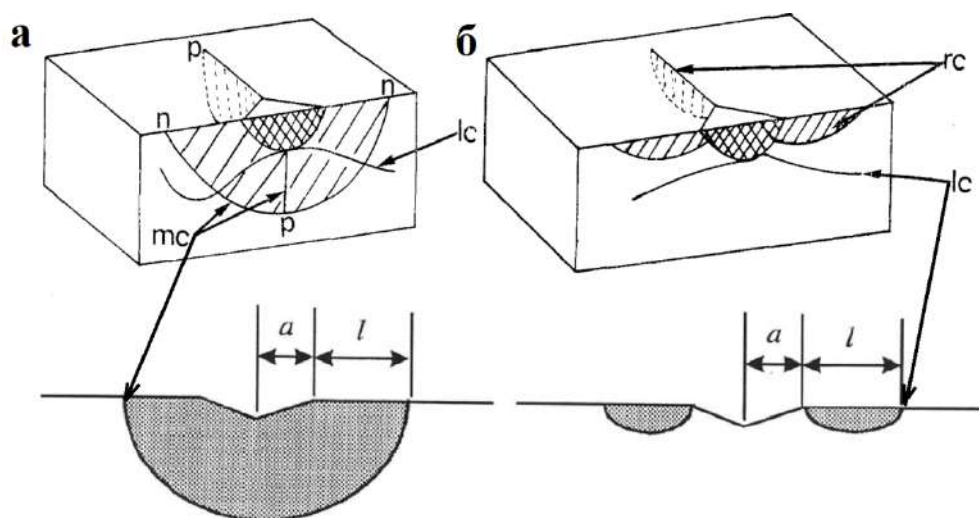


Рисунок 1.5.3 – Образование медианной трещины при воздействии индетора на поверхность образца [146]

Замечено, что с увеличением нагрузки на индентор Виккерса происходит переход к образованию скругленных трещин поперёк главных диагоналей отпечатка индентора – пирамидки Виккерса. Последующее нагружение приводит к тому, что трещины расширяются и пересекают свободную поверхность.

При снижении нагрузки радиальные трещины ( $r_c$ ) недостаточно сильно распространяются и в основном ограничены поверхностью образца - исходят из углов отпечатка (рисунок 1.5.4) и не распространяются ниже деформированной зоны. Они похожи на так называемые трещины Палмквиста/радиальные (Palmqvist cracks), наблюдаемые в твердых сплавах [147]. В свою очередь, при повороте образца относительно индентора, вязкость разрушения для трещин может изменяться [148].



а – медианная трещина (mc); б – радиальная трещина (rc)

Рисунок 1.5.4 – Классификация трещин, возникающих при воздействии индентора на поверхность монокристалла [132, 149]

Латеральные трещины зарождаются на границе деформированной области под индентором и проходят почти параллельно поверхности, как показано на рисунке 1.5.5. Зарождение «неглубоких» латеральных трещин происходит на контактных краях, а их распространение - вблизи поверхности, ограничивается трещинами Палмквиста [150,151].

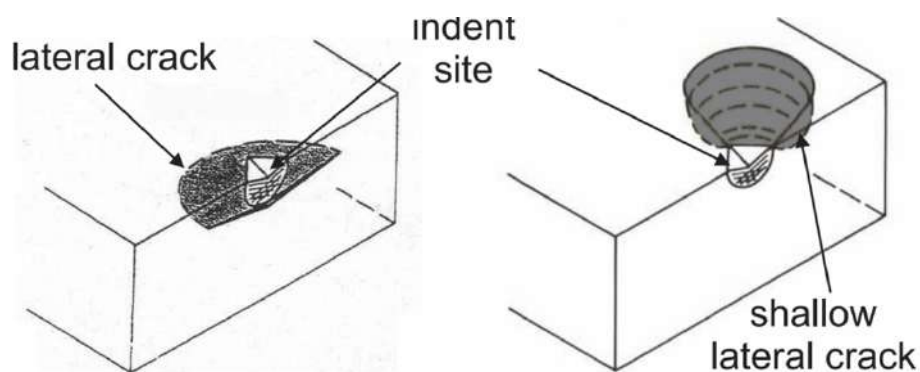


Рисунок 1.5.5 – Латеральные трещины, возникающие в ходе микроиндентирования

Термин «латеральные» (lateral crack) используется для обозначения подповерхностных трещин независимо от того, проходят ли они почти параллельно поверхности или нет, в частности, они могут иметь V-образную форму [152,153]. Слияние же латеральных трещин может приводить к образованию сколов и нежелательному удалению материала в процессе резки [154, 155].

## 1.6 Применение ретроспективного анализа баз данных производственного контроля

Традиционно под качеством материала понимают комплекс его свойств, определяющих способность удовлетворять установленные требования [156]. Трактовка понятия качества может быть разной. Например, предприятие-изготовитель зачастую оценивает качество материала эквивалентно уровню соответствия комплекса его свойств нормативной документации – техническим условиям, государственным и мировым стандартам, тогда как потребитель может понимать под качеством эффективность удовлетворения своих потребностей, что может включать в себя также и надежность конечного изделия (вероятность безотказной работы) [157]. Тем не менее, без четко определенной количественной меры качества невозможно дальнейшее устойчивое развитие любой производственной технологии.

Сложность технологической цепочки производства интегральных микросхем (ИМС) обуславливает важность учета возможности протекания разнообразных механизмов эволюции структурных дефектов (технологическая наследственность) в рамках достаточно широкого поля ее допуска, в связи с чем качество исходного материала (монокристаллической подложки) приобретает решающее значение. Так, например, в гетероструктурах GaAs-AlGaAs прораствание дислокаций из подложки в эпитаксиальные слои приводит к деградации мощности оптического излучения в процессе эксплуатации [158].

Цифровые средства мониторинга процесса роста монокристалла и промежуточного контроля его структурных и электрофизических параметров позволяют получать представительный объем экспериментальной статистики (рисунок 1.6.1), что определяет эффективность применения инструментов ретроспективного анализа для выявления критических факторов технологии, определяющей качество выпускаемой продукции.



Рисунок 1.6.1 – Общая структура обработки данных в информационной системе полупроводникового производства [159]

Под ретроспективным анализом понимают пассивный эксперимент в  $K$ -мерном пространстве параметров производственного процесса ( $\xi_k$ ) или, другими словами, сквозной анализ технологии - от исходного материала до конечного продукта. Эффективность такого подхода уступает активному эксперименту (поиск зависимости качества материала  $\gamma$  от  $\xi_k$ , в пределах поля допуска  $[\xi_k^{min}; \xi_k^{max}]$ , по отклику  $\delta\gamma_i$ , однако различный порядок материальных затрат обуславливает сохранение интереса к «раскопкам» данных [160,161].

Наибольшее распространение при решении такого рода задач получили методы, в основе которых лежат допущения о едином пространстве и гауссовом (нормальном) распределении параметров. Примером может служить расчет коэффициентов возможностей производства и индекса воспроизводимости процесса, применяемый в рамках оптимизации технологии изготовления радиоэлектронной аппаратуры [1], а также дисперсионный анализ, который, в частности, был использован в рамках исследования влияния качества материала на значения спектральной характеристики матричных фотоприемных устройств (МПФУ) [162]. При этом, зачастую, по умолчанию предполагается если не нормальное, то, по крайней мере, симметричное распределение значений в системе «параметры процесса-параметры материала» [163].

Однако на практике применение классической статистики для поиска критических факторов технологии и использование принципа управления качеством металла «по возмущению» может быть ограничено в связи с отсутствием единого пространства. Отсюда интерес к поиску областей с доминирующим типом зависимости, иными словами, поиску оптимальной плоскости  $\xi_1$ - $\xi_2$  для проекции зависимости качества материала от параметров

процесса. С этой целью для анализа массивов данных производственного контроля эффективным оказалось применение методов непараметрической статистики и приемов когнитивной графики (рисунок 1.6.2).

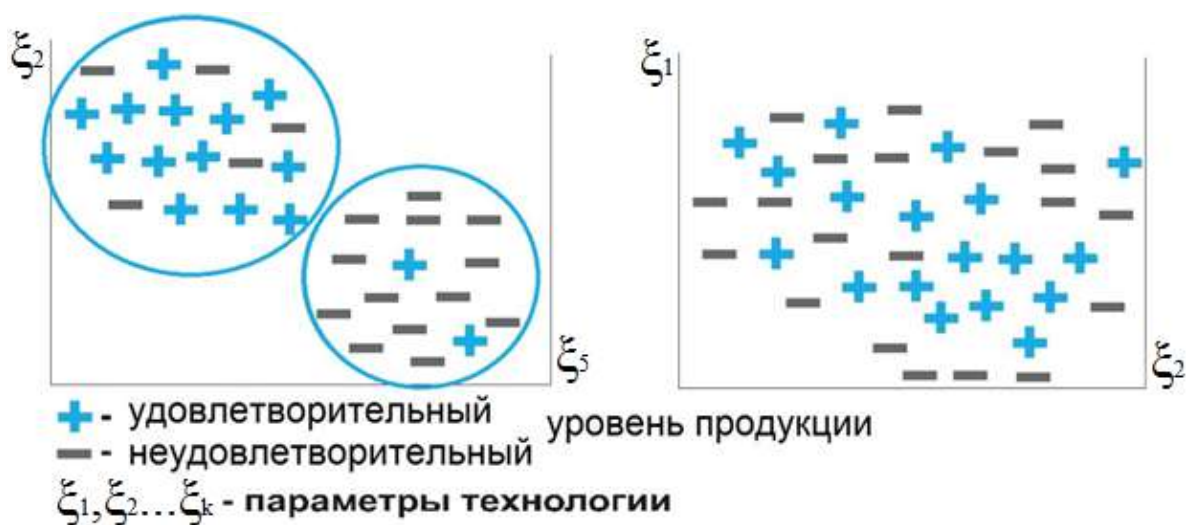


Рисунок 1.6.2 – Разбиение множества точек

В частности, для выявления «предельных зон» изменения параметров технологии, определяющих, например, получение листа из стали 09Г2С со значениями ударной вязкости, соответствующими левому и правому «хвостам» гистограммы её генерального распределения, строились приведенные на рисунке 1.6.3 двухпараметрические графики. Расслоение облаков точек указывало на наличие подобластей изменения параметров технологии (в пределах поля допуска), ответственных за снижение ударной вязкости («зона риска») [164].

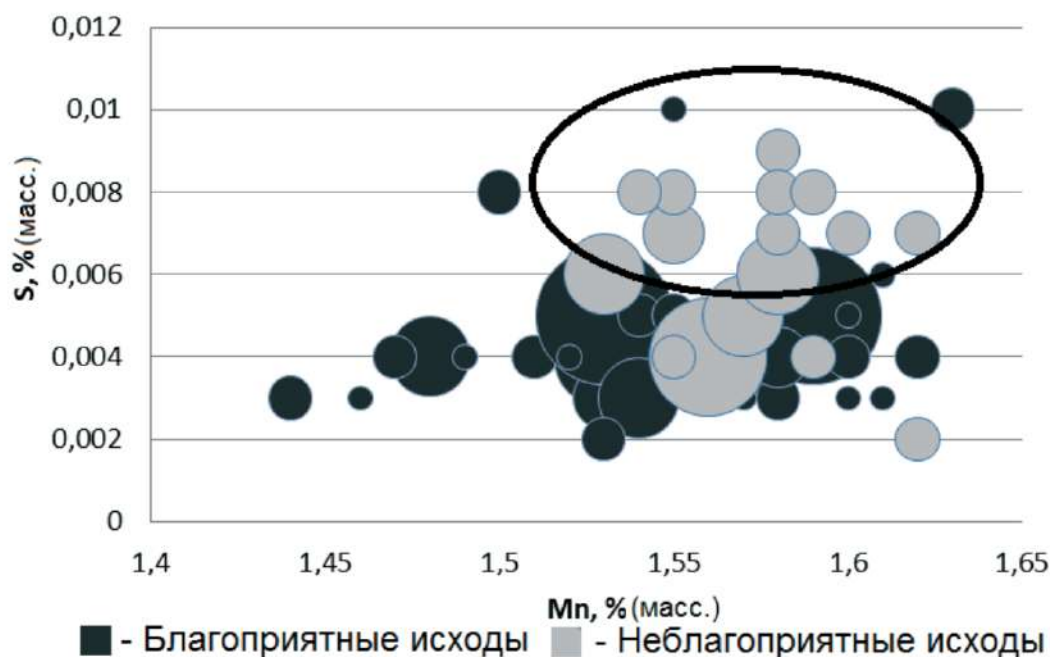


Рисунок 1.6.3 – Пример использования когнитивной графики для выделения областей с доминирующим типом зависимости [164]

Такой пассивный эксперимент: анализ баз данных производственного контроля процесса и продукта с последующей проверкой полученных зависимостей прямыми наблюдениями и измерениями дислокационных структур в реперных точках позволяет оценить закономерности проявления технологической наследственности в рамках исследуемой технологии. Для объективной оценки значимости обнаруженных различий между выборками полезно использовать методы непараметрической статистики, например, критерий Колмогорова-Смирнова.

Процесс выращивания полупроводниковых монокристаллов и получения пластин на их основе является отдельным звеном протяженной производственной траектории разработки интегральных схем, однако даже в рамках сравнительно-локальной технологической цепочки колебание параметров в пределах поля допуска может оказывать существенное влияние на качество конечного продукта. Часто именно «неблагоприятные» траектории представляют особый интерес, так как здесь негативный эффект технологической наследственности проявляется наиболее отчетливо. Так, влияние чистоты исходной шихты может определять не только уровень электрофизических свойств подложки, но и устойчивость монокристаллического роста – вероятность возникновения в кристалле двойниковых границ, зачастую возникающих в связи с захватом растущей гранью постороннего включения [165].

## 1.7 Выводы по аналитическому обзору литературы

В связи с активным развитием и расширением сферы применения твердотельной электроники все более актуальным становится исследование не только традиционных электрофизических параметров, но и оценка стойкости изделий, в частности, полупроводниковых материалов, к сопротивлению внешним силовым воздействиям. Данное обстоятельство немаловажно и в процессе производства полупроводниковых монокристаллов. Весь комплекс электрофизических и механических свойств определяется структурой материалов. Наличие широкого спектра траекторий технологии полупроводниковых материалов в пределах поля допуска технологии их получения приводит к различиям в геометрии структуры и вариации свойств соответственно. В этой связи есть необходимость оценки соответствия структур и свойств, однако возможности измерения различий в геометрии строения структур, в т.ч. в пределах отдельного поля наблюдения ограничены. Есть сложности в оценке сопротивления полупроводниковых материалов разрушению, как среды с неоднородной структурой.

Если неоднородность структур есть следствие неоднородности технологии, тогда ретроспективный анализ существующих баз данных производственного контроля процессов получения полупроводниковых монокристаллов может выявить факторы технологии, ответственные на разброс свойств. Однако в научно-технической литературе упоминания об успешном применении тех или иных статистических процедур в данной области достаточно редки. Имеющийся опыт таких «раскопок данных» в смежных областях, связанных с производством материалов, указывает на связь процедур со статистической природой исследуемых объектов, существенной ролью технологической наследственности, характерной для производства материалов.

Метод избирательного травления (оптической световой микроскопии) является незаменимым в производственных реалиях, а также позволяет выявлять структурные дефекты различной природы, но в своем традиционном варианте несет скорее качественный характер. Цифровая обработка изображений позволяет повысить объективность получаемых результатов измерений структур. Данный подход позволяет сформировать алгоритм выделения информативных элементов изображений, и, как результат, возможность массовых измерений в масштабах образца (пластины).

## 1.8 Постановка задачи исследования

– Разработка методов количественного анализа структуры полупроводниковых монокристаллов, обеспечивающих определение вклада ямок травления различной природы, а также неоднородности их размещения в комплекс физических и механических свойств материала;

– Разработка методов неразрушающего контроля электрофизических свойств и величины их разброса в масштабах исследуемого образца (пластины);

– Предложить алгоритм анализа баз данных производственного контроля, обеспечивающего выявление критических производственных факторов (или их сочетаний) в пределах поля допуска, ответственных за предельные характеристики монокристаллов группы  $A^{III}B^V$ , выращиваемых методом Чохральского.

– Разработка методов исследования механических свойств полупроводниковых монокристаллов на основе анализа системы трещин, возникающих при воздействии индентора на поверхность материала при различных нагрузках.

## Глава 2. Материалы и методы исследования

Монокристаллы InSb, легированные Te и Ge, были также выращены по методу Чохральского в направлениях  $[100]$ ,  $[112]$ ,  $[111]$ , в вакууме ( $\sim 2 \cdot 10^{-1}$  мм.рт.ст.). На рисунке 2.1 представлена принципиальная схема теплового узла ростовой печи

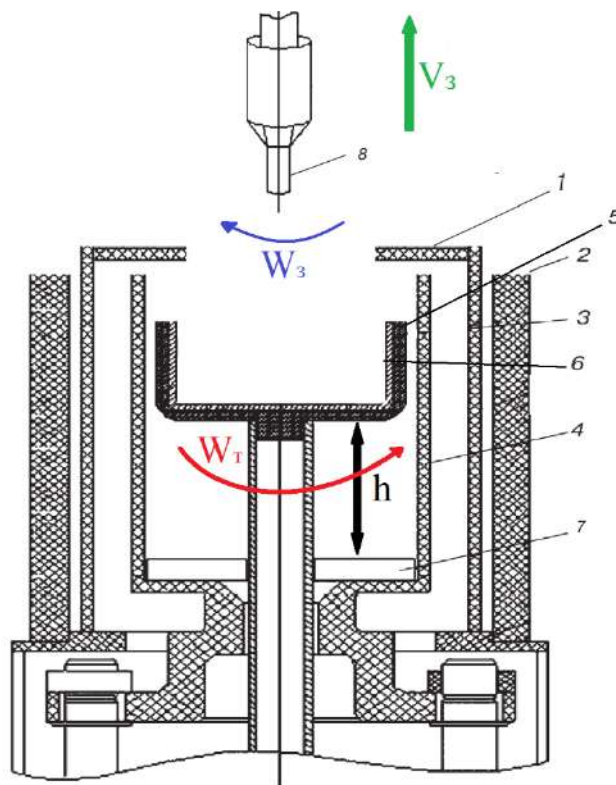
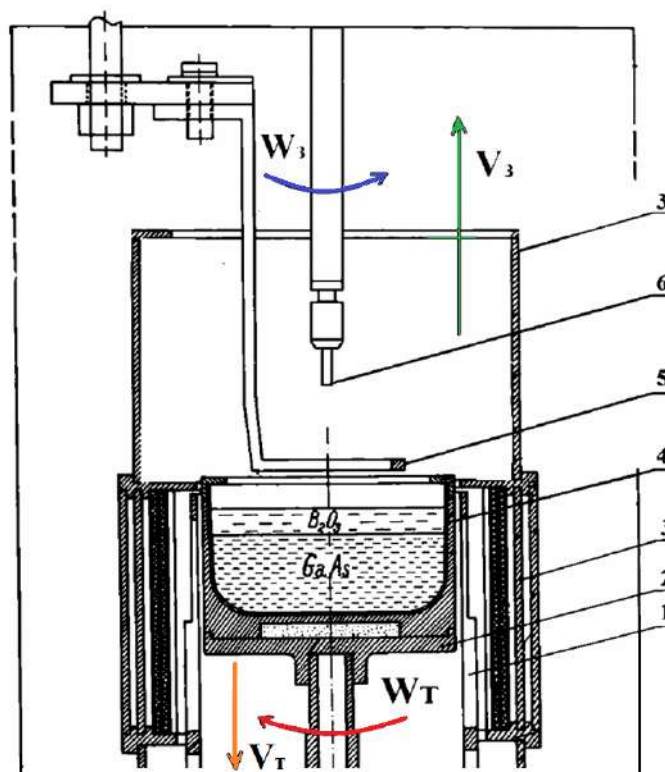


Рисунок 2.1 – Принципиальная схема теплового узла ростовой печи

1,2,3 – внутренний вертикальный экран; 4 –нагреватель; 5 – подставка для тигля; 6 – рабочий тигель; 7 –прокладка; 8 – затравочный кристалл.

$V_3$  – скорость перемещения затравочного кристалла;  $W_3, W_1$  – скорость вращения затравки и тигля с расплавом;  $h$  – высота [166]

Монокристаллы GaAs, легированные Te, Zn, Si, диаметром 40 ... 55 мм, выращены методом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава (LEC) в кристаллографическом направлении  $[100]$  и  $[111]$  в атмосфере аргона (атм.). Фиксировались температурные и динамические параметры процесса выращивания:  $W_3, W_1$  – скорость вращения затравки и тигля с расплавом;  $V_3, V_1$  – скорость перемещения затравочного кристалла и тигля;  $h$  – высота; тигля;  $T_{он}$  – температура основного нагревателя; ток на фоновом нагревателе ( $J_{фн}$ ) для GaAs (рисунок 2.2) [167].



1 – основной нагреватель, 2 – подставка, 3 – вертикальный экран; 4 – тигель с расплавом; 5 – фоновый (дополнительный) нагреватель; 6 – затравочный кристалл;

$V_T$  – скорость перемещения тигля

Рисунок 2.2 – Принципиальная схема теплового узла ростовой печи

Для снятия ростовых напряжений выращенные монокристаллы были подвергнуты термической обработке (таблица 2.1)

Таблица 2.1 – Режимы термической обработки монокристаллов

Материал	Атмосфера	Температура, °С/время выдержки, ч	Режим охлаждения, °С/мин
InSb	Вакуум ( $5 \cdot 10^{-2}$ - $2 \cdot 10^{-1}$ мм.рт.ст.)	550 (20 мин) шаг 50 до 200	скорость 10...5 °/мин 1,66 °/мин
GaAs	Навеска мышьяка, вакуум	0,8 Тпл. 12ч	1,66 °/мин

Резка контрольных образцов производилась алмазным диском с внутренней режущей кромкой на станках «Алмаз-6» и «Алмаз-4», предназначенных для резки кристаллов различного диаметра. Скорость вращения диска составляла 600 оборотов в минуту, а скорость подачи кристалла 2 мм/мин.

Разделение монокристаллов GaAs на пластины проводили с помощью многопроволочной резки на установке Takatori с использованием свободного абразива при толщине проволоки 160 мкм, натяжении роликов 20Н, шаге витков от 900 до 1300 мкм и скорости их движения 300 м/мин [168]. Параметры поверхности пластин, их разнотолщинность (Total Thickness Variation – (TTV)) и шероховатость (среднее арифметическое отклонение профиля ( $R_a$ )), были исследованы на установке контроля поверхности «Микропроф».

Химические составы травителей и режим обработки поверхности (пробоподготовки) пластин представлены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Химические составы травителей и режим обработки поверхности [20]

Материал	Направление выращивания	Шлифование	Химическое полирование	Избирательное травление
GaAs	[100]	Абразив М-10, М-7	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O (3:1:1) 20-25 с., T = 20 °C	KOH, 7мин. при T = 450°C
	[111]		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O (3:1:1) 20-25 с., T = 20 °C	
InSb	[100]		CP-4 (HNO <sub>3</sub> , HF, CH <sub>3</sub> COOH (5:3:3)) 7-10 с., T = 20 °C	HCl:H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 2:1 5 мин
	[112]		CP-4 (HNO <sub>3</sub> , HF, CH <sub>3</sub> COOH (5:3:3)) 7-10 с., T = 20 °C	
	[111]			

Рентгеноструктурный анализ проводился на рентгеновском дифрактометре «Дрон-3» с использованием медного излучения и параметрами 30 кВ и 10 мА в рабочем режиме со скоростью 2 °/мин с шагом 5 секунд и экспозицией 0,15 с. Кривые качания строились в диапазоне 3 градусов от табличного значения дифракционного угла  $\theta$  для исследуемых пластин. Картирование производилось на основе поточечного анализа геометрии кривых качания (интенсивности и уширения дифракционных максимумов) с использованием библиотеки (matplotlib) Python, что позволило представить полученные данные в виде изображения.

Панорамное изображение дислокационных фигур травления в плоскости шлифа получали сшивкой отдельных кадров (при увеличении от 50 до 100 крат) в программном пакете Thixomet. Испытания на микротвердость экспериментальных образцов были проведены на микротвердомере Tukon 1102. Установка Tukon работает по методу Виккерса (индентор в виде алмазной пирамиды) при нагрузках 10г...1000г [169].

Электрофизические измерения проводились с использованием стандартной четырехконтактной геометрии (метод Ван дер Пау). Контакты припаивались оловом в торец

по углам образца. На каждой стороне двустороннего держателя монтировалось по одному образцу. Держатель с образцами помещался в зазоре между полюсами сердечника электромагнита перпендикулярно направлению вектора магнитной индукции. Измерения удельного электрического сопротивления проводились в отсутствие магнитного поля; ЭДС Холла измерялась при значении индукции магнитного поля  $B = 0,5$  Тл; значение силы тока через образец составляло 200 мА [170,171]

Спектры отражения записывались с помощью фурьеспектрометра Tensor 27 в интервале волновых чисел  $340 < \nu < 1500$  см<sup>-1</sup> (разрешение 2 см<sup>-1</sup>) и вакуумного фурьеспектрометра BRUKER IFS66v/s в интервале волновых чисел  $50 < \nu < 1200$  см<sup>-1</sup> (разрешение 4 см<sup>-1</sup>); угол падения был близок к углу нормального падения и составлял не более 13° с нормалью. Полученный спектр отражения обрабатывался с помощью соотношения Крамерса-Кронига; определялись спектральные зависимости действительной,  $\epsilon_1$ , и мнимой,  $\epsilon_2$ , частей комплексной диэлектрической проницаемости  $\epsilon = \epsilon_1 + i\epsilon_2$ , после чего вычислялась функция потерь:

$$LF = \text{Im}\left(-\frac{1}{\epsilon}\right) = \frac{\epsilon_2}{\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2}. \quad (2.1)$$

На рисунке 2.3 представлен типичный спектр отражения образца n-GaAs, легированного кремнием (кривая 1) и соответствующая функция потерь -  $LF = \epsilon_2 / (\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2)$  (кривая 2).

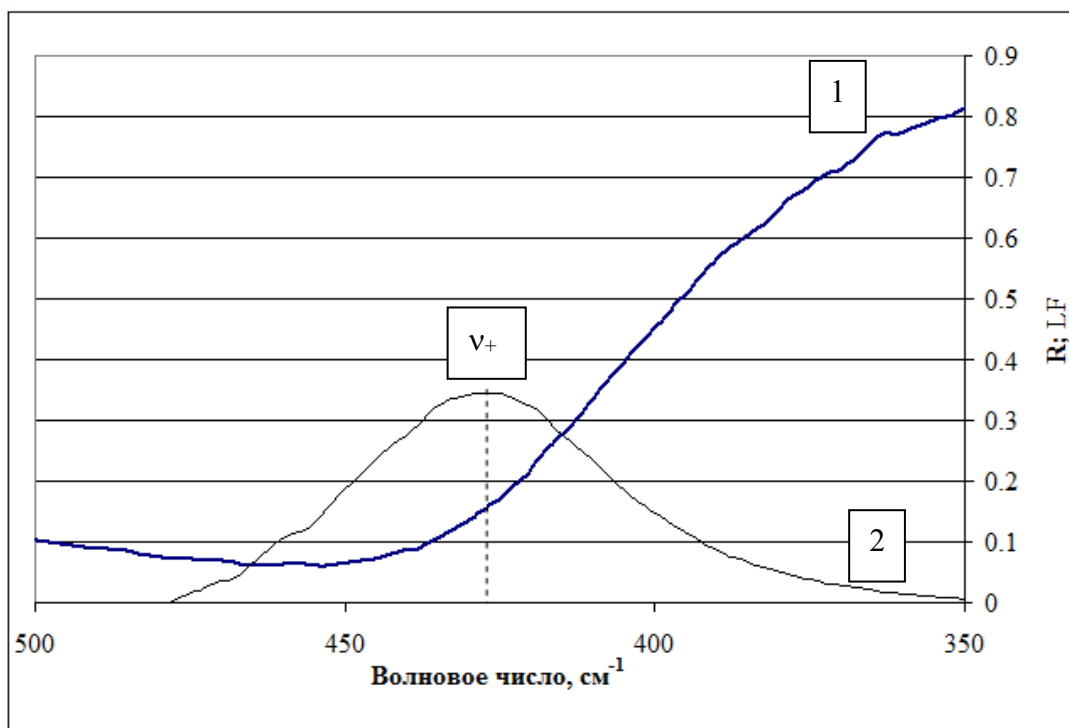


Рисунок 2.3 – Спектр отражения образца n-GaAs, легированного кремнием ( $N_{\text{отт}} = 1.30 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$ ) (кривая 1) и функция потерь LF (кривая 2). Вертикальной линией обозначено значение характеристического волнового числа  $\nu_+$  (соответствует максимуму функции потерь).

Частотная зависимость этой функции имеет характерный колоколообразный вид. Её максимум соответствует характеристической частоте (волновому числу), определяя который, вычислялись значение КСНЗ.

Объектом ретроспективного анализа была база данных производственного контроля штатной технологии выращивания монокристаллов GaAs методом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава (LEC) в кристаллографическом направлении  $[100]$ .

База данных представляла собой матрицу, количество строк в которой соответствовало количеству выращенных монокристаллов (168 штук), а число столбцов – числу фиксируемых параметров процесса и материала (6 и 8 соответственно).

Аттестация качества проводилась в соответствии с принятым регламентом на пластинах, отрезанных перпендикулярно направлению выращивания от начала и конца монокристалла [167]. Процедура ретроспективного анализа включала в себя построение корреляционных и регрессионных моделей, гистограмм, разрядность ( $k$ ) которых определялась минимумом среднеквадратичного отклонения найденного распределения от истинного, что достигается при  $k \approx N^{1/3}$ , где  $N$  – объем экспериментальной выборки [172,173]. Вид распределений значений параметров технологии и продукта оценивали по

величинам коэффициентов асимметрии  $A_s$  и эксцесса  $E_s$  соответствие нормальному виду распределения - по критерию согласия Смирнова, а степень связи между двумя переменными  $\gamma_i$  и  $\xi_k$  на основе парного коэффициента корреляции  $|\Gamma_{xy}|$  - по шкале Чеддока. [174].

## Глава 3. Количественное описание изображений структур

### 3.1 Анализ поля яркости панорамных изображений

На панорамном цифровом изображении дислокационной структуры в оттенках серого (рис. 2) каждому пикселу соответствует свое значение интенсивности яркости  $I$  (от 0 до 255), что определяет поле яркости изображения в целом. Дислокационным ямкам травления соответствует пониженный, по сравнению со светлым фоном, уровень яркости. Отсюда возможно представление изображения в бинарной форме (матрица вида «1-0», где ямке отвечает «0», а фону – «1») с последующим измерением геометрии ямок (включая их размещение на шлифе) в масштабах исследуемой пластины (рисунок 3.1) [22].

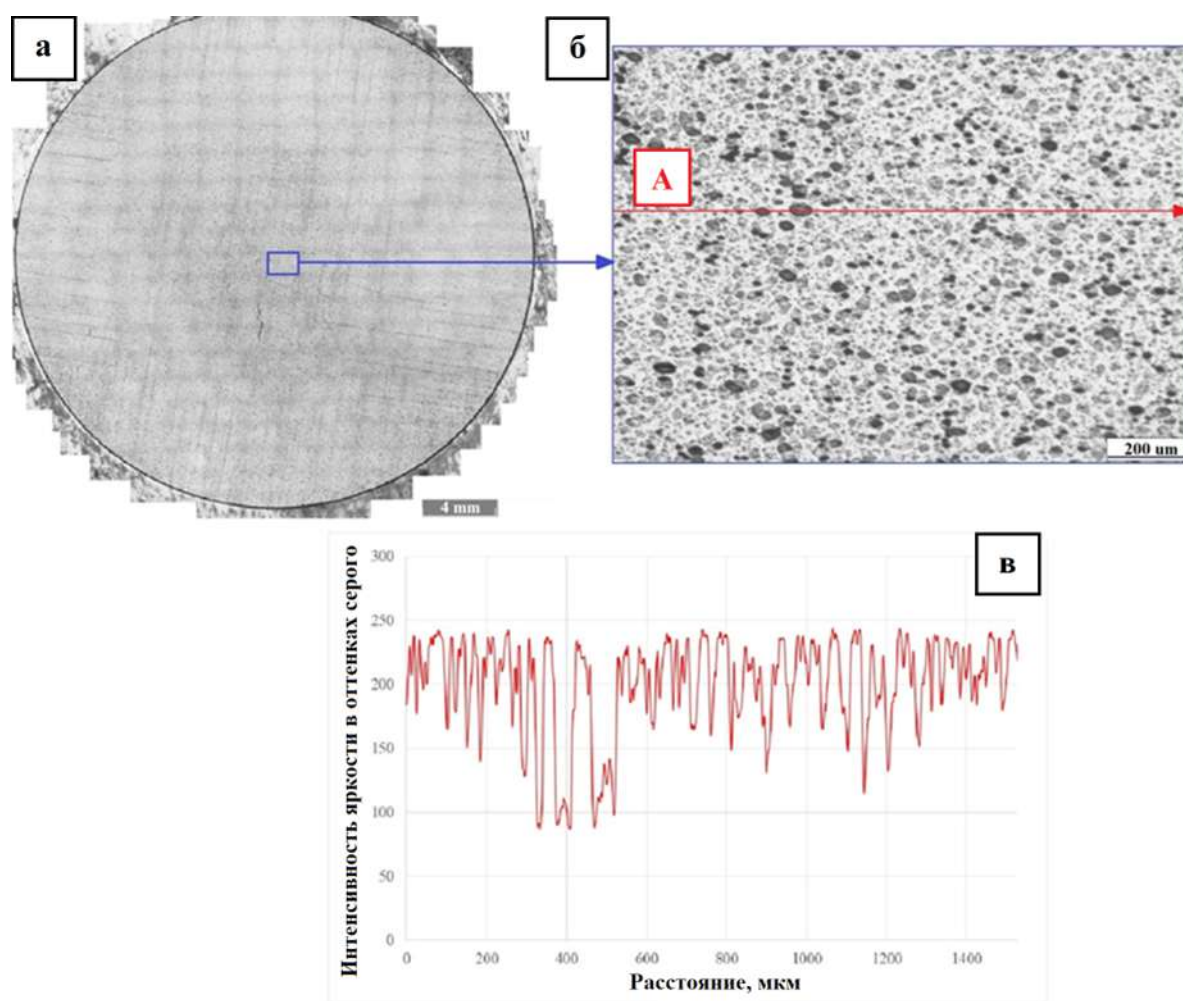


Рисунок 3.1 – Панорамное изображение ямок травления в GaAs (100) (а), в т.ч. при большем увеличении (б); распределение интенсивности яркости пикселей вдоль секущей А (в).

Однако при формировании панорамного изображения возможно появление дополнительных аномалий поля яркости, в частности связанных с образованием более

темной «сетки» в местах наложения отдельных кадров при их совмещении (см. рисунок 3.1). Масштаб сопутствующих искажений поля яркости изображения оценивали, сопоставляя статистику распределения значений интенсивности яркости в каркасе сетки и её ячейках (кадрах): 1-4 (рисунок 3.2).

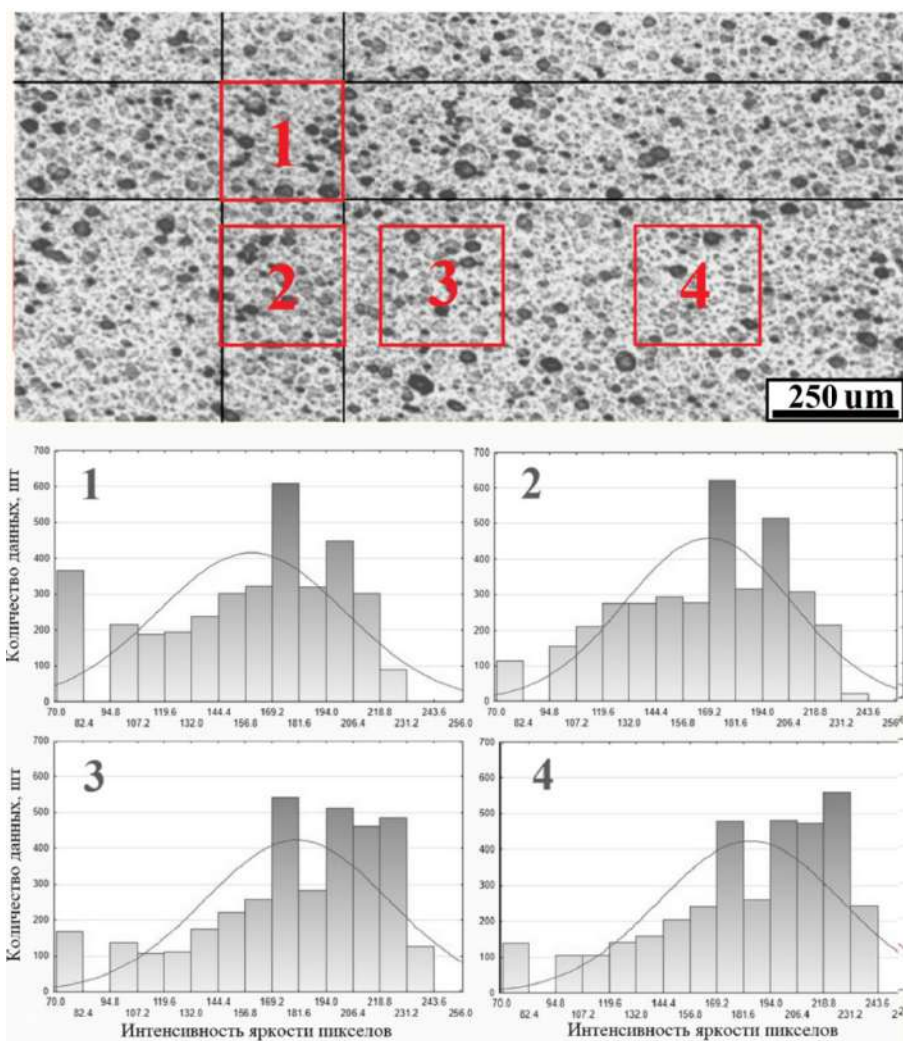


Рисунок 3.2 – Распределение значений интенсивности яркости изображений картин травления на четырех фрагментах поля зрения (1 и 2 - каркас сетки, 3 и 4 её ячейка) поверхности GaAs(100).

Выявлены отличия в виде распределения значений интенсивности яркости пикселей в ячейках и каркасе, что подтверждается значениями коэффициентов асимметрии и эксцесса. Более светлому уровню ячейки соответствовало большее отклонение значений коэффициентов асимметрии от нуля (признак нормального распределения) – левосторонняя асимметрия ( $A_s = -0,82 \dots -0,84$ ), при остром пике распределения, близком к нормальному распределению ( $E_s = -0,05 \dots -0,09$ ). Для распределения значений коэффициентов эксцесса каркаса соотношение  $A_s$  и  $E_s$  было обратным:  $-0,45 \dots 0,49$  и  $-0,57 \dots -0,78$  соответственно [22].

Отличие средних значений интенсивности пикселей в каркасе и ячейке было заметным:  $159 \pm 43$  ...  $169 \pm 39$  и  $180 \pm 42$  ...  $184 \pm 42$  соответственно. Значимость различия (несмотря на перекрытие полей ошибок средних величин по выборкам) подтверждалась результатами проверки гипотезы по критерию Стьюдента, его экспериментальные значения  $t_{\text{эсп.}}$  были не менее 2,585, что превышало его табличное значение  $t_{\text{табл.}} = 2,021$  при уровне риска  $\alpha = 0,05$  (объем выборки 3600 ед.).

Такое различие в полях яркости отдельных фрагментов панорамного изображения неизбежно должно осложнить выбор критериев бинаризации. В связи с его «сетчатой» конфигурацией трудности будут даже при применении наиболее распространенного критерия - по степени визуального соответствия исходного и бинарного изображения. Очевидно, что объективный выбор уровня бинаризации должен учитывать закономерности формирования поля яркости исследуемых изображений. С этой целью были проведены секущие в пределах фона и ямок соответственно. Гистограммы распределения значений интенсивности яркости отдельных пикселей, соответствующих ямкам травления на поверхности GaAs (100) и фону (для каркаса и ячейки сетки) были сопоставлены в единых координатах (рисунок 3.3) [22].

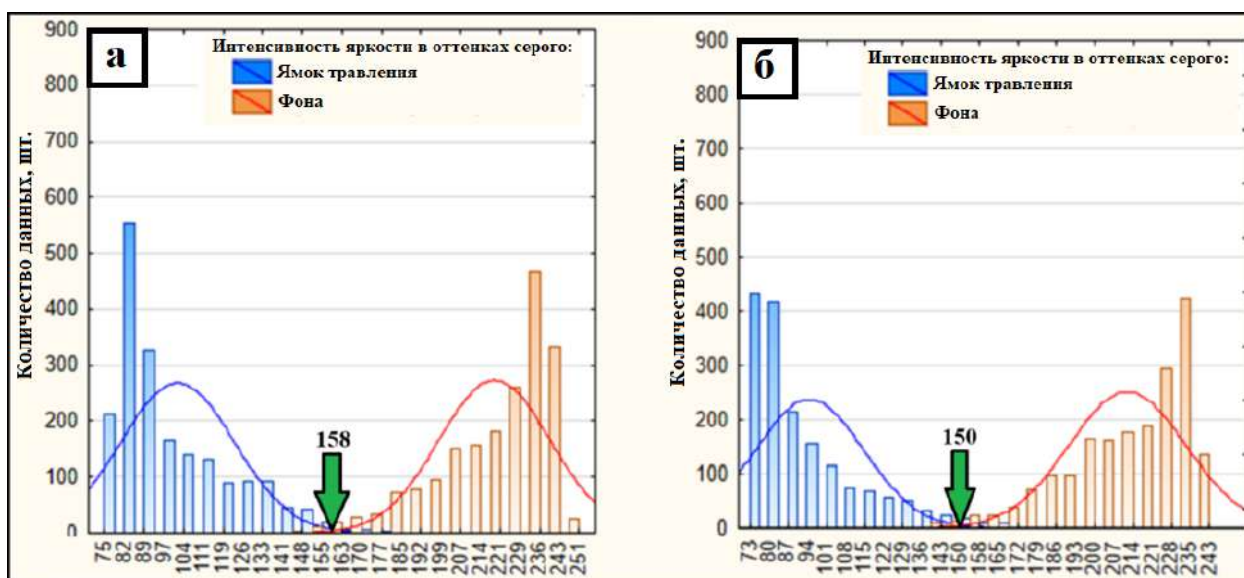


Рисунок 3.3 – Распределение значений интенсивности яркости в оттенках серого для ямок и фона в ячейке сетки (а) и её каркасе (б)

Показано, что пересечению гистограмм распределения значений яркости фона и ямок в ячейке и каркасе соответствует интервал яркости 150 и 158 единиц серого соответственно. Очевидно, что ему принадлежит искомое значение порога бинаризации. Для однозначной идентификации порогового значения (контраста) в пределах данного интервала фрагменты изображения, «вырезанные» из каркаса и ячейки панорамы, были

переведены в бинарный вид, при уровне контраста, соответствующего граничным и медианным значения найденного интервала – 150, 154, 158 оттенков серого (рисунок 3.4) [22].

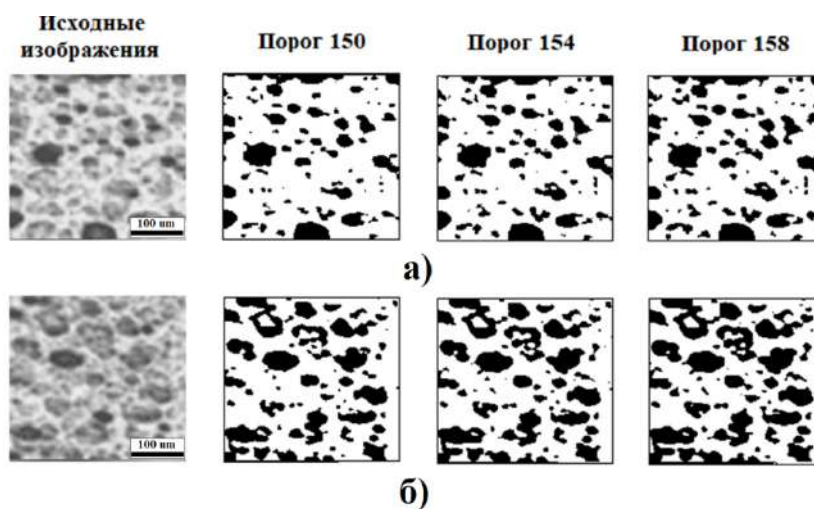


Рисунок 3.4 – Влияние различий в уровне порога бинаризации на морфологию ямок травления после пороговой бинаризации: фрагменты ячейки (а) и каркаса (б) панорамного изображения

Полученным бинарным изображениям отвечали гистограммы распределения величин площадей темных объектов – ямок травления (рисунок 3.5).

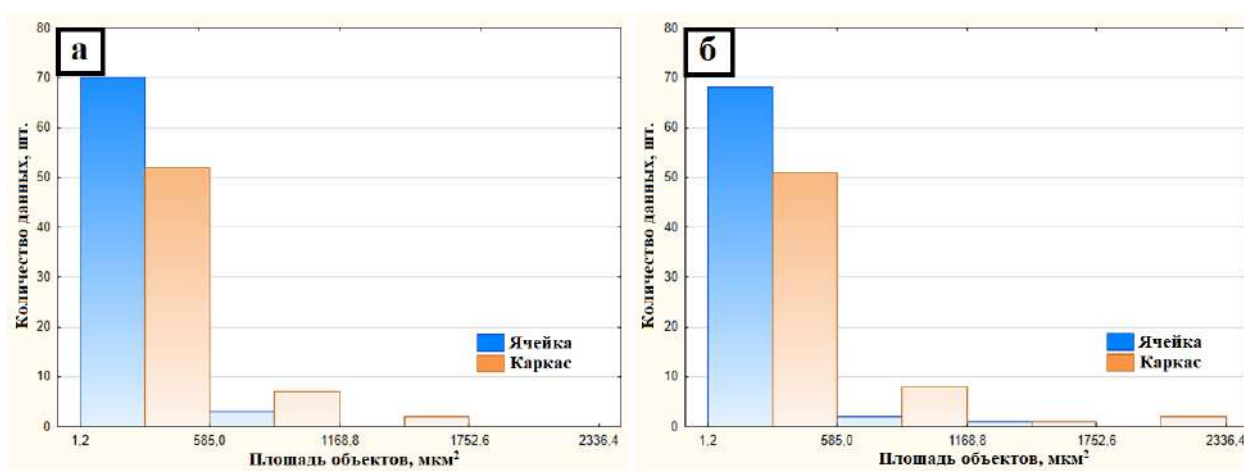


Рисунок 3.5 – Гистограммы распределения величин площадей темных объектов с привязкой к фрагментам ячеек и каркаса панорамного изображения ямок травления на шлифе при пороге бинаризации 150 (а) и 158 (б) оттенков серого

Установлено, что распределения значений средних площадей темных объектов в ячейках и каркасе, как и распределения их интенсивности яркости, отличны друг от друга. Более светлому уровню ячейки соответствовало большее отклонение значений коэффициентов асимметрии от нуля - правосторонняя асимметрия ( $A_s = 3,27...2,88$ ) и высокая островершинность, снижающаяся с увеличением порога бинаризации ( $E_s = 12,18...9,63$ ). Для распределения значений коэффициентов эксцесса площадей темных объектов каркаса соотношение  $A_s$  и  $E_s$  было обратным:  $2,16...2,73$  и  $4,82...7,98$  соответственно. При кратном увеличении площади исследуемого изображения, характеризуемой объемом выборки, изменяются значения коэффициентов асимметрии и эксцесса, но внешний вид гистограммы распределения принципиально не меняется – наблюдается правосторонняя асимметрия при остром пике распределения (рисунок 3.6). Так, при увеличении объема выборки с 70 до  $2,6 \cdot 10^5$  (в  $3,7 \cdot 10^3$  раз),  $A_s$  увеличивается в  $\sim 40$  раз, когда как  $E_s$  в  $\sim 2,6 \cdot 10^3$  раз, что определенно связано с различием темпов роста количества мелких объектов (шумов и артефактов травления) в сравнении с объектом интереса – ямками травления и их скоплениями [22].

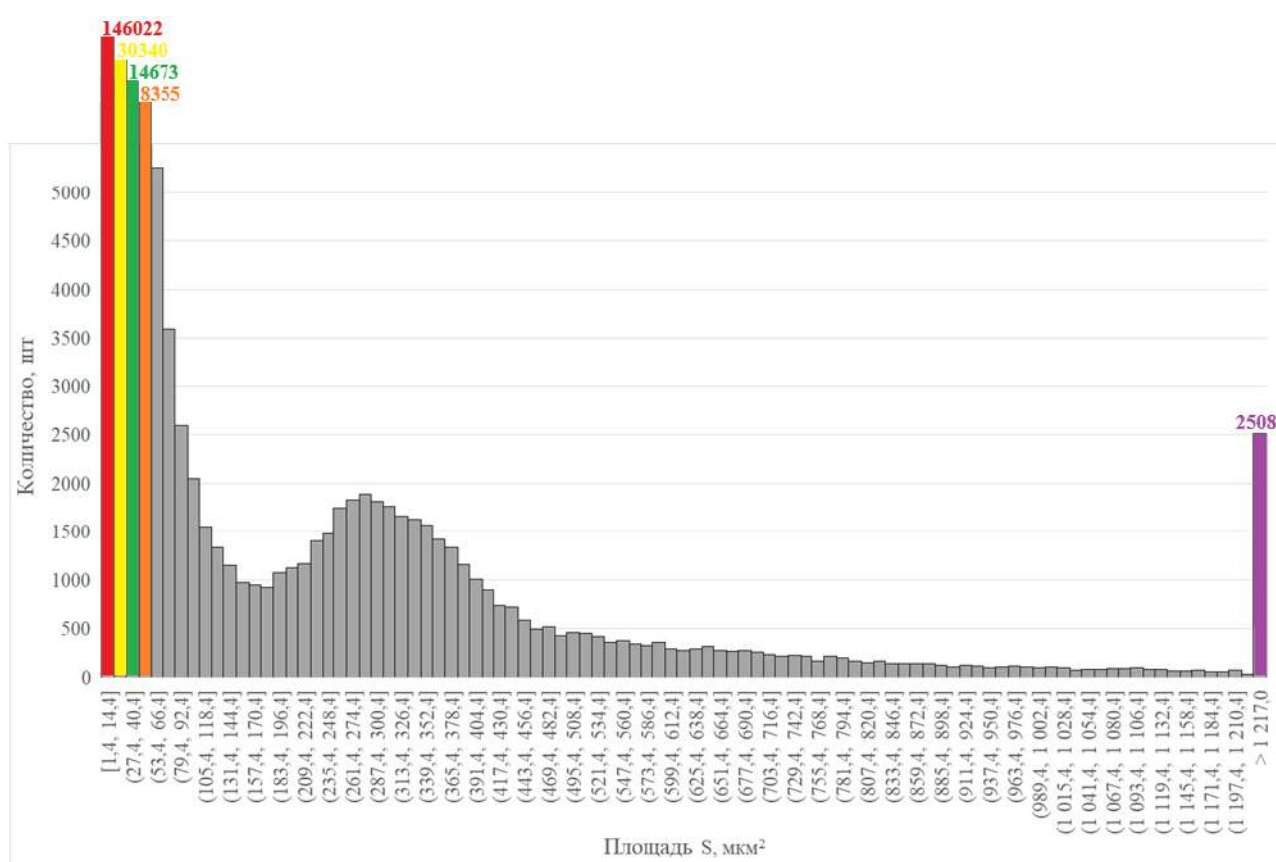
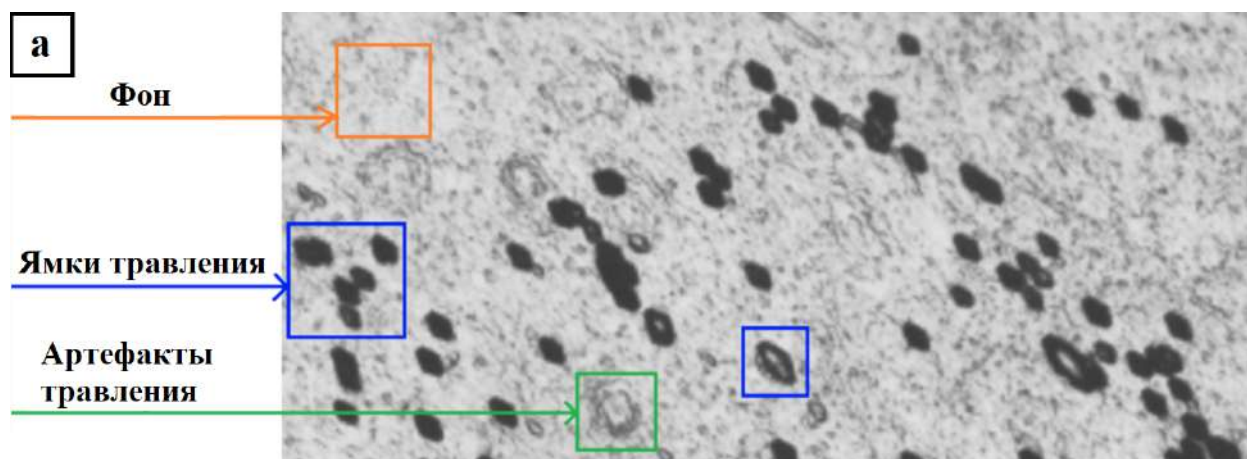


Рисунок 3.6 – Гистограммы распределения величин площадей темных объектов для панорамного изображения

В связи высокой асимметрией распределений экспериментальных выборок при проверке гипотез об их различии или сходстве может оказаться не вполне корректным использование их средних значений (и критерия Стьюдента соответственно). Так, например, в нашем случае применение критерия Стьюдента показало, что исследуемые выборки относятся к одной совокупности ( $t_{\text{эксп}} < 0,722$ ;  $t_{\text{табл.}} = 1,98$ ;  $\alpha = 0,05$ ). Однако применение непараметрического критерия Смирнова, не зависящего от вида распределения [175,176], привело к противоположному выводу: его экспериментальные значения  $t_{\text{эксп.}}$  были не менее 2,116, что превышало табличное значение  $t_{\text{табл.}} = 1,358$  при уровне риска  $\alpha = 0,05$  (объем выборки  $\sim 70$ ). Данное обстоятельство необходимо учитывать при цифровых измерениях структур в материаловедении, где достаточно часто наблюдается отклонение вида распределения значений тех или иных параметров геометрии структуры от нормального (симметричного) вида.

Из полученных результатов следует, что последовательное повышение порога бинаризации со 150 до 154 и до 158 оттенков серого сопровождается двумя процессами: образованием новых темных объектов вследствие достижения их нижней границы интенсивности яркости и увеличением размеров, ряда уже существующих объектов, с возможностью объединения некоторых из них в один. При этом, как следует из рис.6, количество крупных ямок травления (площадью более  $900 \text{ мкм}^2$ ) от их общего числа было невелико - менее 1,8%, но при этом занимаемая ими доля черного для ячейки и каркаса составила 9-14 и 7-11 % соответственно [22].

Установлено, что кроме ямок травления и фона на исследуемых изображениях присутствуют артефакты травления (рисунок 3.7), появление которых может быть связано с дефектами, возникающими в ходе абразивного шлифования поверхности пластины.



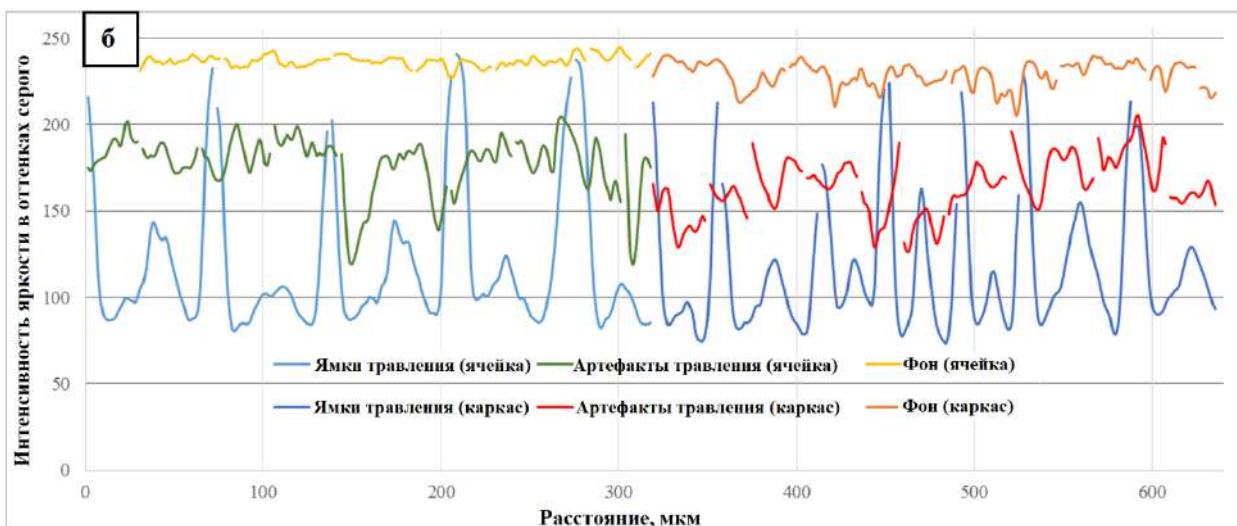


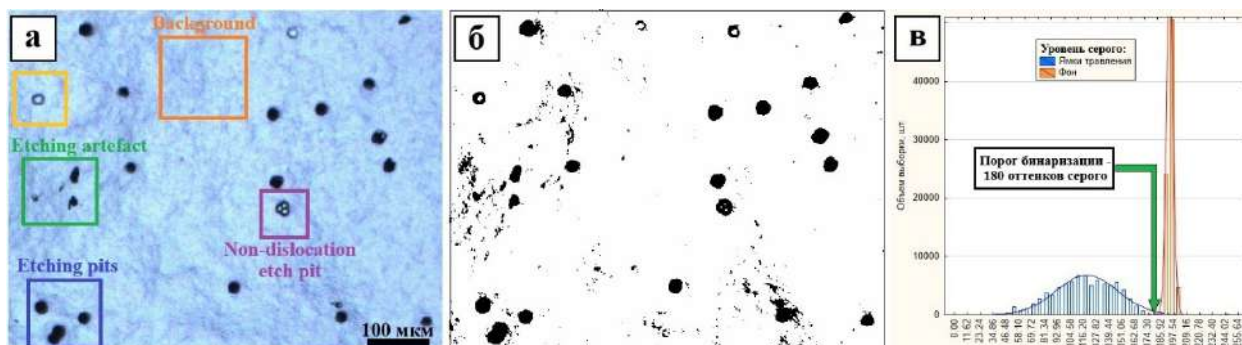
Рисунок 3.7 – Интенсивность яркости пикселей отдельных структурных составляющих (а) вдоль секущих, проведенных через ямки, артефакты травления и фон соответственно (б)

Из сопоставления интенсивности яркости отдельных структурных составляющих следует, что артефакты травления занимают промежуточное положение по уровню интенсивности яркости между ямками травления и фоном. Снижение порога бинаризации с 158 до 150 оттенков серого способствует их переводу в фон, в результате чего на изображении существенно снижается число темных объектов, образование которых связано с механической обработкой поверхности пластины. Кроме этого, более низкий уровень бинаризации снижает вероятность слияния смежных ямок, в первую очередь расположенных в более темном каркасе, что делает сопоставимыми измерения числа ямок в каркасе и ячейках. Дальнейшее снижение величины порога бинаризации (менее 150 оттенков серого) может привести к нарушению целостности контура ямок травления, что может внести значительные изменения в их морфологию и статистику распределения. Эти обстоятельства определили выбор уровня бинаризации всего панорамного изображения в целом, его значением, соответствующим 150 оттенкам серого [22].

Очевидно, что регистрируемые объекты размером от 1,2 до 585 мкм<sup>2</sup>, скорее всего, имеют не дислокационную природу [20]. Такие объекты не более чем шум на исследуемом изображении, его можно устранить фильтрацией. Отсечение темных объектов площадью 585 мкм<sup>2</sup> и менее уменьшило их количество на изображении в 6 раз, и увеличило вклад крупных ямок в формирование площади черного для ячейки и каркаса до 42 и 45 % соответственно.

### 3.2 Природа различий объектов на изображении структур

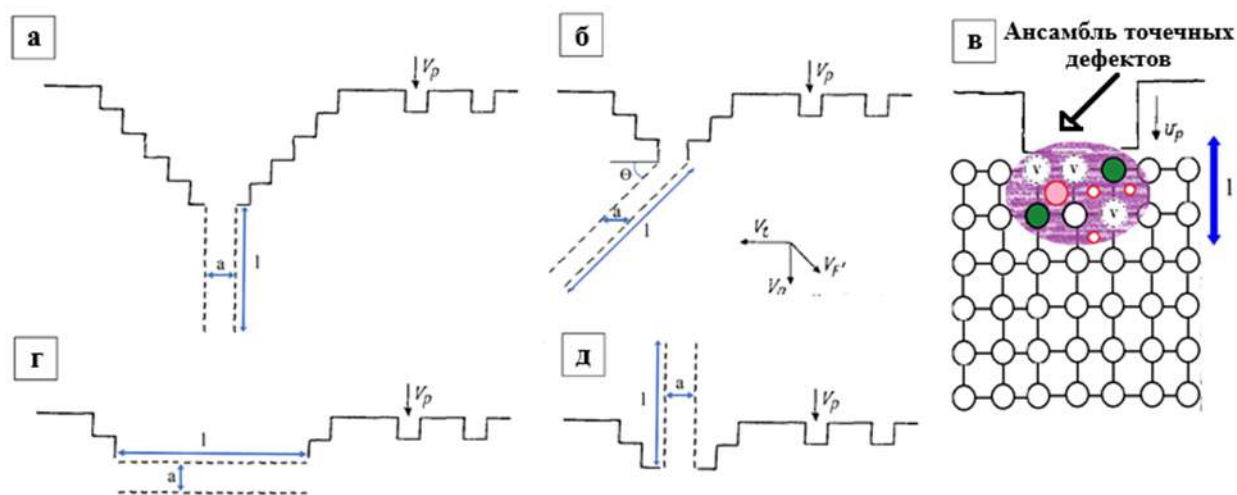
Необходимо отметить, что ямки травления, чей контур на бинарном изображении был отличен от «правильной» огранки, также могут являться объектом интереса и не являться «артефактами» цифровой обработки оптических изображений. В свою очередь, размер «артефактов» может быть сопоставим с размером как «пустых», так и островершинных ямок травления (рисунок 3.8).



а – исходное изображение; б – бинарное; в – выбор порога бинаризации

Рисунок 3.8 – Фигуры травления на поверхности InSb (111)

Природа «пустых» ямок травления, отмеченных на рисунке 3.7 желтым маркером, не всегда однозначна. В общем виде процесс формирования дислокационной ямки определяется результирующим вектором скоростей травления, определяющим движение элементарных ступеней растворения, поэтому закономерно, что на морфологию и вероятность образования ямки травления оказывает влияние расположение дислокаций относительно поверхности шлиф [20]. По расположению дислокаций в кристалле дислокации можно классифицировать следующим образом (рисунок 3.9):



1 – линия дислокации перпендикулярна поверхности; 2 – линия дислокаций лежит под углом  $\Theta$ ; 3 – дислокация лежит в плоскости поверхности; 4 – в плоскости шлифа лежит лишь часть дислокации

Рисунок 3.9 – Формирования ямки травления в местах выхода структурных дефектов на поверхность пластины [90]

Можно предположить, что дислокации, рассеченные поверхностью пластины и дислокации, лежащие параллельно поверхности, в процесс избирательного травления могут образовывать неглубокие ямки правильной формы, что хорошо согласуется с ASTM 1404–92. Однако, согласно ГОСТ 16153–80 (на монокристаллический германий) главным критерием разделения ямок на дислокационные и образованные точечными дефектами является их глубина, которая определяется визуально.

Из рисунка 3.9 видно, что в местах выхода на поверхность монокристалла точечных дефектов в ходе избирательного травления могут возникать ямки травления меньшего размера, чем дислокационные. Однако геометрические размеры фигур травления однозначным критерием классификации ямок по природе их формирования быть не могут, так как они, помимо типа дефекта, вышедшего на поверхность пластины, определяются большим числом факторов – расположением дефекта относительно поверхности, ее ретикулярной плотностью и др. В свою очередь, скопления мелких пустых ямок травления возникают в местах выхода на поверхность микродефектов и не связаны с дислокациями. Данную гипотезу подтверждают результаты эксперимента с последовательным травлением, в ходе которого скопления исчезают и возникают в случайных точках на поверхности пластины [90].

Для выявления природы формирования шумов на 2D-изображениях, полученных в световом микроскопе, была исследована морфология строения ямок травления по их

наблюдениям средствами сканирующей электронной микроскопии. Структура ямок на их бинарных изображениях (на основе предложенных в работе подходов) была подобна морфологии ямок травления, наблюдаемых средствами световой микроскопии (рисунок 3.10).

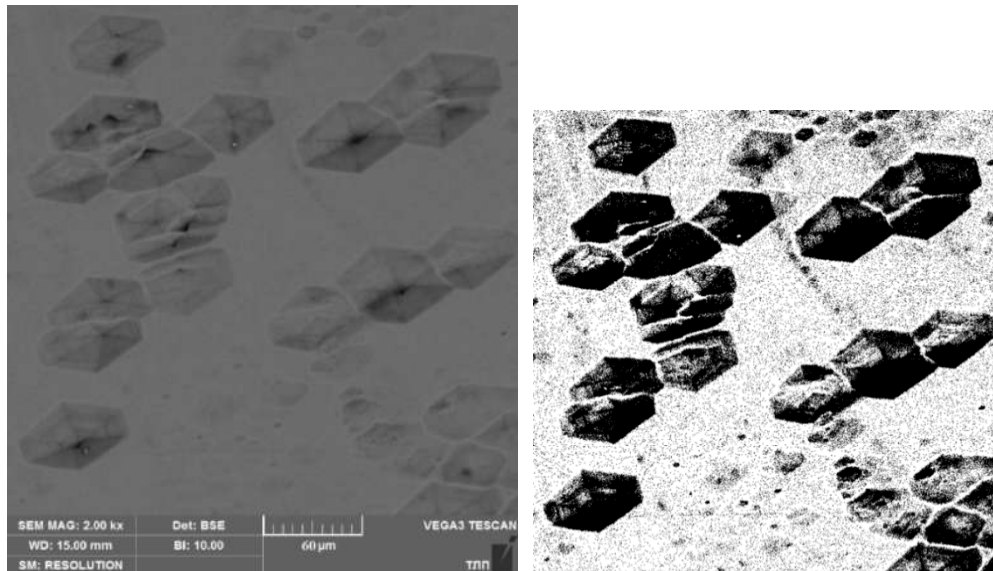


Рисунок 3.10 - Исходное изображение ямок травления в сканирующем электронном микроскопе (а) и после бинаризации (б)

Например, встречались ямки с незамкнутым контуром. Причиной их образования на изображении мог быть наклон дислокаций по направлению к плоскости шлифа, дно таких ямок было смещено относительно их геометрического центра на расстояние  $d$  - рисунок 3.11 а.

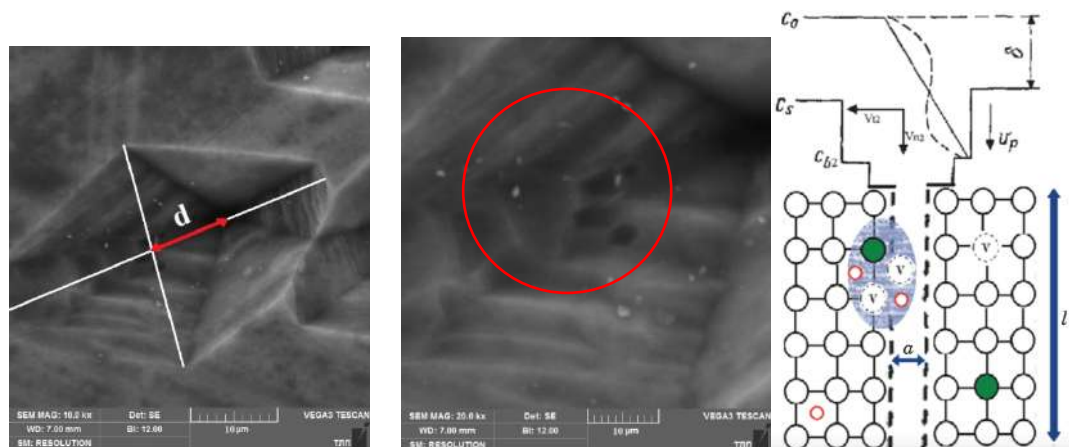


Рисунок 3.11 – Смещение дна ямки травления (а); (б) – ямки травления, обусловленные точечными дефектами; (г) - схема образования ямки травления в месте выхода на поверхность дислокации с атмосферой Коттрелла

Комплексы точечных дефектов, формирующие ансамбль точечных дефектов вдоль линии дислокации (1) шириной (а) [90], могли образовывать ямки травления правильной формы рис. 2 (в). Их площадь, как правило, не превышала 16 мкм<sup>2</sup>, что определило минимальный («физический») порог фильтрации. Размер выделяемых таким образом темных объектов значительно ниже «статистического» порога фильтрации (585 мкм<sup>2</sup>), который можно выделить на основе гистограмм распределения значений площадей темных объектов. Интересно, что в координатах «площадь объекта  $S$  – его периметр  $P$ » (рисунок 3.12) трем группам объектов на изображении, соответствующих ямкам травления и фону, выделенному на основе физического и статистического порогов фильтрации, отвечали различные значения тангенсов углов наклона аппроксимирующих кривых: 0,13; 0,85 и 0,33 соответственно. Линейность аппроксимирующих кривых - признак самоподобия физического явления: его неизменности при одинаковом кратном изменении координат  $S$  и  $P$ , что может отразить существующее различие в природе описываемых объектов [177].

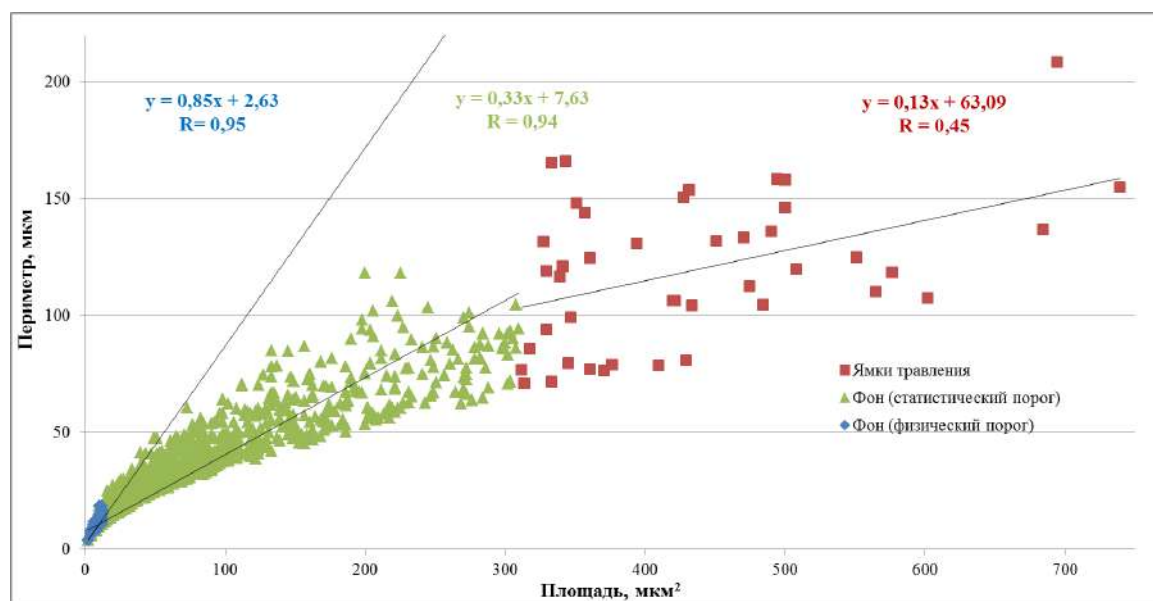
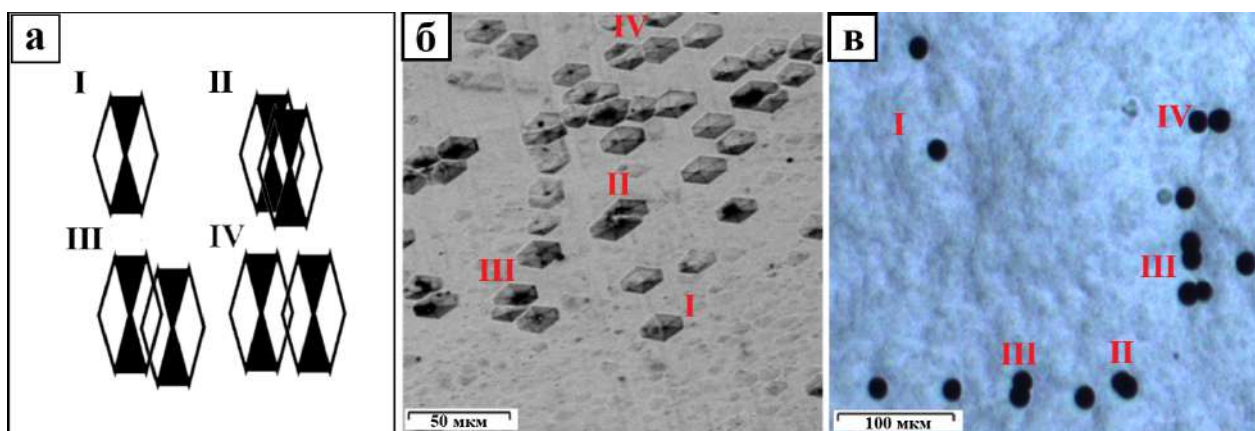


Рисунок 3.12 – Соотношение периметра темных объектов и их площади

Различие в природе объектов, отсекаемых физической и статистической фильтрацией, может быть связано с особенностью процесса формирования контура ямок, возникающих в местах выхода на поверхность пластины атмосфер Коттрелла – их размер во многом определяется кинетикой растворения самих дислокаций, в отличие от ямок, образующихся в местах выхода на поверхность комплексов точечных дефектов. Для монокристаллов группы  $A^{III}B^V$ , выращенных методом Чохральского, со сравнительно высокой плотностью дислокаций ( $>10^3$  см<sup>-2</sup>) характерно как образование крупных

скоплений, так и наложение отдельных профилей ямок травления друг на друга – образование «сдвоенных» дислокаций [177]. По характеру наложения ямки травления можно классифицировать следующий образом (рисунок 3.13):



а – классификация сдвоенных ямок травления; сдвоенные ямки травления на поверхности GaAs (а) и (б) – InSb (111).

Рисунок 3.13 – Сдвоенные ямки травления на поверхности монокристаллов группы  $A^{III}B^V$

При образовании «плотных» пар ямок травления (II) их профиль может быть близок к «правильной» форме фигуры растворения, а площадь сопоставима с единичной дислокационной ямкой (рисунок 3.14). Однако дифференцировать единичные и сдвоенные фигуры травления - важная задача, так как их вклад в работу прибора может значительно отличаться в связи с различным масштабом удельной поверхности таких дефектов в объеме материала [3].

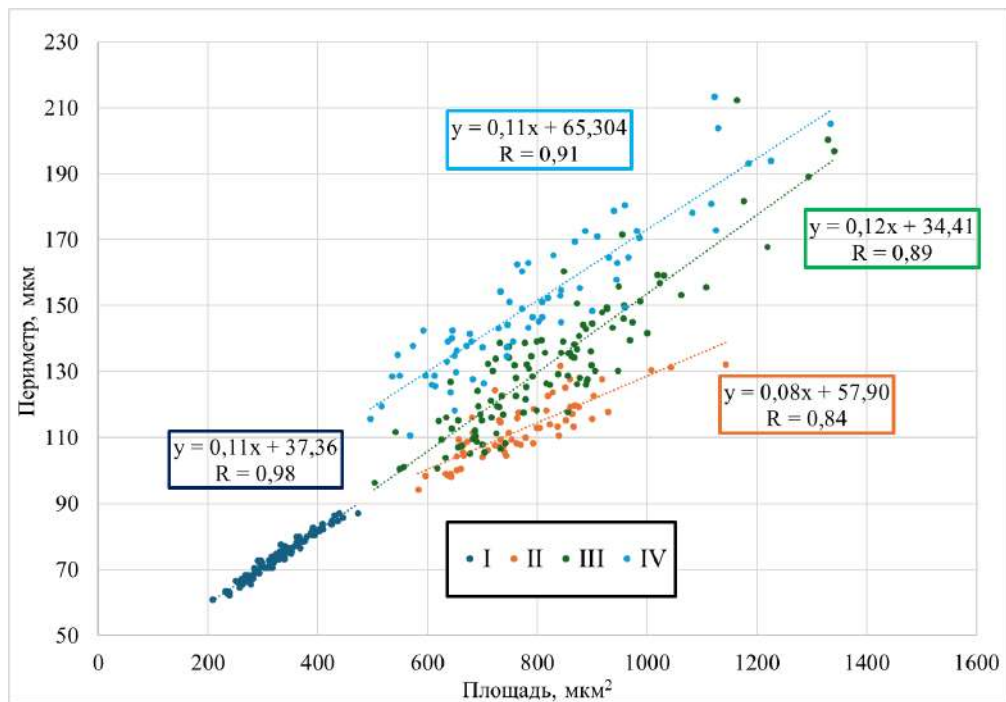


Рисунок 3.14 – Соотношение периметра сдвоенных ямок травления различной морфологии и их площади

В координатах «площадь объекта  $S$  – его периметр  $P$ » единичным ямкам травления, а также наложениям трех и более фигур травления различного размера отвечали схожие значения тангенсов углов наклона аппроксимирующих кривых: 0,11; 0,12; 0,13; 0,09 и 0,10 соответственно (признак самоподобия) - рисунок 3.15. Аппроксимация зависимости площади от периметра таких темных объектов с учётом количества образующих их ямок позволила вывести формулу расчета количественного состава скопления (рисунок 3.16).

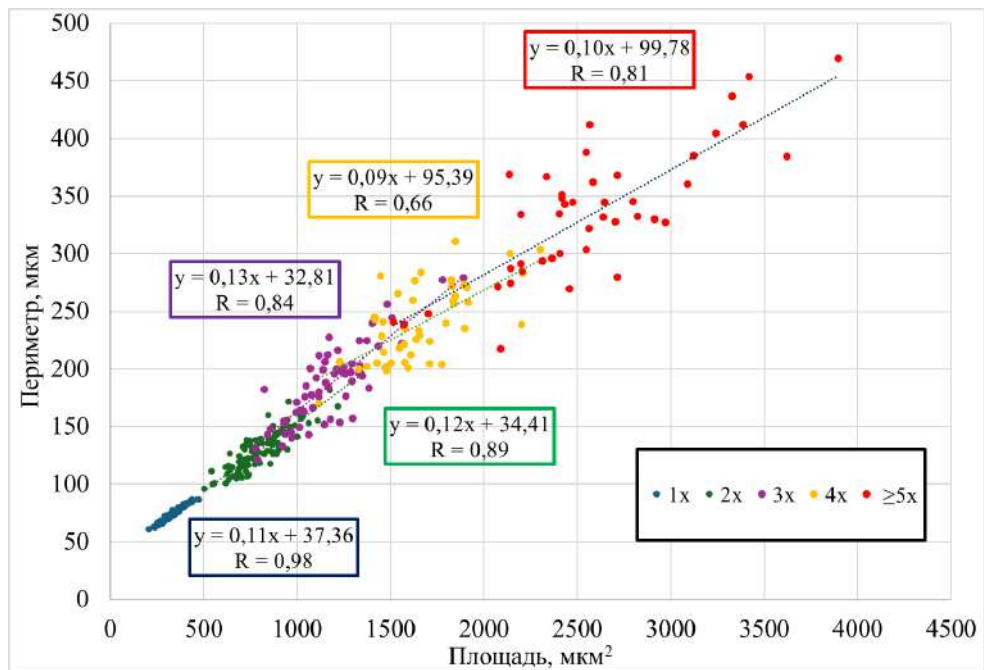
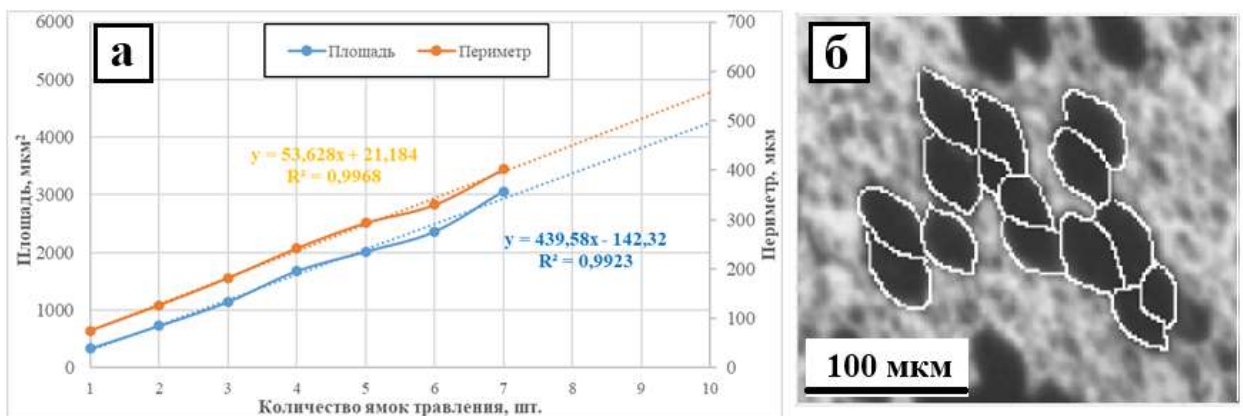


Рисунок 3.15 – Соотношение периметра дислокационных скоплений различного размера и их площади



а – Зависимость S/P скопления от его состава; б – микрофотография скопления

Рисунок 3.16 – Зависимость геометрии скопления от количества образующих его ямок травления

Так, например, при расчете крупного скопления ямок травления, представленного на рисунке 3.16, удастся достаточно точно оценить его состав – расчетное значения ямок травления – 14 штук, когда как реально (по результатам визуальной оценки) – 15.

### 3.3 Оценка неоднородности размещения ямок травления

Выделение на бинарном изображении ямок травления, связанных с дислокационной структурой монокристалла (с использованием статистической фильтрации – площадью менее  $585 \text{ мкм}^2$ ), выявило не только их различие в размерах, но и в размещении на поверхности шлифа: наличие областей их скопления и разрежения (рисунок 3.17) [177].

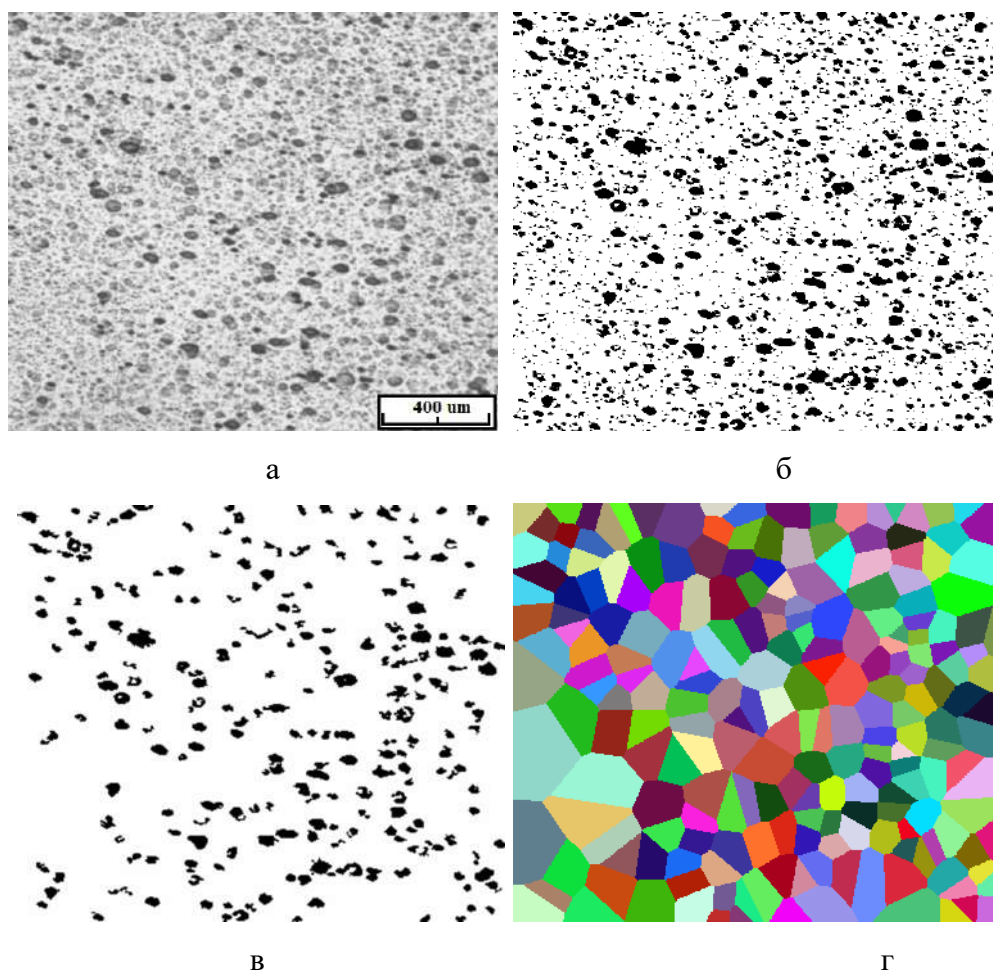


Рисунок 3.17 – Исходное изображение (а), его бинарное представление (б), в т.ч. после «статистической» фильтрации (в) и последующего разбиения изображения на полиэдры Вороного (г)

Это обстоятельство также определяет работу интегральной схемы, сформированной на монокристаллических подложках, ярким примером этому является неоднородность тепловизионной картины при создании фотоприемных устройств [178]. Отсутствие возможности измерения величины электрофизической неоднородности в производственных условиях делает задачу по введению меры неоднородности размещения ямок травления особенно актуальной [177].

Методики [179,180], предполагают подсчет плотности фигур травления на каждой из двух пластин, вырезанных перпендикулярно направлению выращивания монокристалла GaAs от начала и конца слитка, что позволяет учесть влияние температурных градиентов процесса выращивания на формирование дислокационной структуры. При этом не регламентируется величина допустимой неоднородности размещения фигур травления в поле зрения, как, например, для сталей, где различие в неоднородности морфологии феррито-перлитной полосчатости в микроструктуре оценивается на основе сравнения с эталонными изображениями (или их словесным описанием) [181]. Однако даже такой подход остается достаточно субъективным и не дает всестороннего описания морфологии различий в строении неоднородных структур в принципе [177].

Для оценки неоднородности размещения ямок травления было использовано разбиение пространства на полиэдры Вороного-Дирехле – многогранники, внутри которых все точки (пикселы) располагаются ближе к их центру, чем к центрам соседних областей (рисунок 3.17 г) [182]. Такое разбиение позволяет объективно определить расстояние между ближайшими ямками травления. На рисунке 3.18 представлена гистограмма распределения расстояний между темными объектами - центрами полиэдров.

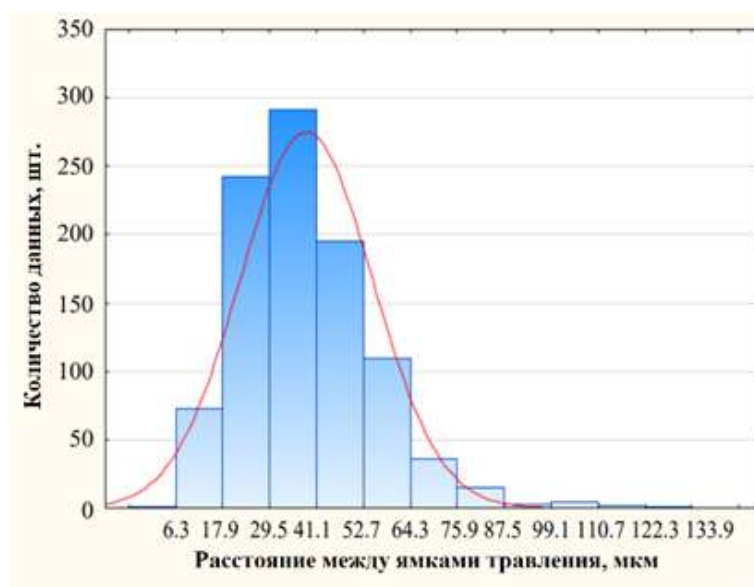


Рисунок 3.18 – Гистограмма распределения значений расстояний между центрами полиэдров Вороного (ямками травления)

Распределение расстояния между темными объектами было отлично от нормального распределения (коэффициент асимметрии – 1,12; эксцесс – 2,39), что подтверждает визуально наблюдаемую на изображении неоднородность размещения ямок травления. Отсюда, например, разделение изображения на четыре равных по площади фрагмента

(рисунок 3.19) не только дает для каждого из них своё среднее расстояние между центрами полиэдров Вороного, но и позволяет оценить статистическую природу их распределения – таблица 3.1. Из полученных результатов вытекает необходимость обоснования минимального объема экспериментальных данных для получения воспроизводимых результатов измерений плотности и характера размещения ямок травления на шлифе [177].

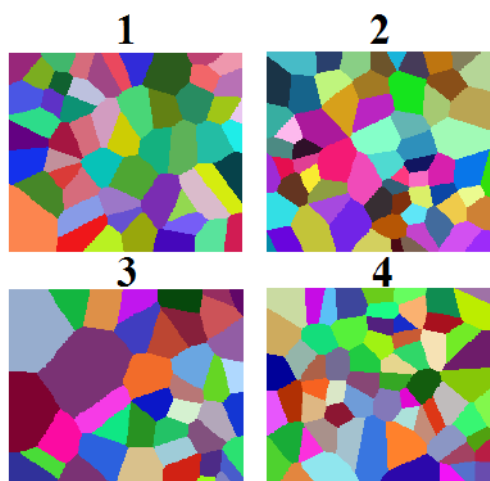


Рисунок 3.19– Разбиение на полиэдры Вороного четырех фрагментов исходного изображения (рис. 4)

Таблица 3.1 – Статистические характеристики распределения расстояний между ямками травления для различных фрагментов изображения, представленных на рисунке 3.19.

№ фрагмента		1	2	3	4
Среднее расстояние между полиэдрами, мкм		38,3±1,1	35,7 ±0,9	42,4±1,7	36,2±0,9
Коэффициенты	асимметрии	1,12±0,26	0,71±0,24	2,13±0,28	0,52±0,24
	эксцесса	1,85±0,55	0,22±0,48	7,54±0,62	0,053±0,49

На рисунке 3.20 представлены зависимости средних значений площади темных объектов, расстояния между ними (полиэдрами), их числа ближайших соседей от объемов измерения, изменявшихся в диапазоне ~ от 0,053 до 0,846 мм<sup>2</sup> (в масштабе пластины) для двух независимых участков панорамы.

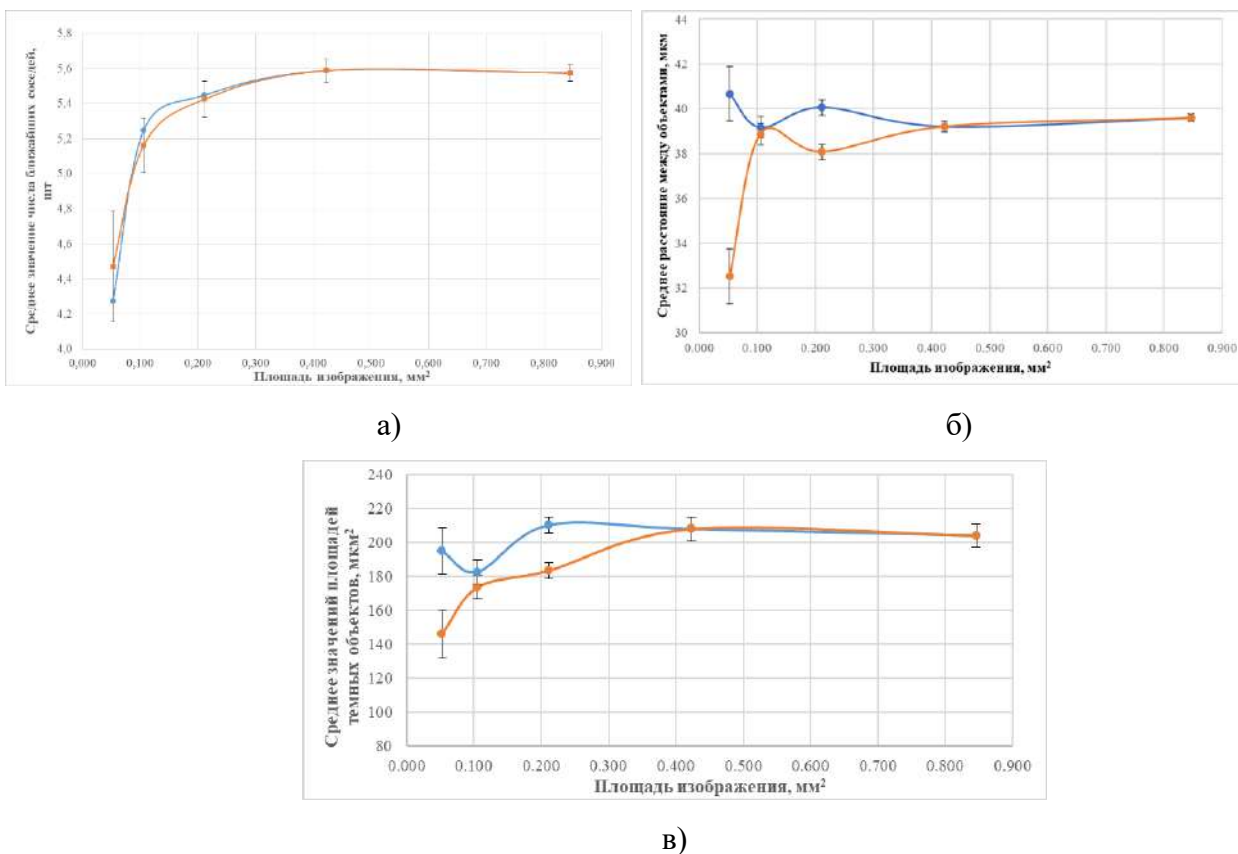


Рисунок 3.20 – Изменение средних значений числа ближайших соседей (полиэдров – темных объектов) – (а), расстояний между ними (б) и площадей темных объектов (в) в зависимости от объема измерений для двух независимых фрагментов панорамы (-●-; -○-)

Из полученных результатов следует, что при увеличении площади измерения более 0,42 мм<sup>2</sup> значения получаемых характеристик стабилизируются вне зависимости от выбранного участка панорамы, чем обеспечивается их воспроизводимость и сопоставимость. При меньших объемах выборки возможно получение как идентичных, так и противоположных результатов, не совпадающих при этом с истинными значениями искомых величин. Полученные результаты подтверждают необходимость получения представительной статистики наблюдений при цифровых измерениях структур. Следует также отметить, что в макромасштабе образца могут наблюдаться области, отличные по морфологии ямок травления, относительно друг друга. В этой связи полноценное представление о строении ямок травления могут дать измерения их геометрии в масштабах всего образца (изделия) [177].

## Глава 4. Оценка сопротивления монокристаллов арсенида галлия разрушению

### 4.1 Возникновение трещин в процессе микроиндентирования

Низкая стойкость к хрупкому разрушению, характерная для полупроводниковых материалов, определяет особую роль испытаний на микротвердость [169]. Вовлечение в процессе воздействия индентора на поверхность монокристалла сравнительно небольших объемов образца определяет важность учета качества подготовки поверхности при интерпретации полученных экспериментальных результатов.

Методами оптической цифровой профилометрии и картирования геометрии рентгеновских кривых качания было показано, что у монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  в ходе химического полирования поверхности при подготовке образцов к избирательному травлению происходит существенное удаление нарушенного слоя (рисунок 4.1, таблица 4.1) [183].

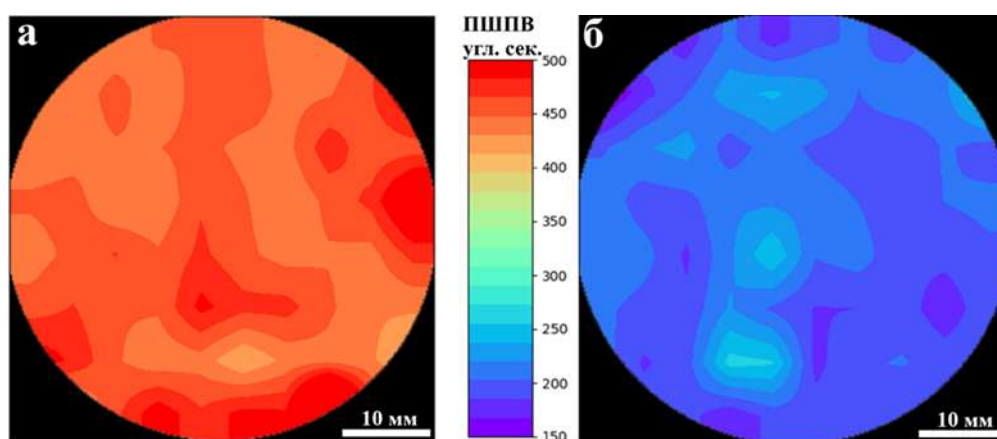


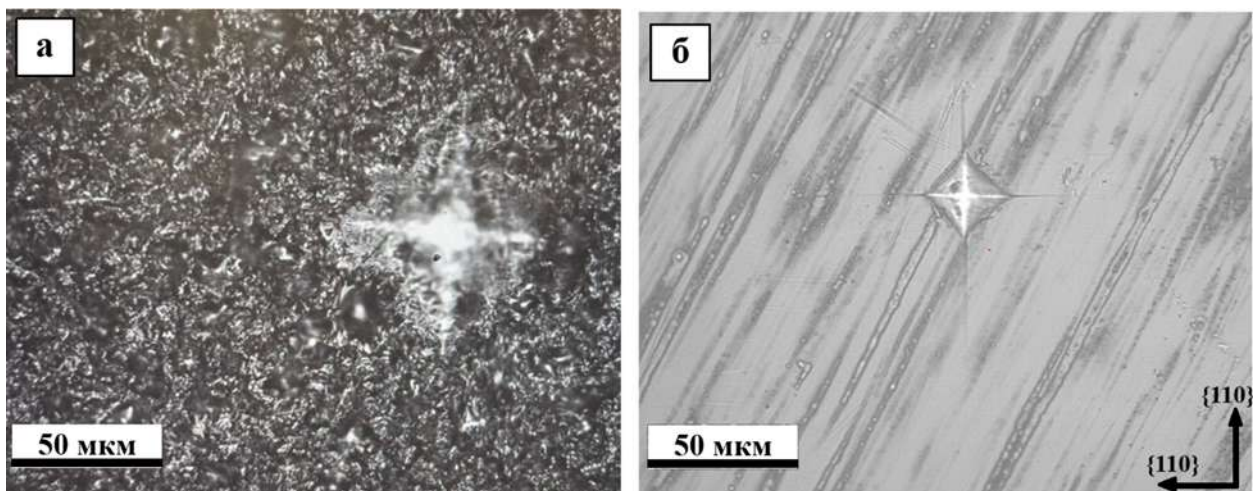
Рисунок 4.1 - Уширение кривых качания (ПШПВ) и разнотолщинность (TTV) на пластинах InSb до (а,в) и после химической полировки в СР-4

Таблица 4.1 - Параметры пластин  $A^{III}B^V$  до и после химического полирования

Материал	Режим обработка поверхности	Уширение кривой качания, угл. сек.	$R_a$ , мкм
InSb	Резка	456,1±0,4	0,931
	Полирование	202,6±0,3	0,071
GaAs	Резка	344,1±0,3	0,362
	Полирование	198,0±0,1	0,064

Согласно ГОСТ 9450–76 шероховатость исследуемого образца ( $R_a$ ) должна быть не грубее 0,32 мкм. Однако при шероховатости более 0,1 мкм нередко наблюдается нарушение

геометрии поверхностного слоя (например, после резки пластин – рисунок 4.2), образование которого сопровождается появлением нечеткого контура отпечатка при индентировании, в частности, при испытании на вязкость разрушения и ошибок в его измерении.



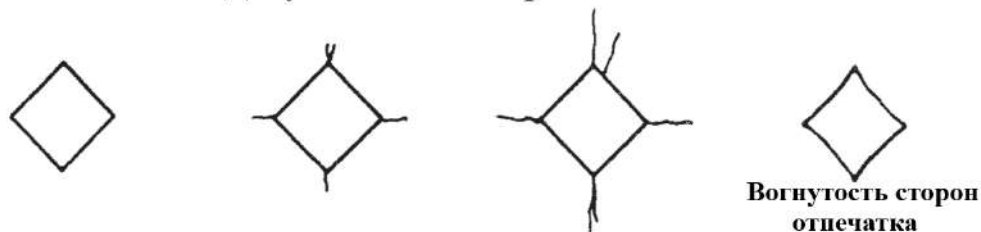
а – после многопроволочной резки (нагрузка на индентор 1000 г); б – после химического полирования в СР-4 (нагрузка 100 г)

Рисунок 4.2 – Отпечаток индентора на поверхности пластин InSb (100)

Из рисунка 4.2 видно, что в процессе разрушения, возникающего в ходе механической обработки монокристаллов InSb нарушенного слоя, происходит существенная релаксация напряженного состояния в процессе микроиндентирования. Так, на образцах (пластинах), полированных в СР-4, трещины могут возникать даже при нагрузке на индентор 25г, когда как на необработанных после резки пластинах трещины не образуются даже при нагрузке 1000 г.

Экспериментальные результаты (таблица 4.1) хорошо согласуются с требованиями к подготовке поверхности керамических образцов, регламентируемыми ASTM C 1327. В свою очередь, отпечатки инденторов можно классифицировать следующий образом – рисунок 4.3.

### Допустимая геометрия отпечатка

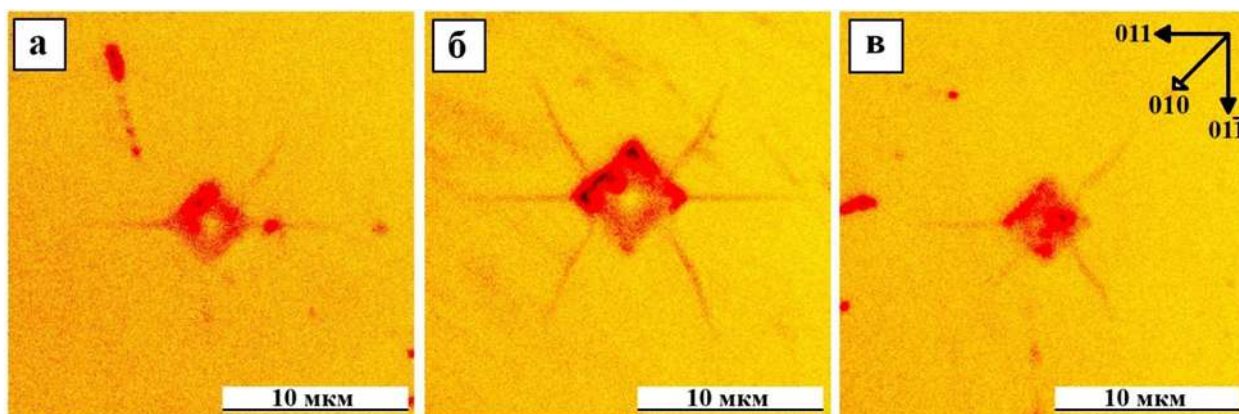


### Недопустимая геометрия отпечатка



Рисунок 4.3 – Схема выбора отпечатка для объективной оценки микротвердости керамик

В случае полупроводниковых монокристаллов зачастую не удается избежать возникновения трещин при воздействии индентора на поверхность пластин. При этом трещины идут как от вершин отпечатка – непосредственно по плоскостям скола  $\{110\}$ , так и от его граней в направлении  $[100]$  даже при малой нагрузке на индентор (10 г.) – рисунок 4.4.



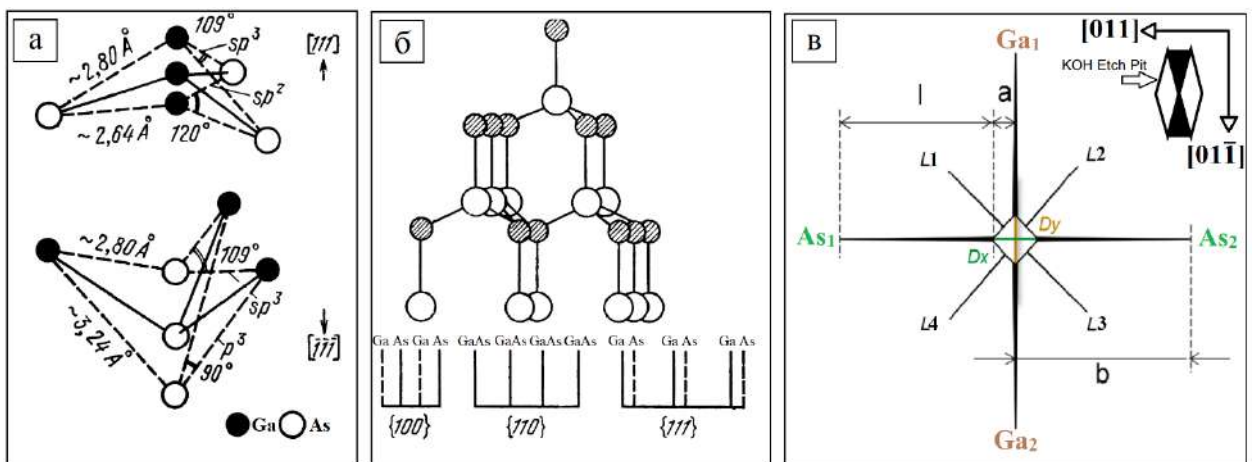
а – ассиметричная  $\{100\}$  трещина, б – симметричные  $\{100\}$  трещины, в – ассиметричная  $(01\bar{1})$  трещина.

Рисунок 4.4 – Трещины, возникающие в процессе микроиндетирования GaAs (100) при нагрузке 10 г.

Из рисунка 4.4 видно, что при образовании трещин происходит существенная релаксация напряжений – увеличение линейных размеров отпечатка. Суммарная длина трещин ( $\Sigma l$ ) у самого большого отпечатка ( $21,1 \text{ мкм}^2$ ) – 34,8 мкм, когда у отпечатков,

представленных на рисунках 4.4 а и в, площадью 12,1 и 11,6 мкм<sup>2</sup> – 14,3 мкм и 17,4 мкм соответственно. При этом релаксация напряжений зависит от кристаллографии. Так, например, у отпечатка площадью 12,1 мкм<sup>2</sup> количество суммарной длины трещин меньше, чем у отпечатка с площадью 11,6 мкм<sup>2</sup>, однако две из трех трещин образовались в направлениях  $\langle 110 \rangle$ .

Индексы кристаллографических направлений на рисунке 4.4 нанесены согласно [184] и были идентифицированы по геометрии ямок травления – грани мышьяка соответствовала плоскость  $(11\bar{1})$ , а грани галлия –  $(111)$ . Закономерно, что первоначально возникают трещины по плоскостям скола, однако, на всех исследуемых в работе отпечатках растрескивание при нагрузке 10г шло преимущественно по грани мышьяка  $(01\bar{1})$  [146]. Микротвердость летучего компонента в материалах группы  $A^{III}B^V$  ниже, чем микротвердость грани  $A(111)$ , иными словами - деформация грани В, где ковалентные связи «растянуты», идет проще, чем грани А (рисунок 4.5 а,б). При этом на всех отпечатках присутствовали трещины, идущие в направлении  $\langle 100 \rangle$  -  $L_1...L_4$  (рисунок 4.5 в) [185].



а – схема деформации связей на А{111} и В{111} поверхности решетки сфалерита б – относительные расстояния между различными системами плоскостей; в – схема обозначения трещин

Рисунок 4.5 – Различие полярных кристаллографических направлений в GaAs

Согласно [146] трещины  $L$ , идущие в направлениях  $[100]$ , представляют собой трещины Палмквиста (радиальные), распространяющиеся по плоскостям скола  $\{110\}$ , наклоненных к поверхности пластины под углом  $45^\circ$ .

## 4.2 Особенности распространения трещин при различной нагрузке на индентор

Если  $As_{\{110\}}$  или  $Ga_{\{110\}}$ -трещины симметричны, то в поперечном сечении по плоскости распространения они представляют собой полукруг, а при ортогональном сечении линию, исходящую из центра отпечатка, в связи с чем их называют медианными. В свою очередь, когда в процессе микроиндентирования возникают несимметричные  $As_{\{110\}}$  или  $Ga_{\{110\}}$ -трещины, также называемые «half-penny», в поперечном сечении пластины в области отпечатка наблюдается характерная дуга (рисунок 4.6)

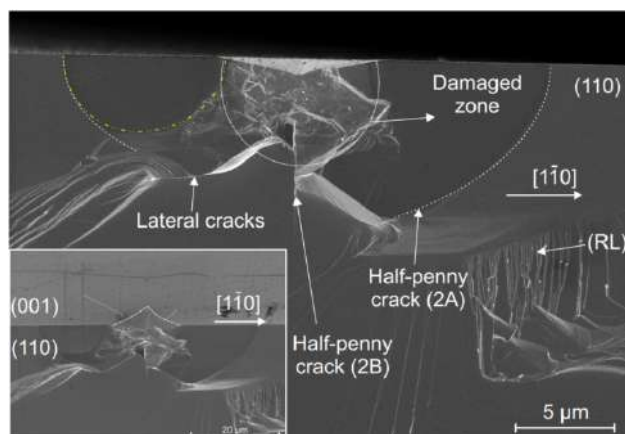
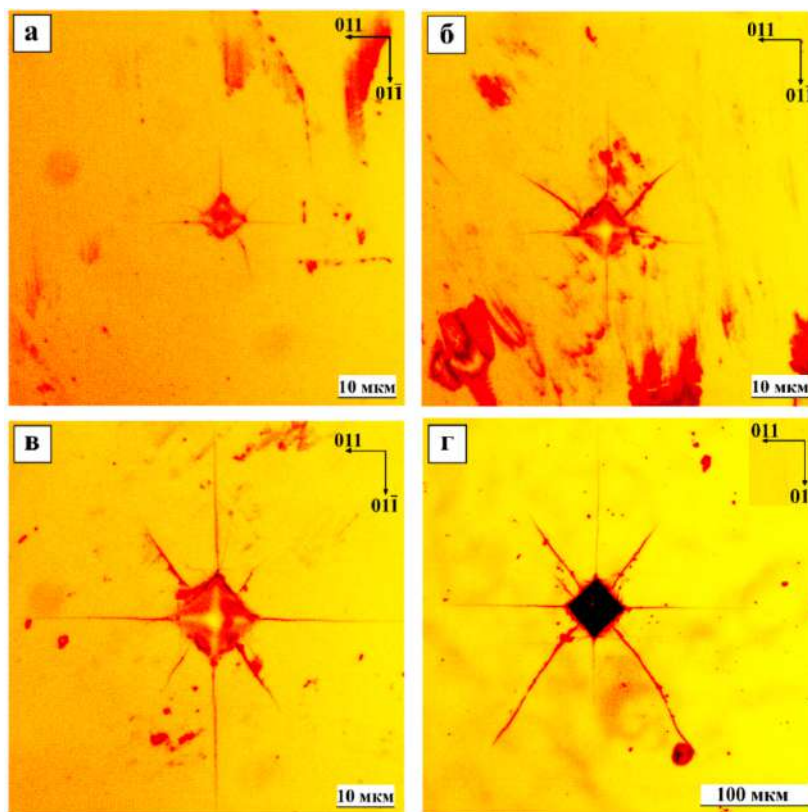


Рисунок 4.6 – Картина поперечного сечения пластины GaAs (100) в области отпечатка Виккерса, полученная с помощью сканирующего электронного микроскопа [146]

С увеличением нагрузки на индентор увеличивается как число возникающих на поверхности монокристалла трещин, так их длина в сравнении с размером отпечатка (рисунок 4.7 и 4.8).



а – нагрузка 25 г.; б – 50 г.; в – 100 г.; г – 1000 г.

Рисунок 4.7 – Картины отпечатков индентора на поверхности GaAs (100

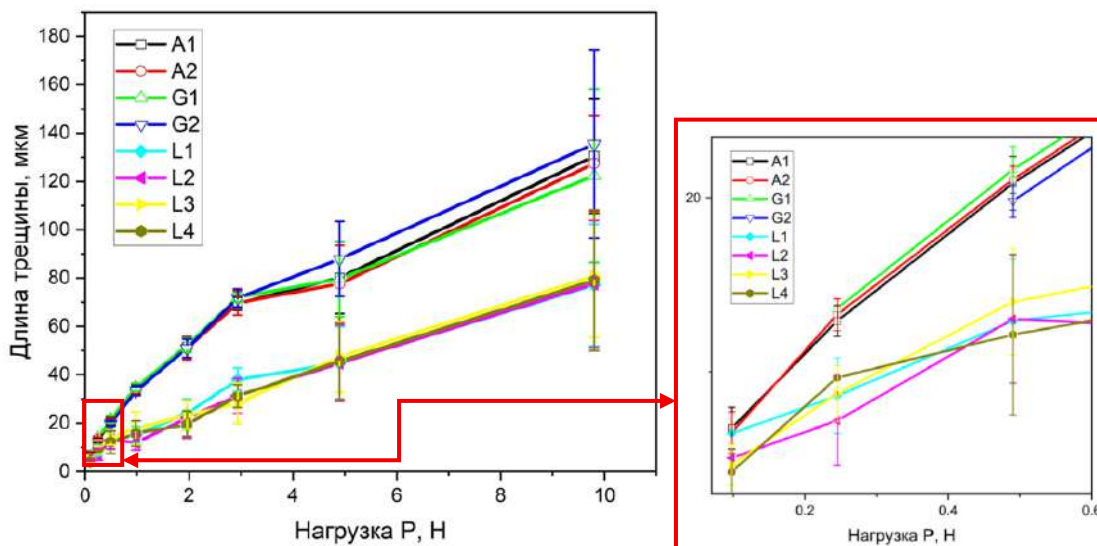
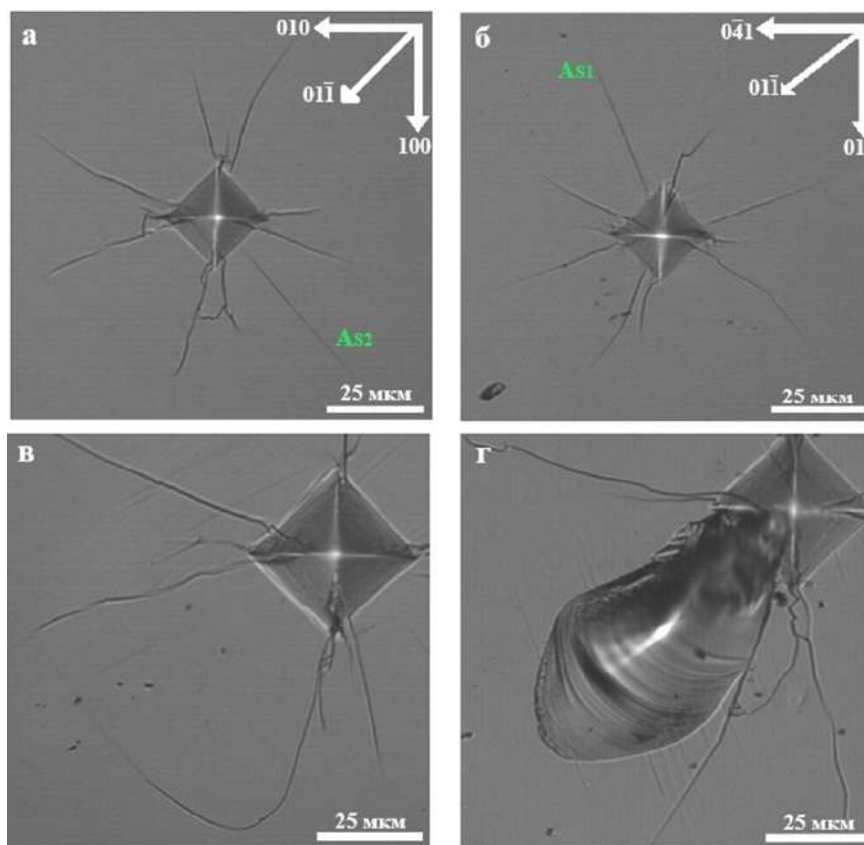


Рисунок 4.8 – Соотношение средних длин трещин и нагрузки на индентор

Установлено, что при низкой нагрузке на индентор на поверхности пластины в зависимости от выбора области исследования могут возникать трещины различной морфологии - рисунок 4.4. Так, например, при нагрузке 10г при микроиндентировании с шагом ~ 60 мкм (в зависимости от размеров отпечатка и трещин) , на соседних отпечатках

могут возникать принципиально разные системы трещины –  $As_1, As_2, L_2$  и  $As_1, As_2, L_1, L_2, L_3, L_4$ , соответственно; при нагрузке 25г с шагом  $\sim 90$  мкм –  $Ga_1, As_1, As_2, L_1, L_2, L_3$  и  $As_1, L_1, L_3$ , соответственно. Можно предположить, что по аналогии с микротвердостью, трещинообразование особенно чувствительно к примесной неоднородности, мерой которой может выступать как количество трещин (с привязкой к кристаллографии), так и их суммарная длина.

В свою очередь, увеличение линейных размеров  $L$ -трещин оказывает влияние как на распространение соседних с ними медианных трещин (рисунок 4.7), так и на вероятность образования скола, что наиболее наглядно иллюстрирует картины отпечатков, нанесенных при соответствии ребер индентора плоскостям  $\{100\}$  – рисунок 4.9.



а – нагрузка 200 г., диагональ отпечатка  $\parallel [100]$ ; б – 200 г.,  $\parallel [410]$ ; в – 500 г.,  $\parallel [100]$  – слияние трещин; г – 200 г.,  $\parallel [100]$  – скол;

Рисунок 4.9 – Отпечатки индентора на поверхности GaAs,

Отличительной особенностью отпечатков, диагонали которых были разориентированы относительно плоскостей скола ( $Dx/Dy \nparallel [110]$ ), являлся активный радиальных ( $L$ ) трещин, тогда как образование медианных трещин ( $As_{\{110\}}$  или  $Ga_{\{110\}}$ ),

вероятно, было менее энергетически выгодным даже при нагрузках на индентор более 200 г. При этом вместо единичных  $L$ -трещин зачастую возникали, двойные ( $S$ ), что хорошо согласуется следующей схемой - рисунок 4.10 [146, 186].

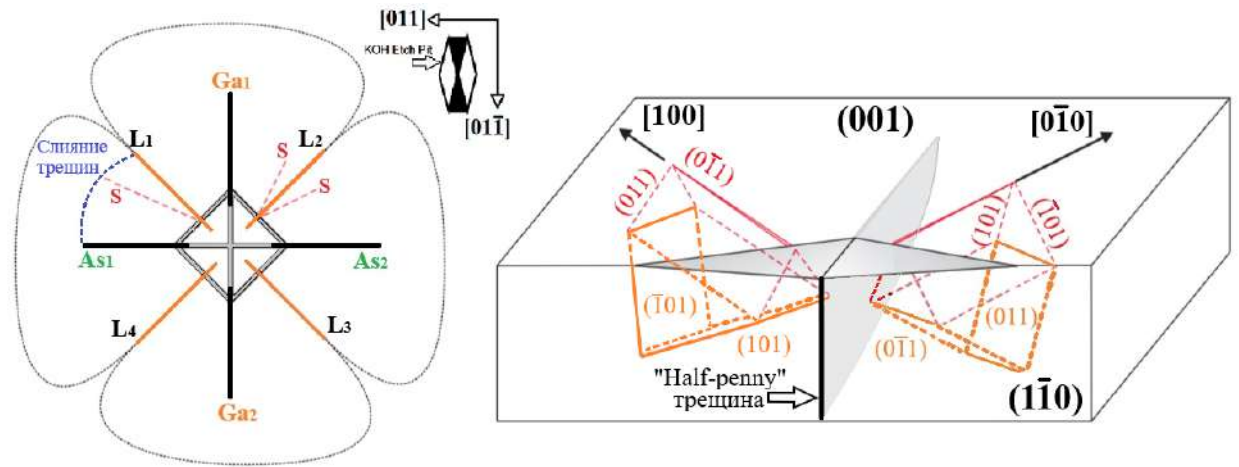


Рисунок 4.10 – Схема образования и классификация трещин на поверхности (100) монокристаллов  $A^{III}B^V$

В свою очередь, рост радиальных трещин по-разному влияет на длину смежных с ними медианных ( $As$  и  $Ga$ ) – рисунок 4.11, 4.12.

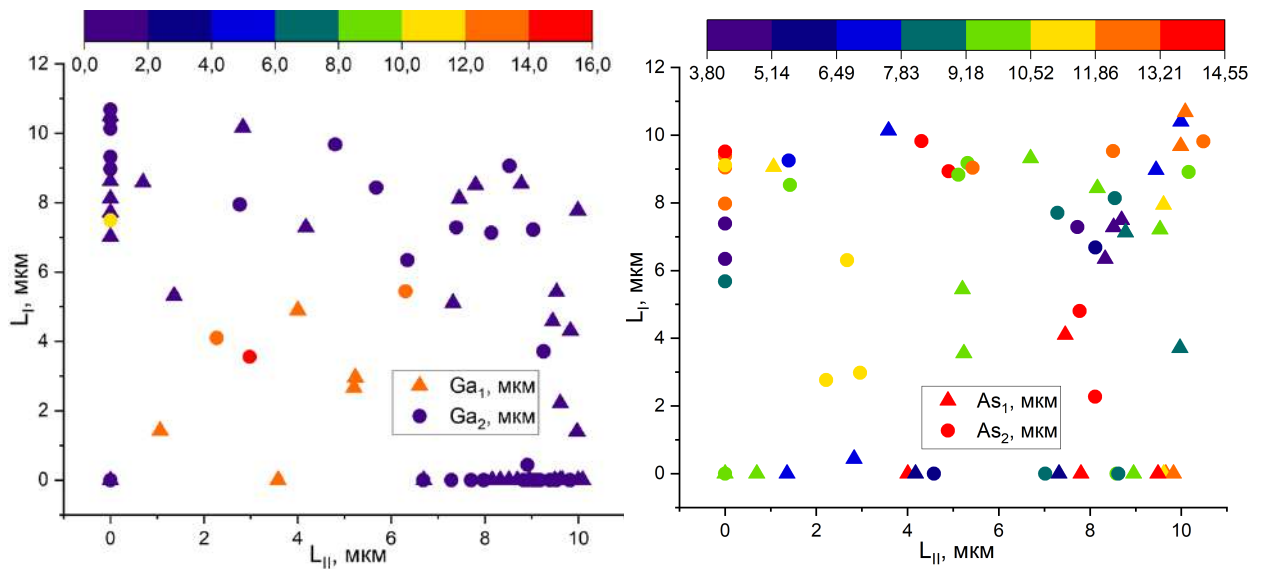


Рисунок 4.11 – Соотношение длин медианных трещин от длин радиальных трещин при нагрузке на индентор 25 г.

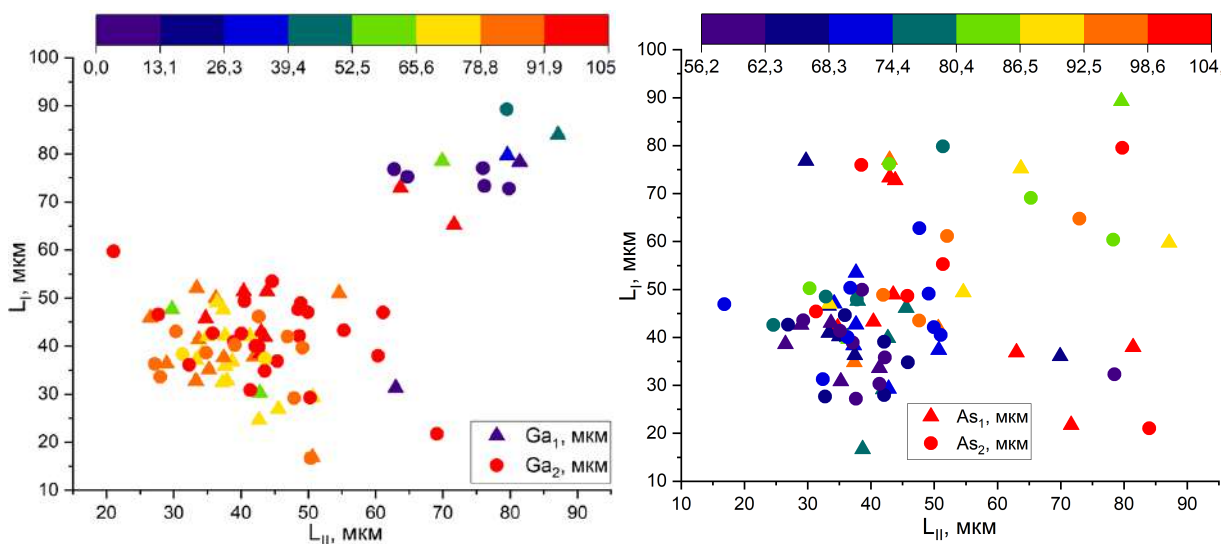
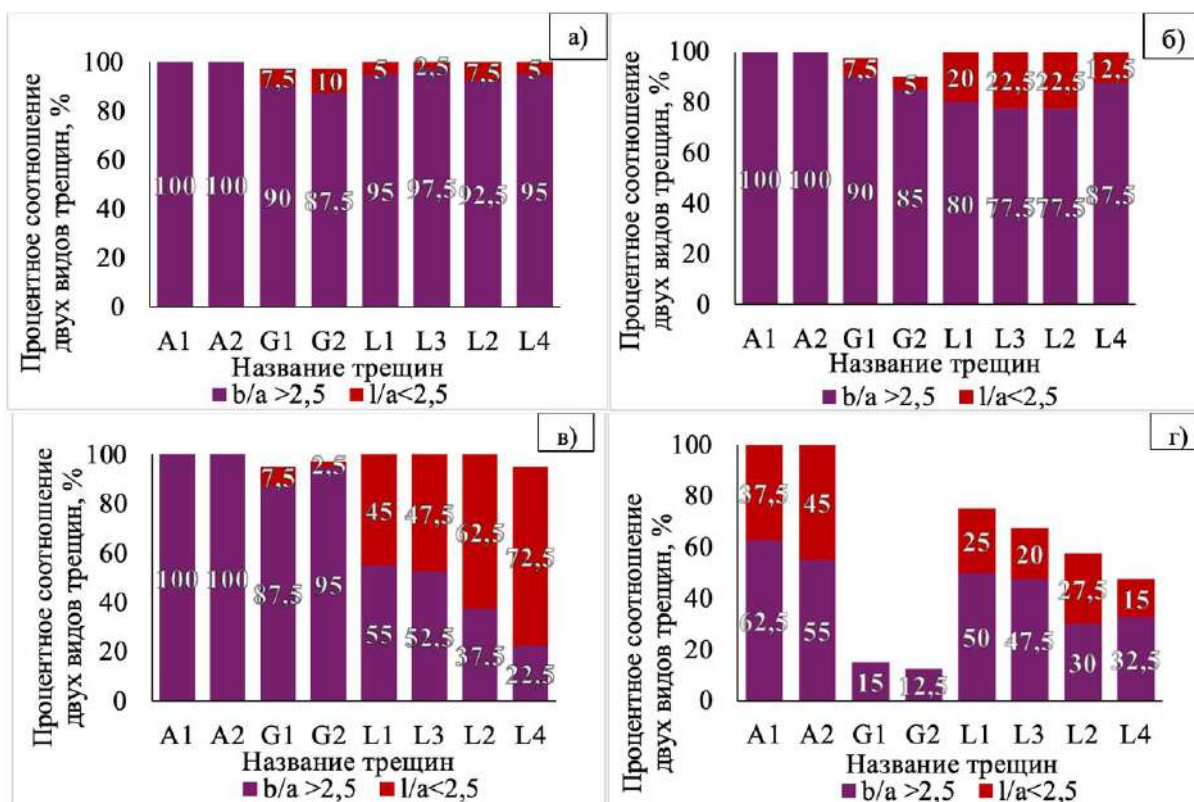


Рисунок 4.12 – Соотношение длин медианных трещин от длин радиальных трещин при нагрузке на индентор 500 г.

Так, независимо от нагружения активное распространение радиальных трещин приводит к снижению длин трещин по грани галлия. Разброс же длин трещин по грани мышьяка при низких нагрузках носит скорее случайный характер, когда как увеличение нагрузки на индентор приводит к одновременному активному распространению как  $L$ , так и  $As$ -трещин.

### 4.3 Расчет критического коэффициента интенсивности напряжений

В производственных реалиях актуальной задачей является численная оценка вязкости разрушения материала – расчет критического коэффициента интенсивности напряжений  $K_c$ . Классификация же трещин, образующихся при микроиндентировании, согласно [185], производится на основе сопоставления линейных размеров трещин и отпечатка – рисунок 4.13.



а – нагрузка 25г; б – 200г; в – 500г; г – 1000г

Рисунок 4.13– Вероятность распространения трещин в различных кристаллографических направлениях в зависимости от нагрузки на индентор.

В свою очередь величину коэффициента интенсивности напряжений, согласно [187], можно оценить на основе следующий выражений:

$$K_c = \frac{0,142kP}{c^{3/2}} (b/a > 2,5) \quad (4.1)$$

$$K_c = \frac{0,142kP}{D/2 \cdot l^{1/2}} (l/a < 2,5) \quad (4.2)$$

Выражения 4.2, 4.3 позволяют учесть при оценке вязкости разрушения линейные размеры отпечатка индентора и анизотропию упругих – кристаллографическое направление распространения трещин [132] – рисунок 14,15.

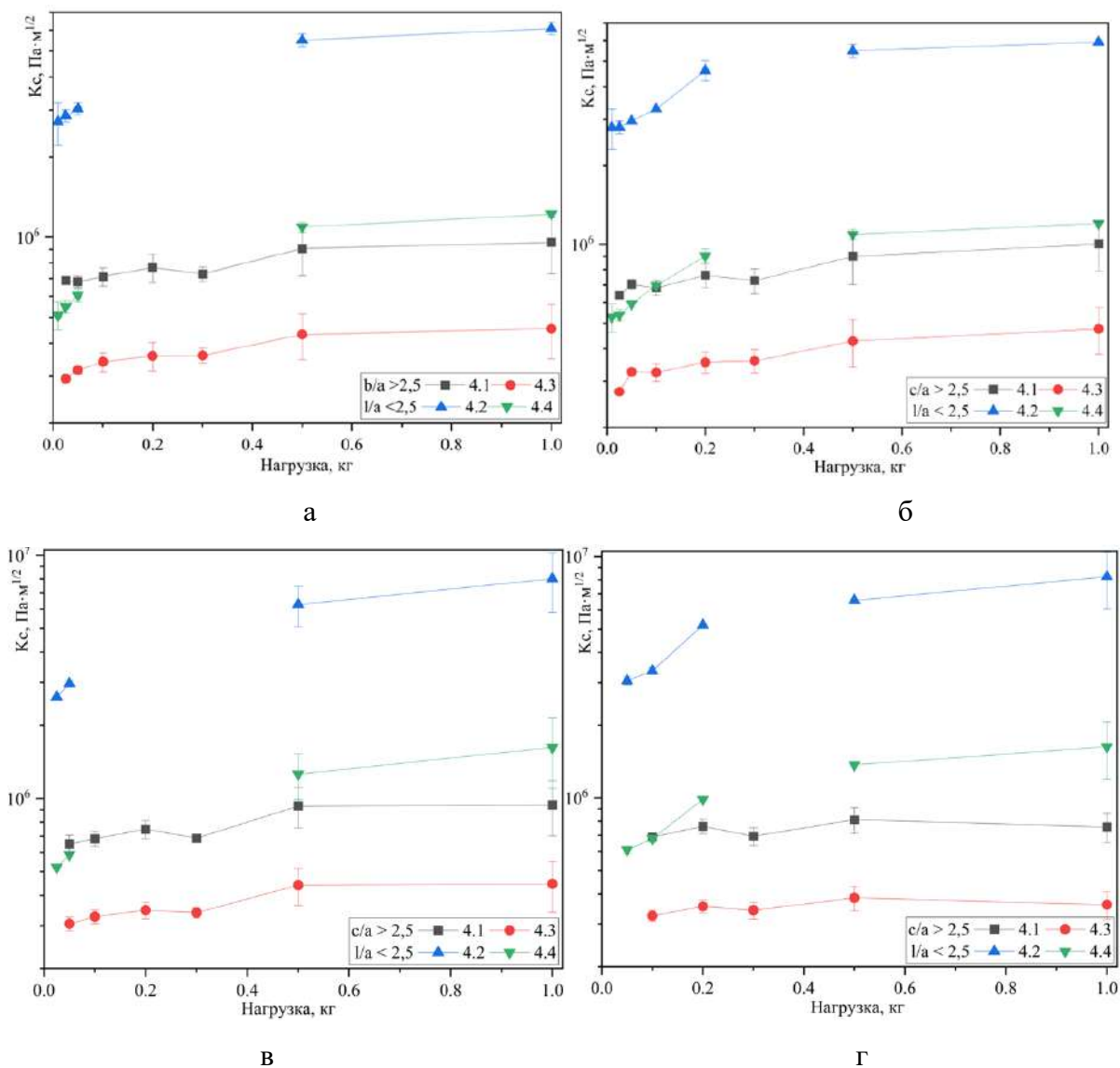
$$K_c = \frac{s}{\varphi} H \sqrt{D/2} \left( \frac{E_{\{hkl\}}}{H} \right)^{2/5} \left( \frac{D}{2c} \right)^{3/2} (b/a > 2,5) \quad (4.3)$$

$$K_c = 0,35 H \sqrt{D/2} \left( \frac{E_{\{hkl\}}}{H} \right)^{2/5} \frac{1}{\sqrt{2l}} (l/a < 2,5) \quad (4.4)$$

где,  $H$  – твердость, Па

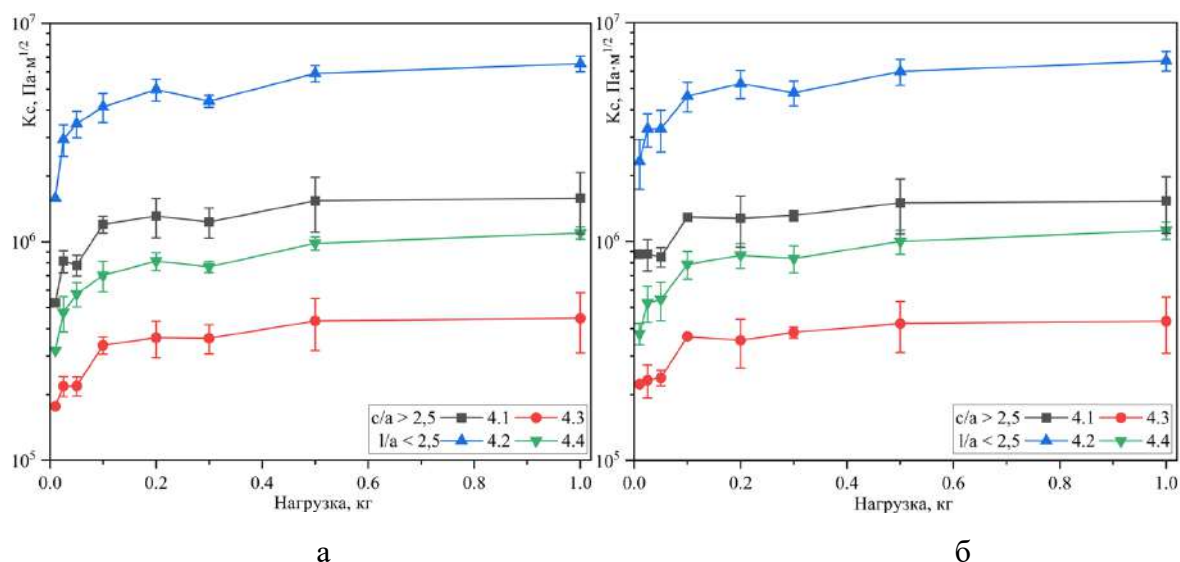
$\zeta$  – фактор формы;  $\zeta = 0,129$

$\varphi$  – фактор пластичности,  $\varphi = \frac{H}{\sigma_y}$ , где  $\sigma_y$  – предел текучести



а – As<sub>1</sub>; б – As<sub>2</sub>; в – Ga<sub>1</sub>; г – Ga<sub>2</sub>

Рисунок 4.14 – Соотношение средних значений  $K_{Ic}$  медианных трещин и нагрузки на индентор



а –L<sub>1</sub>; б –L<sub>2</sub>

Рисунок 4.15 – Соотношение средние значений  $K_{Ic}$  радиальных трещин и нагрузки на индентор

Отсутствие медианных трещин с длиной  $<l/a$  в диапазоне нагрузок 100-300г может свидетельствовать о смене механизма деформации при увеличении нагрузки. Из рисунков 4.14,4.15 видно, что наибольшее значение трещиностойкости характерно для радиальных ( $L$ ) трещин. С другой стороны, согласно [146], именно с их активным ростом связывают образование сколов и «чешуек», что во многом определяет процент брака при разделении интегральной схемы на чипы. В свою очередь, разрушения материала на финишных этапах изготовления прибора сопряжена с большими финансовыми издержками.

Выражения 4.1-4.4 справедливы если отпечаток индентора имеет «правильную» квадратную форму. Однако увеличения нагрузки, как и поворот плоскостей скола относительно диагоналей индентора, приводит к искажению формы отпечатка – изменяется соотношение его площади и периметра (рисунок 4.16).

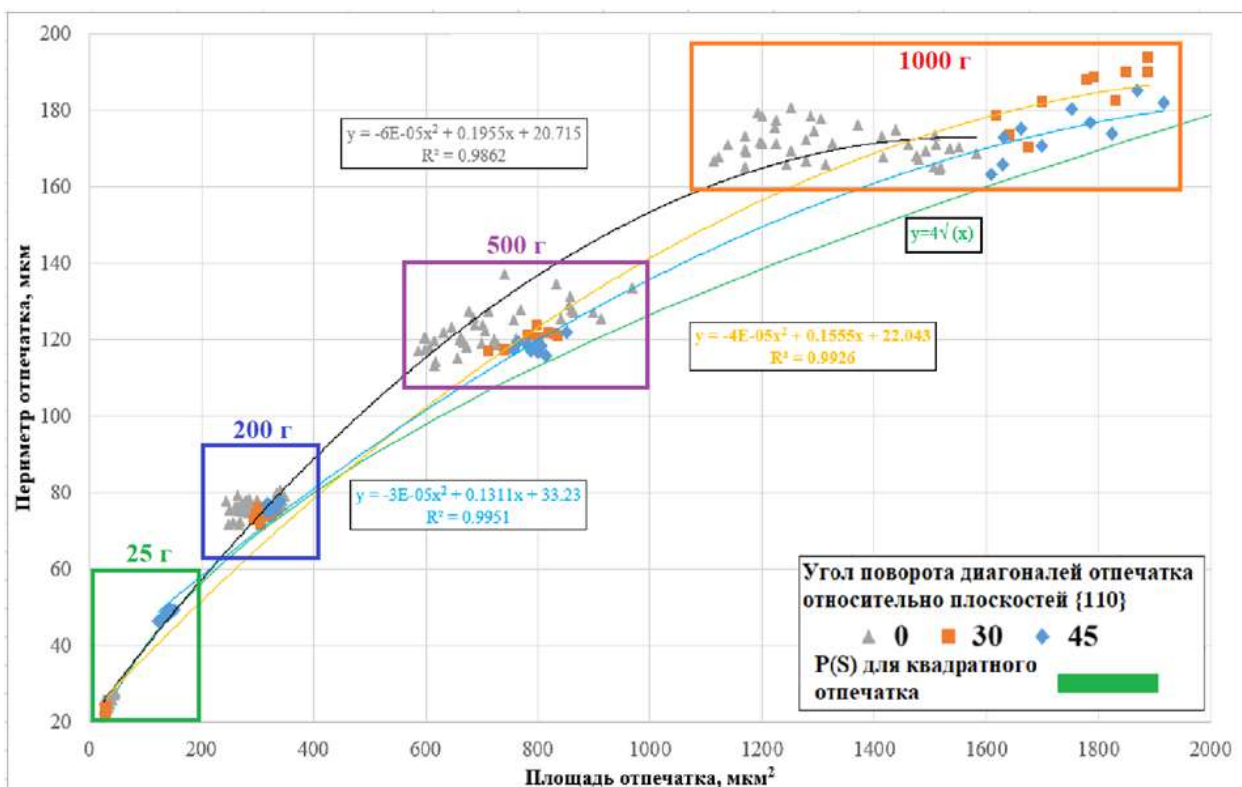


Рисунок 4.16 – Изменение геометрии отпечатка в зависимости от величины нагрузки при измерении твердости по Виккерсу и ориентации индентора относительно плоскостей скола {110}.

Поворот диагоналей индентора относительно плоскостей скола {110} при одинаковом кратном изменении координат  $S$  и  $P$  сопряжен с нарушением неизменности самоподобия аппроксимирующих кривых, что наиболее отчетливо прослеживается при низких (25 г) и высоких (1 кг) нагрузках и может свидетельствовать о различии в механизме деформации. В предельном случае, когда диагонали индентора расположены по плоскостям {100} наиболее активно идет распространение радиальных трещин под углом  $45^\circ$  к поверхности монокристалла, при этом образование медианных трещин затруднено. В координатах «площадь отпечатка  $S$  – его периметр  $P$ » при нагрузке 1 кг хорошо видно, как изменяется геометрия отпечатка в зависимости от характера распространения трещин – при сопоставимом периметре, отпечатки, полученные при повороте диагоналей относительно граней  $A_s$ ,  $G_a$  обладают большей площадью, что свидетельствует о различной релаксации напряженного состояния. Данный факт хорошо согласуется с гипотезой о том, что трещины, распространяющиеся в направлениях  $\langle 100 \rangle$  - неглубоки, когда как медианные трещины, чье развитие происходит по плоскостям скола, проникают вглубь материала (их глубина  $h$  сопоставимы с их длиной  $l$ ), а, следовательно, их образование и распространение сопряжено с большей релаксацией напряженного состояния.

## Глава 5 Измерение концентрации свободных носителей заряда

Одним из важнейших параметров любого полупроводникового материала является концентрация свободных носителей заряда (КСНЗ). Для ее нахождения обычно используют гальваномагнитные измерения, в первую очередь, эффект Холла в традиционной шестиконтактной геометрии либо с применением четырехконтактного способа измерения (метод Ван дер Пау). Принципиальная особенность всех этих методов заключается в необходимости нанесения на образец омических контактов, что, во-первых, в ряде случаев является сложной технической задачей, а во-вторых, предполагает некое воздействие на образец (например, локальный разогрев приконтактной области) [188]. Оптические методы в отличие от электрических не требуют нанесения контактов и не разрушают образец в процессе проведения измерений.

Оптические методы выгодно отличаются от электрофизических еще и тем, что их локальность определяется диаметром светового пятна (в нашем случае  $\approx 4$  мм). Перемещая исследуемый образец (пластину) относительно светового пучка, можно определить значение КСНЗ в разных точках, что принципиально необходимо для исследования распределения КСНЗ по площади пластины – рисунок 5.1 [189].

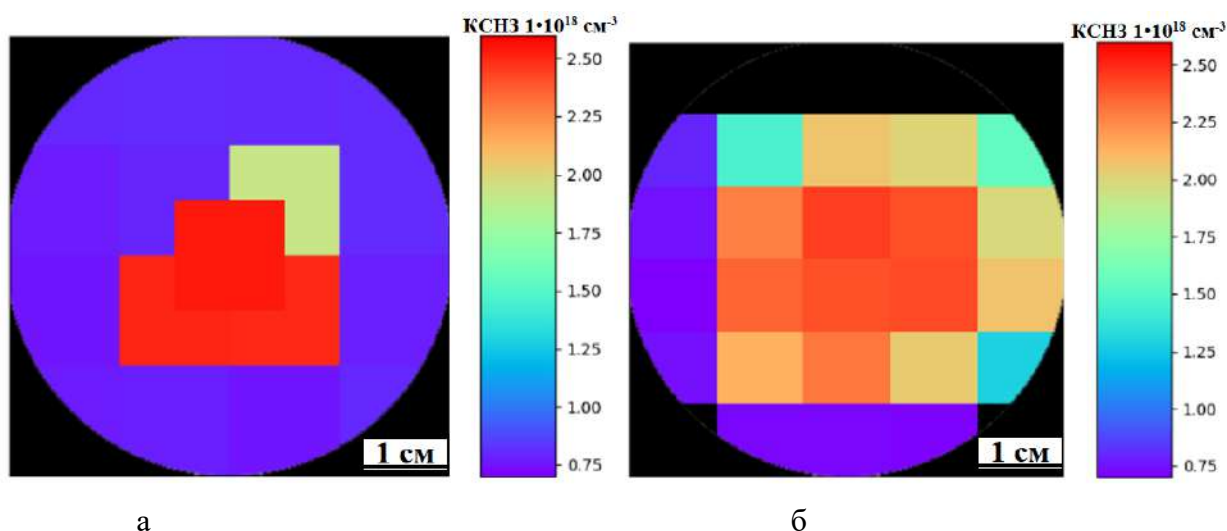


Рисунок 5.1 – Концентрационная неоднородность в монокристалле InSb [111]  
а – начало; б – конец

Определение концентрации свободных носителей заряда по спектрам плазменного отражения – способ давно известный и широко применяемый. Записывается спектр отражения исследуемого образца в средней (Mid) или дальней (Far) инфракрасной (IR) области при фиксированной температуре. Полученный спектр отражения обрабатывается с помощью соотношений Крамерса-Кронига; определяются спектральные зависимости

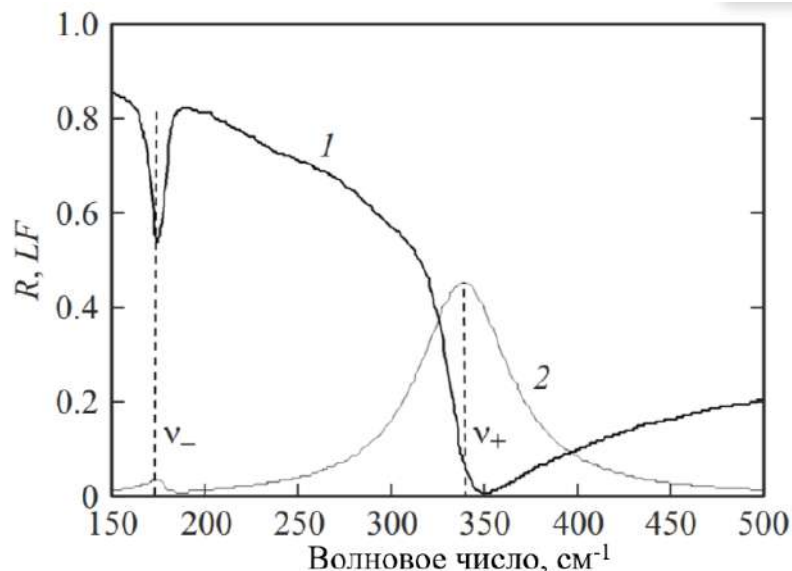
действительной,  $\varepsilon_1$ , и мнимой,  $\varepsilon_2$ , частей комплексной диэлектрической проницаемости  $\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2$  и вычисляется так называемая «функция потерь» [190].

$$LF = \text{Im}\left(-\frac{1}{\varepsilon}\right) = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2} \quad (5.1)$$

Для полупроводниковых монокристаллов группы  $A^{III}B^V$ , в отличие монополярных (элементарных) полупроводниковых материалов, расчет КСНЗ по спектрам отражения дополнительно усложняется в связи с существованием ионной составляющей межатомной связи, что предполагает необходимость учета плазмон-фононного взаимодействия (взаимодействия продольных оптических ( $LO$ ) фононов и плазменных колебаний) [191].

Поскольку для сильно легированных полупроводников КСНЗ не зависит от температуры, оптические измерения проводят при комнатной температуре, что существенно упрощает процедуру измерения.

Частотная зависимость функции потерь имеет характерный колоколообразный вид; её максимум соответствует характеристической частоте (волновому числу), определив значение которого, можно вычислить значение КСНЗ, используя расчетные градиентовочные зависимости. На рисунке 5.2 в качестве примера приведена спектральная зависимость коэффициента отражения и отвечающая ей функция потерь для  $n\text{-InSb}$  при  $T=295\text{ K}$ .



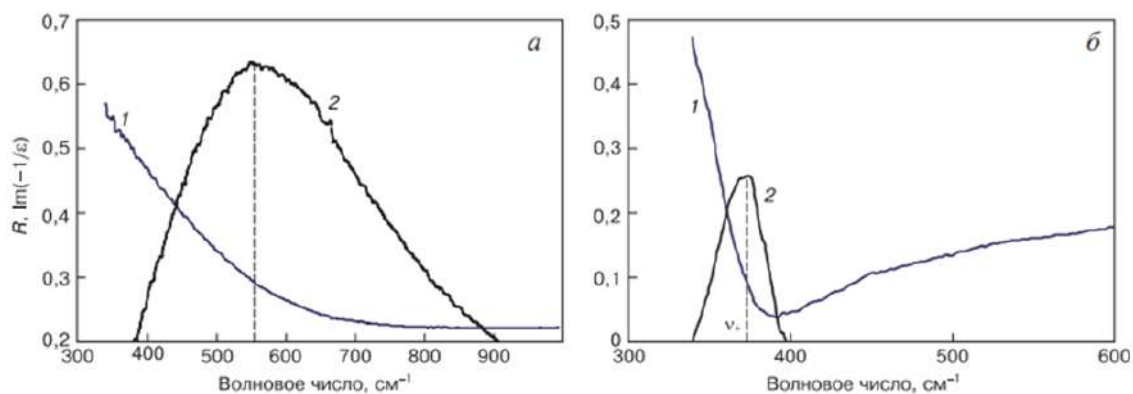
1 – спектральная зависимость коэффициента отражения; 2 – функция потерь

Рисунок 5.2 - Спектры отражения и графики функции потерь для  $\text{InSb}$ , легированного  $\text{Te}$

Левый (низкочастотный) максимум  $\nu_-$ , обусловленный  $LO$ -фононом, выражен слабо, тогда как правый (высокочастотный)  $\nu_+$  выражен более рельефно. Для образца  $\text{InSb}$ ,

легированного Те, спектр отражения и функция потерь которого представлены на рисунке 5.2,  $\nu_- = 175 \text{ см}^{-1}$ , а  $\nu_+ = 338 \text{ см}^{-1}$  [192].

Типичные спектры отражения образцов GaAs *n*- и *p*-типов проводимости и отвечающие им функции потерь при  $T=295 \text{ К}$  представлены на рисунке 5.3.



1 – спектр отражения; 2 – функция потерь

Рисунок 5.3 - Спектры отражения и графики функции потерь для образцов GaAs *p*-типа (а) и *n*-типа (б) проводимости

Из рисунка 5.3 видно, что минимум на спектре отражения образца GaAs *p*-типа выражен гораздо менее рельефно, чем у образца *n*-типа, а график функции потерь для образца *p*-типа размыт по сравнению с аналогичной функцией для образца *n*-типа. Независимо от типа проводимости максимум функции потерь сдвинут относительно минимума отражения в сторону меньших значений волнового числа, а величина сдвига определяется затуханием плазмонов [171].

Наиболее вероятно, что несоответствие в спектрах отражения образцов с различным типом проводимости (*n* и *p*) также связано с затуханием плазмонов. Необходимо отметить, что на размытость минимума спектра отражения также влияет качество обработки поверхности (шероховатость) образца. В [193] было показано, что минимум на спектре отражения с увеличением шероховатости поверхности становится менее выраженным, а график функции потерь уширяется, уменьшаясь по абсолютной величине.

Для монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  разных типов проводимости КСНЗ определялась путем построения градуировочных зависимостей, связывающих значения КСНЗ с характеристическим волновым числом. Градуировочные кривые были получены расчетным путем с учетом плазмон-фононного взаимодействия. Типичный вид градуировочной кривой для *p*-GaAs при  $T=295 \text{ К}$  представлен на рисунке 5.4.

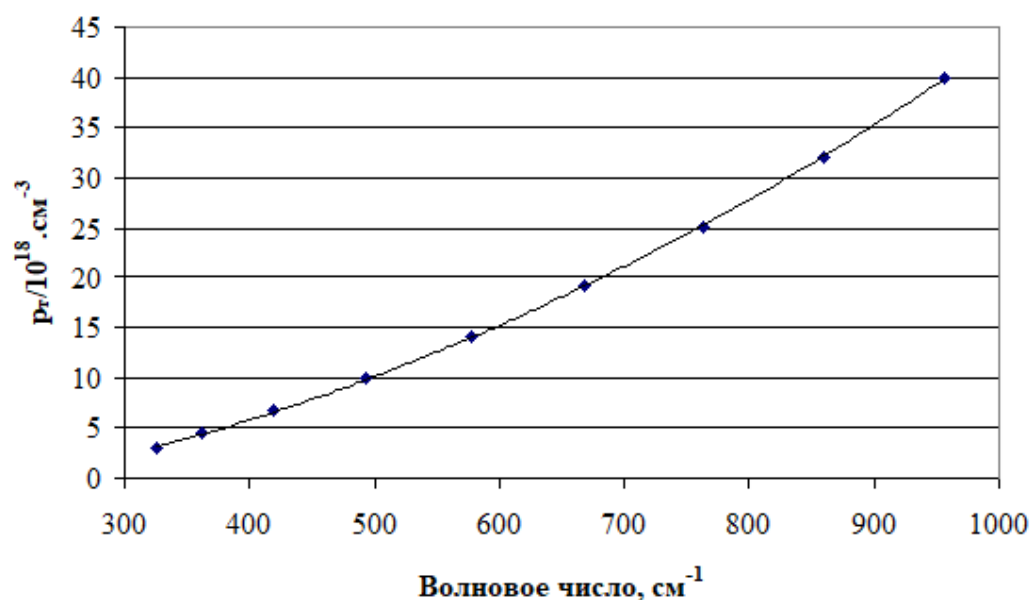


Рисунок 5.4 - Расчетная градуировочная зависимость концентрации тяжелых дырок от характеристического волнового числа для p-GaAs

Нижний предел диапазона значений КСНЗ, определяемых оптическим методом, зависит от конкретного спектрального прибора, используемого для проведения измерений. В нашем случае это был фурье-спектрометр Tensor-27 ( $\nu_{\text{мин}} = 340 \text{ см}^{-1}$ ). В таблице 5.1 представлены минимальные значения КСНЗ для различных полупроводниковых материалов, которые можно получить, используя упомянутый прибор.

Таблица 5.1 – Минимальные значения концентрации свободных носителей заряда, определяемые оптическим методом в интервале волновых чисел от  $350 \text{ см}^{-1}$  до  $1500 \text{ см}^{-1}$ .

Материал	Лигатура	Тип проводимости	Минимальное значение КСНЗ, $\cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$
GaAs	Te, Si	n	7,7
	Zn	p (тяжелые дырки)	40,0
InSb	Te	n	7,0
	Ge	p (тяжелый дырки)	74,0

Анализ градуировочных кривых показал, что в случае, когда не учитывается плазмон-фононное взаимодействие значение КСНЗ определяется с заметной погрешностью. Так, максимальное расхождение результатов определения КСНЗ с учетом плазмон-фононного взаимодействия и без него составило для n-InSb и GaAs 30 и 20%, соответственно [192], тогда как для n-InAs – 10% [193].

После записи спектров отражения на тех же образцах были проведены электрофизические измерения по методу Ван-дер-Пау при комнатной температуре. Далее проводилось сравнение значений КСНЗ, полученных холловским и оптическим методом.

Необходимо отметить, что оптические измерения позволяют получить информацию, относящуюся к приповерхностному слою образца, тогда как холловские – ко всему его объёму. Если принять допущение, что в качестве приповерхностного выступает скин-слой, то его толщину можно оценить на основе следующей известной формулы [190].

$$l = c \sqrt{\frac{2\varepsilon_0}{\omega\eta e N \mu}} \quad (5.2)$$

где,  $l$  - толщина скин-слоя, см,

$c = 3 \cdot 10^{10}$  — скорость света в вакууме см/с,

$\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-14}$  — диэлектрическая постоянная, Ф/см,

$\omega = 2\pi\nu(c^{-1})$  — круговая частота излучения,

$\eta$  — безразмерная магнитная проницаемость материала;  $\eta = 1$ ,

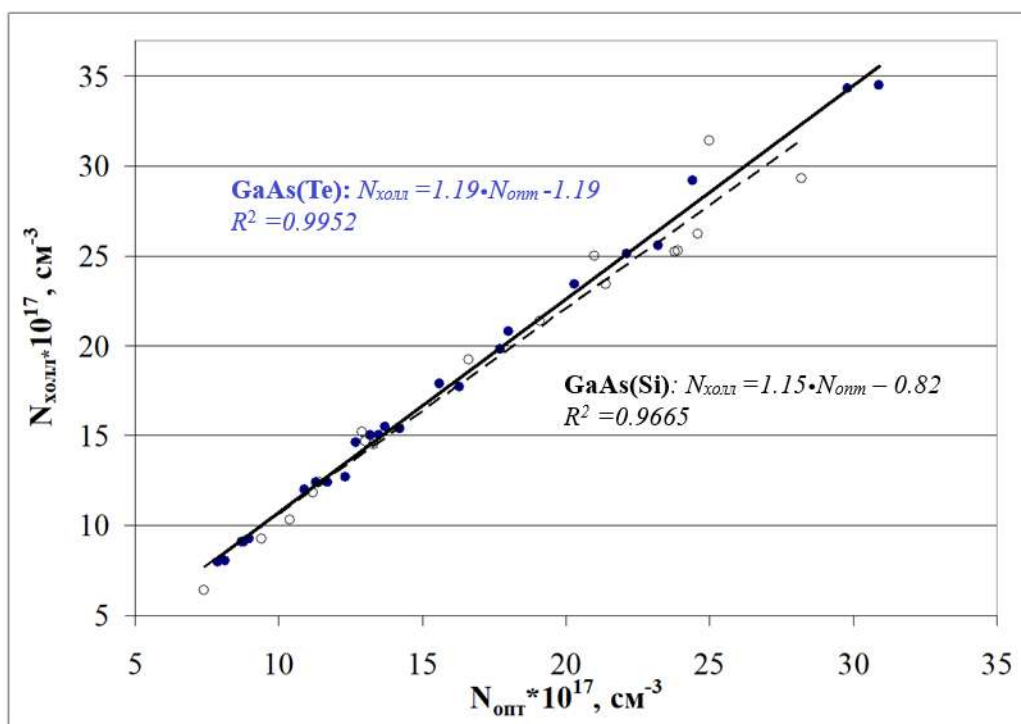
$e = 1.6 \cdot 10^{-19}$  - заряд электрона, Кл,

$N$  - концентрация свободных носителей заряда, см<sup>-3</sup>,

$\mu$  - подвижность свободных носителей заряда, см<sup>2</sup>/В·с.

Учитывая, что толщина скин-слоя – это расстояние, на котором интенсивность электромагнитной волны убывает в «е» = 2,71 раза (основание натурального логарифма), можно утверждать, что толщина приповерхностного слоя материалов А<sup>III</sup>В<sup>V</sup> составляет ~1 мкм. Так для образца n-GaAs с  $N = 1,0 \cdot 10^{18}$  см<sup>-3</sup> ( $\nu_+ = 390$  см<sup>-1</sup>) и  $\mu = 3,0 \cdot 10^3$  см<sup>2</sup>/В·с толщина скин слоя составляет 0,69 мкм [190].

Исходя из изложенного выше, можно предположить, что значения  $N_{opt}$  и  $N_{холл}$  могут отличаться друг от друга. Так, значения холловской концентрации превышают аналогичные значения оптической концентрации для n-GaAs, когда как n-InSb, n-InAs наблюдается обратная картина. При этом данная закономерность не определяется природой легирующей примеси. На рисунке 5.5 представлены экспериментальные данные ( $N_{холл}$  и  $N_{opt}$ ) для образцов GaAs, легированных теллуром и кремнием.



● - GaAs, легированный Te; ○ - GaAs, легированный Si.

Рисунок 5.5 – Значения  $N_{\text{холл}}$  и  $N_{\text{опт}}$  для монокристаллов GaAs. Темные кружки – образцы, легированные теллуром; светлые – кремнием.

Как видно из рисунка 5.5, наборы экспериментальных точек мало отличаются между собой. То же самое относится и к их линейным аппроксимациям. Иначе говоря, никакой принципиальной разницы в поведении легирующих примесей теллура и кремния применительно к исследованным образцам не наблюдается [190].

## Глава 6. Средства и стратегия управления качеством

Возникновение в монокристаллах полупроводников канальной неоднородности (эффекта грани - facet effect), оказывающей в первую очередь негативное влияние на их однородность, определяет также и широкий исследовательский интерес ввиду возможности наглядного отображения влияния варьирования параметров процесса на параметры материала [166]. Причина формирования «эффекта грани» - активный захват примесных атомов плоскостями с наибольшей ретикулярной плотностью  $\{111\}$  в процессе роста кристалла из расплава, что определяет непосредственную связь выраженности данного эффекта в зависимости от выбора кристаллографического направления выращивания [194]. Наиболее ярко канальная неоднородность выражена при выращивании монокристаллов полупроводников в кристаллографическом направлении  $[111]$  (рисунок 6.1).

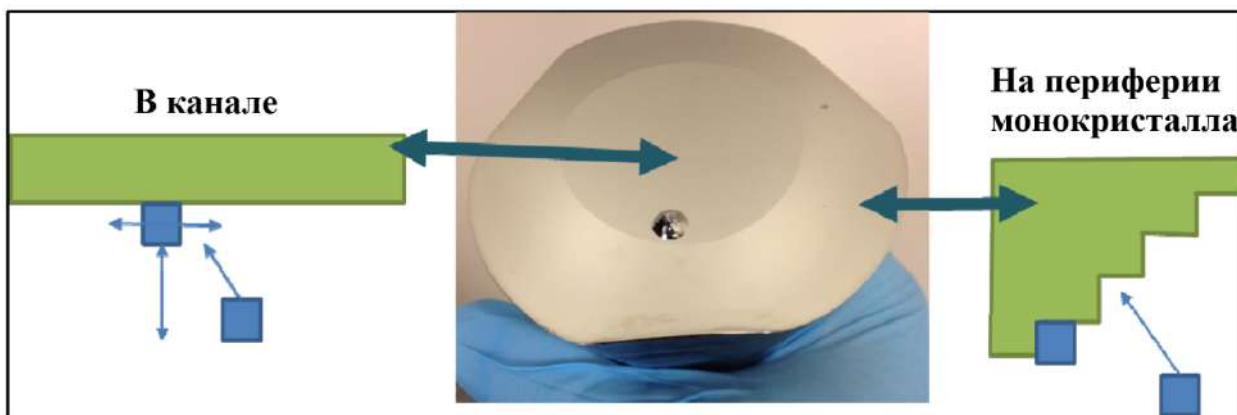


Рисунок 6.1 – Возникновение канальной неоднородности в монокристаллах InSb [111]

При сравнении концентрации свободных носителей заряда в начале, середине и в конце монокристалла InSb (111) видно, что при разрастания канала количество Te в расплаве уменьшается, это отражается в изменении усредненной по пластине концентрации –  $n_c > n_n > n_k$  ( $2,02 \cdot 10^{18} > 9,8 \cdot 10^{17} > 7,09 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ ). Наличие зон, обогащенных и обедненных легирующей примесью, определяет не только градиент физико-механических свойств, но и световой контраст при химическом травлении пластин [20,166,195].

В свою очередь, изменение морфологии канальной неоднородностью (линейных размеров, формы и расположения канала) напрямую отражает геометрию фронта кристаллизации, определяемую, в первую очередь, конвективными потоками расплава, а также осевым и радиальным температурными градиентами вблизи растущего (однородностью температурного поля ростовой печи).

Изменение параметров процесса оказывает следующее влияние на геометрию фронта кристаллизации:

1.  $W_3 \downarrow, V_3 \uparrow, \Delta T_o, \uparrow \Delta T_r \uparrow$  приводит к более выпуклому фронту кристаллизации и менее выраженной огранке монокристалла за счет более высокого вклада поверхностного натяжения расплава ( $\sigma$ ) – сужению канала, при выращивании монокристаллов в кристаллографическом направлении [111]

2.  $W_3 \uparrow, V_3 \downarrow, \Delta T_o \downarrow, \Delta T_r \downarrow, W_T \downarrow$  приводит к более плоскому фронту кристаллизации и к более ярко выраженной огранке монокристалла – сужению канала при выращивании в полярных направлениях.

Однако предположить, как повлияет изменения сразу несколько параметров процесса на геометрию фронта кристаллизации достаточно затруднительно, особенно при наличии на поверхности расплава флюса (жидкостной герметизации). Так, создание плоского фронта кристаллизации за счет снижения скорости вращения тигля с расплавом приводит к увеличению канала до размеров кристалла, однако в ходе дальнейшего роста

происходит изменение морфологии канала – переход его на периферию слитка (рисунок 6.2). Интересно, что при разрастании канала до размеров кристалла за счет изменения соотношения его массы к массе расплава в стационарных динамических условиях ( $W_3$ ,  $V_3$ ,  $W_T$  – const), независимо от конструктивных особенностей теплового узла ростовой печи (таблица 6.1) аналогичной картины не наблюдается – канал не вырождается в сегменты на периферии слитка.

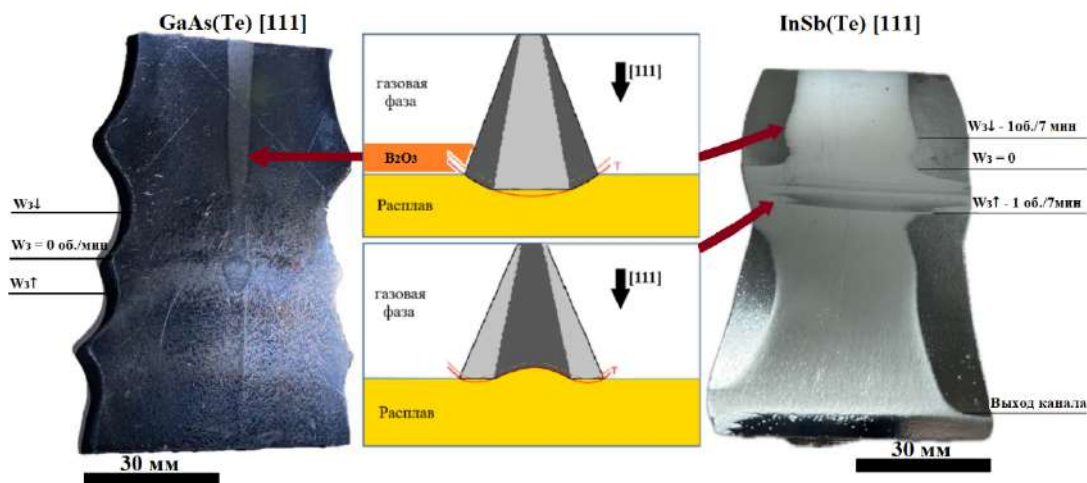


Рисунок 6.2 – Развитие канальной неоднородности в InSb и GaAs зависимости от изменения динамических параметров процесса выращивания (в пределах поля допуска).

Таблица 6.1 Технологические аспекты создания температурных градиентов на фронте кристаллизации при выращивании монокристаллов InSb (Te) в кристаллографическом направлении  $[111]$ .

№	Верг. экран	Гор. экран	h, мм	Разрастание канала до размеров монокристалла	$T_{оп}$ , °C	$W_3/W_T$	$V_3$ , см/час
1	-	-	35	Канал не вышел (двойник)	575	15/10	1,9
2	1	1	30	Обратный конус (о.к.)	570	15/10	1,8
3		1	25	Выше о.к. на 4 см	565	15/10	1,7
4		-	20	Выше о.к. на 2 см	560	15/10	1,7
5	2	-	20	Выше о.к. на 3 см	552	15/10	1,7
6	1	-	35	Канал не вышел	575	15/10	1,9

Установлено, что снижение скорости вращения тигля с расплавом и увеличение скорости вращения затравочного кристалла независимо от конструкции теплового узла (количества экранов) приводит к спрямлению фронта кристаллизации – разрастанию канала. Однако это также приводит к повышенной плотности дислокаций в начале монокристалла с  $5 \cdot 10^2$  до  $5 \cdot 10^3$  см<sup>-2</sup>, что наиболее вероятно вызвано температурной и химической неоднородностью расплава. Увеличение же скорости вытягивания

монокристалла ( $V_3 \uparrow$ ) приводит к выпуклому в расплав фронту кристаллизации, сдерживающему разрастание канала, а также к росту плотности дислокаций с  $5 \cdot 10^2$  до  $1 \cdot 10^3$  см<sup>-2</sup>. Снижение тока на нагревателе позволяет снизить плотность дислокаций с  $1 \cdot 10^3$  см<sup>-2</sup> до  $5 \cdot 10^2$  и лимитировать развитие канальной неоднородности. В свою очередь, уменьшение количества расплава (увеличение длины растущего монокристалла) приводит к спрямлению фронта кристаллизации – разрастанию канала до размеров кристалла, тем раньше, чем выше  $T_{он}$ .

Понимание общих закономерностей влияния параметров процесса на параметры монокристаллов InSb, являющегося «модельным» материалом, позволило перейти к решению более сложной задачи – выявлению критических параметров технологии, определяющих качество монокристаллов GaAs, выращенных методом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава. Наличие флюса икратно большая температура плавления (~525 и 1238 °С, соответственно) определяют актуальность применения инструментов ретроспективного анализ баз данных производственного контроля, таких как анализ вида распределения параметров процесса и материала [196-199] и прогноз свойств материала, на основе построения математических моделей [200-202].

Корреляционный анализ показал, что в парах «технологические факторы-параметры качества» - теснота взаимосвязи слабая ( $|r_{xy}| < 0,3$ ), исключая влияние  $V_T$ ,  $T_{он}$ ,  $W_T$ , на плотность дислокаций в начале (0,37, 0,41, 0,42 соответственно) и  $I_{фн}$  (-0,32) на подвижность свободных носителей заряда в конце монокристалла, соответствовало умеренной силе связи.

Такой результат может быть следствием совместного влияния температурных и динамических параметров на уровень качества и брака, что обычно описывают уравнением линейной регрессии  $\gamma_i(\xi_k)$  [203]. Прогноз плотности дислокаций ( $N_d$ ) и подвижности свободных носителей заряда ( $\mu$ ) относительно температурных и динамических параметров процесса выращивания монокристалла GaAs -  $W_T$ ,  $V_T$ ,  $W_3$ ,  $V_3$ ,  $T_{он}$ ,  $I_{фн}$  в рамках регрессионной модели выявил высокое расхождение фактических и прогнозируемых результатов (рисунок 6.3) - коэффициент корреляции  $R$  варьировался в диапазоне 0,23...0,47.

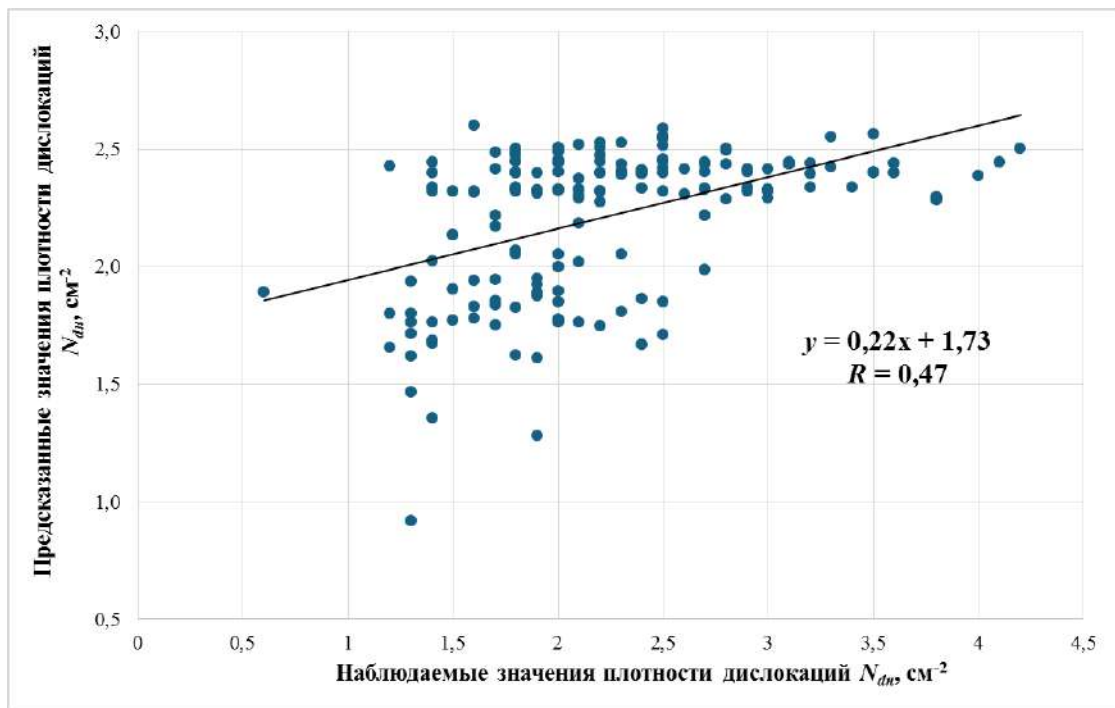


Рисунок 6.3 – Соответствие наблюдаемых и предсказанных значений плотности дислокаций

Одним из условий выполнения регрессии является соответствие вида распределения управляющих параметров нормальному закону [204]. Однако в нашем случае распределения значений  $W_3$  и  $T_{он}$  являются бимодальными и имеют две выраженные моды в интервалах 988...1078; 1257...1347 °С и 11,6...12,6; 14,8...15,8 об/мин (рисунок 6.4). Для распределения значений  $V_3$ ,  $V_T$  была характерна левосторонняя асимметрия  $A_s$  (-5,4 и -2,86) при остром его пике ( $E_s = 46,99$  и 15,62), тогда как для величин  $W_T$ ,  $I_{фн}$  - правосторонняя (1,26 и 0,87) и значения коэффициента эксцесса  $E_s$  (1,11 и 0,87) соответственно. Аналогичная ситуация наблюдается и при анализе распределения значений показателей качества монокристалла GaAs: значения коэффициентов асимметрии и эксцесса для  $\mu$  и  $N_d$  составили 1,31...2,06 и 0,39...0,70; 11,67...14,26 и -0,33...0,34 соответственно. И если для характеристики качества для  $N_{dk}$  гипотеза о нормально распределении не отвергается (при  $A_s=0,39 < A_{скр} = 0,48$ , с риском  $\alpha < 0,01$  [205]), это прежде всего отражает симметричность распределения значений, но не всегда - соответствие нормальному закону.

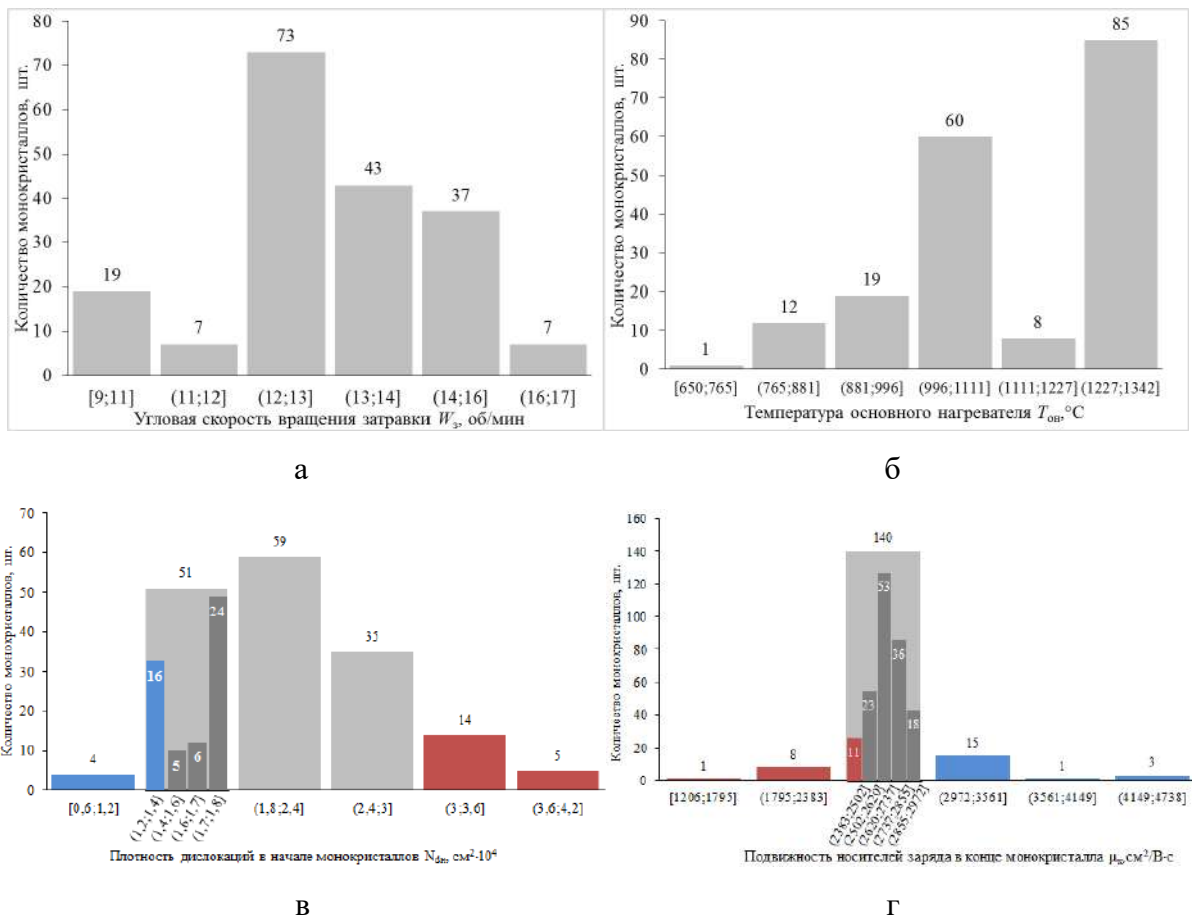


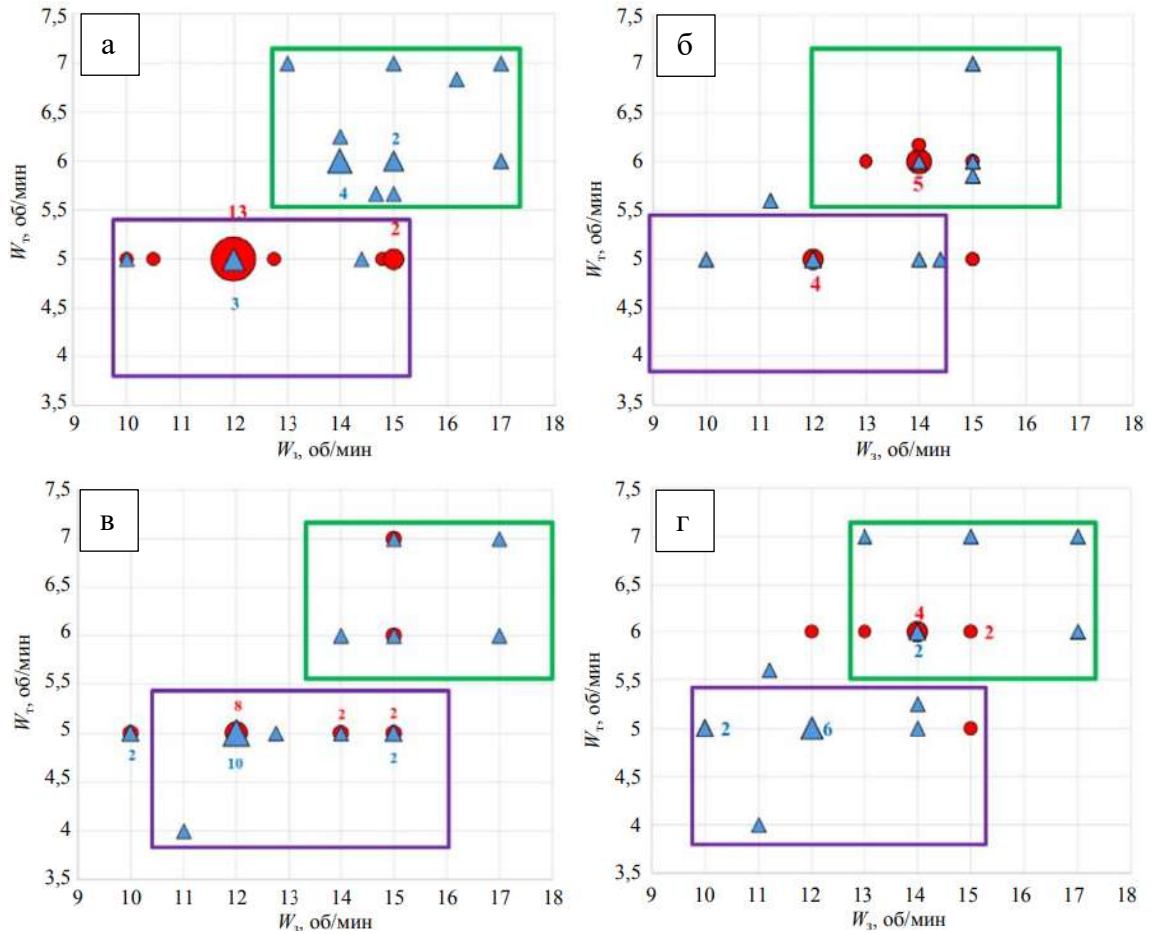
Рисунок 6.4 – Гистограммы распределений значений температуры основного нагревателя (а) и скорости вращения тигля (б), а также плотности дислокаций в начале (в) и подвижности свободных носителей заряда в конце (г) монокристалла GaAs

В нашем случае применение непараметрического критерия Смирнова показало, что распределение значений плотности дислокаций в конце монокристаллов GaAs подчиняется нормальному закону ( $t_{эмп} = 0,1 < t_{табл} = 0,3$  с риском  $\alpha < 0,001$ ) [167].

В этой связи может быть полезно определение влияния технологических параметров на качество продукции, оцениваемой по совокупности значений её характеристик на верхнем и нижнем пределах их распределений (хвосты соответствующих гистограмм распределения) [204] - рисунок 6.4 в, г.

Оценку совместного влияния параметров процесса на предельные значения характеристик качества материала проводили на основе поиска и разделения «плотных» облаков точек при отображении зависимости  $\gamma_i(\xi_k)$  на разные плоскости  $\xi_k$ - $\xi_m$ . При выборе оптимальной плоскости  $\xi_k$ - $\xi_m$  учитывали действующие физические закономерности. В частности, для снижения уровня напряжений и улучшения дислокационной структуры GaAs необходимо снижение неоднородности теплового поля (снижение осевого  $\nabla T_o \downarrow$  и радиального  $\nabla T_r \downarrow$  градиентов температур), - спрямление фронта кристаллизации. К более

плоскому фронту кристаллизации и ярко выраженной огранке монокристалла приводит также повышение скорости вращения затравки  $W_3$  и снижение скорости вращения тигля  $W_T$  (рисунок 6.5) [39,167].



▲ -  $N_{dk} < 1,4 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ;  $N_{dk} < 1,8 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ; ● -  $N_{dk} > 3,0 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ;  $N_{dk} > 6,2 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ; ▲ -  $\mu_n > 3437 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$ ;  $\mu_n > 2972 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$  ● -  $\mu_n < 2992 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$ ;  $\mu_n < 2502 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$

Рисунок 6.5 – Совместное влияние скоростей вращения тигля с расплавом  $W_T$  и затравки  $W_3$  на плотность дислокаций ( $N_d$ ) и подвижность свободных носителей заряда ( $\mu$ ) в начале (а,б) и в конце (в,г) монокристалла GaAs соответственно

Установлено, что в диапазоне скоростей вращения  $W_3 = 13 \dots 17$  и  $W_T = 5,5 \dots 7$  об/мин возможно получить низкий уровень плотности дислокаций в начале монокристалла при практически нулевой вероятности получения высокой плотности дефектов кристаллической решетки ( $N_{dk} > 3,0 \text{ см}^{-2}$ ). Однако получить при этом низкую плотность дислокаций в конце монокристалла ( $N_{dk} \leq 1,8 \text{ см}^{-2}$ ) с риском  $\alpha = 0,29$  удалось лишь при максимальной скорости вращения кристалла  $W_3 = 17$  об/мин, что также обеспечило и высокую подвижность свободных носителей в конце монокристалла.

Интересно, что в ходе роста монокристалла риск низкой подвижности свободных носителей заряда ( $\mu$ ) и высокой плотности структурных дефектов ( $N_d$ ) изменялся обратно

пропорционально -  $\alpha(\mu)$  с 0,66 до 0,54 и  $\alpha(N_d)$  с 0 до 0,29 соответственно. На начальной стадии процесса выращивания масса расплава ( $m_L$ ) максимальна, в связи с чем, обеспечение его однородности, за счет варьирования технологических параметров, главным образом за счет увеличения  $W_T$ , затруднено. В свою очередь масса монокристалла ( $m_S$ ), определяющая также и отток тепла ( $\nabla T_0$ ), мала, в связи с чем снизить кривизну фронту кристаллизации удалось ( $N_{дн} \downarrow$ ) в широком интервале параметров процесса  $\xi_k$  [43]. Снижение объема расплава ( $\frac{m_S}{m_L} \uparrow$ ) определяет высокую интенсивность его конвективного перемешивания (поступление расплава от стенок тигля к периферии фронта кристаллизации)- высокую степень химической однородности, что позволяет гарантировать высокую  $\mu_k$  ( $>2724$  см<sup>2</sup>/В•с) – в диапазоне  $W_3$  10...14 и  $W_T$  4...5,5 об/мин [207]. По аналогии с выборкой  $\mu_n$ , облако точек, соответствующее выборке значений  $N_{дк}$ , расслаивается на две подобласти, в пределах которых вероятность получения предельно низкой и высокой плотности структурных дефектов сопоставима. С увеличением размера растущего кристалла коэффициенты корреляции  $|r_{xy}|$  в парах «все параметры процесса - величина плотности дислокаций» снижались с 0,303 до 0,101, а в парах «все параметры процесса - подвижностью свободных носителей заряда» увеличивались с 0,080 до 0,158.

Существенная вероятность получения предельных значений подвижности свободных носителей заряда в интервале скоростей вращения  $W_3$  12...17 при  $W_T$  4...5,5 об/мин как в начале, так и в конце монокристалла при повышенном риске высокой плотности дислокаций -  $\alpha(N_{дн}) = 0,79$  и  $\alpha(N_{дк}) = 0,43$  соответственно может быть связана с определяющим влиянием на параметры монокристалла состава шихты (загрузки) и взаимного расположения тигля с расплавом и фонового нагревателя относительно основного [208], действительно:

– При  $W_T=5$  об/мин,  $V_T=0,032$  мм/мин,  $W_3=12$  об/мин,  $V_3=0,3$  мм/мин,  $T_{он}=1241$  °С,  $I_{фн}=70$  А уменьшение доли ранее отработанного сырья (верхний и нижний конус предыдущего монокристалла) в загрузке до 24 % позволило снизить плотность дислокаций  $N_{дн}$  с 3,6 до  $1,4 \cdot 10^4$  см<sup>-2</sup> и  $N_{дк}$  с 7,4 до  $4,4 \cdot 10^4$  см<sup>-2</sup>. Тогда как при повышении  $T_{он}$  до 1267,  $I_{фн}=80$  при схожем составе загрузки для повышения качества необходимо заглубление фонового нагревателя, однако при снижении  $N_{дн}$  с 4,1 до  $1,4 \cdot 10^4$  см<sup>-2</sup> увеличивается плотность дефектов в конце 1,3 до  $5,1 \cdot 10^4$  см<sup>-2</sup> при высокой подвижности  $\mu_k=3997$  см<sup>2</sup>/В•с.

– При  $W_T=5$  об/мин,  $V_T=0,032$  мм/мин,  $W_3=12$  об/мин,  $V_3=0,3$  мм/мин,  $T_{он}=1051$  °С,  $I_{фн}=80$  А подъем фонового нагревателя на 4,2 см позволяет снизить плотность дислокаций как в начале, так и в конце монокристалла -  $N_{дн}$  с 3,2 до  $1,4$  см<sup>-2</sup>, а  $N_{дк}$  с 4,6 до  $1,6 \cdot 10^4$  см<sup>-2</sup>;

Установлено, что при  $W_3=13$  об/мин и  $W_T=5$  об/мин в конце монокристалла с риском  $\alpha = 0,25$  формируется канальная неоднородность (facet effect - эффект грани), выраженная в виде отдельных сегментов на его периферии (рисунок 6.6) [209]. Область, обогащенная теллуром, из-за активного захвата его атомами плоскостями  $\{111\}$  не является существенной в масштабах пластины и составляет  $\sim 4 \text{ мм}^2$  при размахе значений КСНЗ  $\sim 0,7 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ . При этом в кристаллах GaAs без «эффекта грани» электрофизическая неоднородность была несущественна [167].

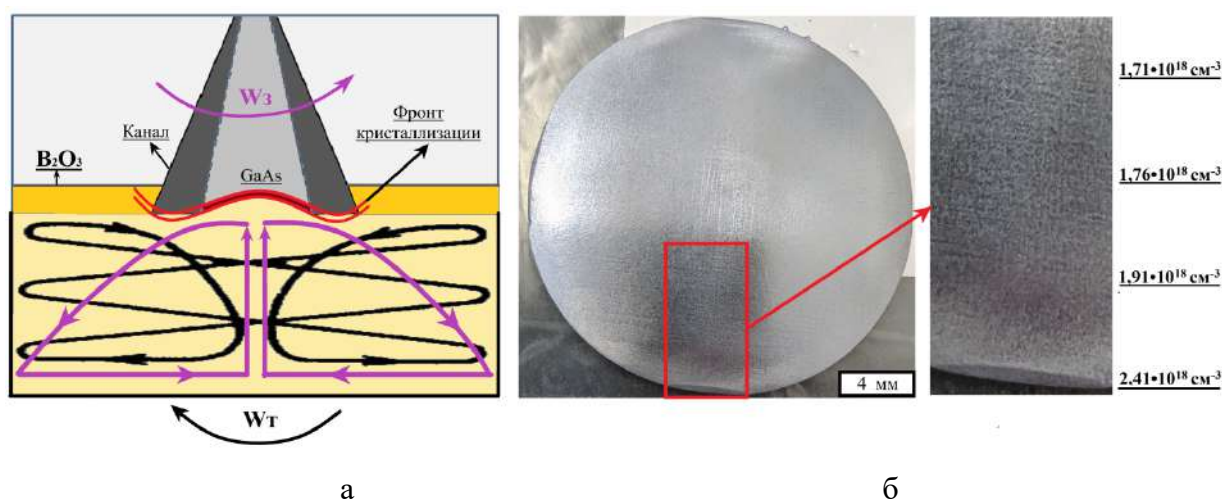
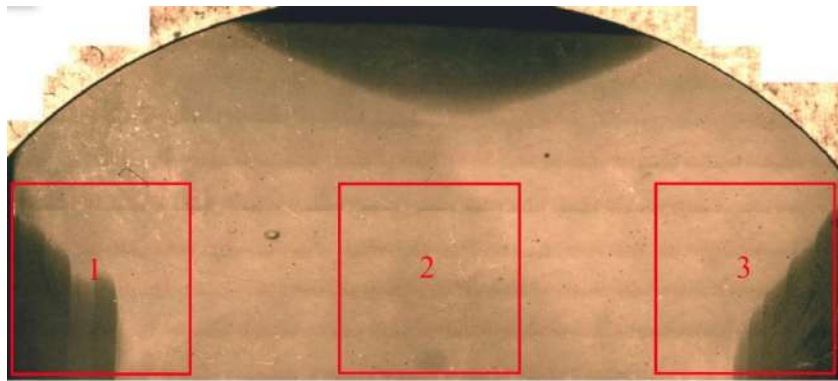


Рисунок 6.6 – Изменение геометрии фронта кристаллизации при варьировании скоростей вращения затравки и тигля (а), приводящее к возникновению канальной неоднородности (б).

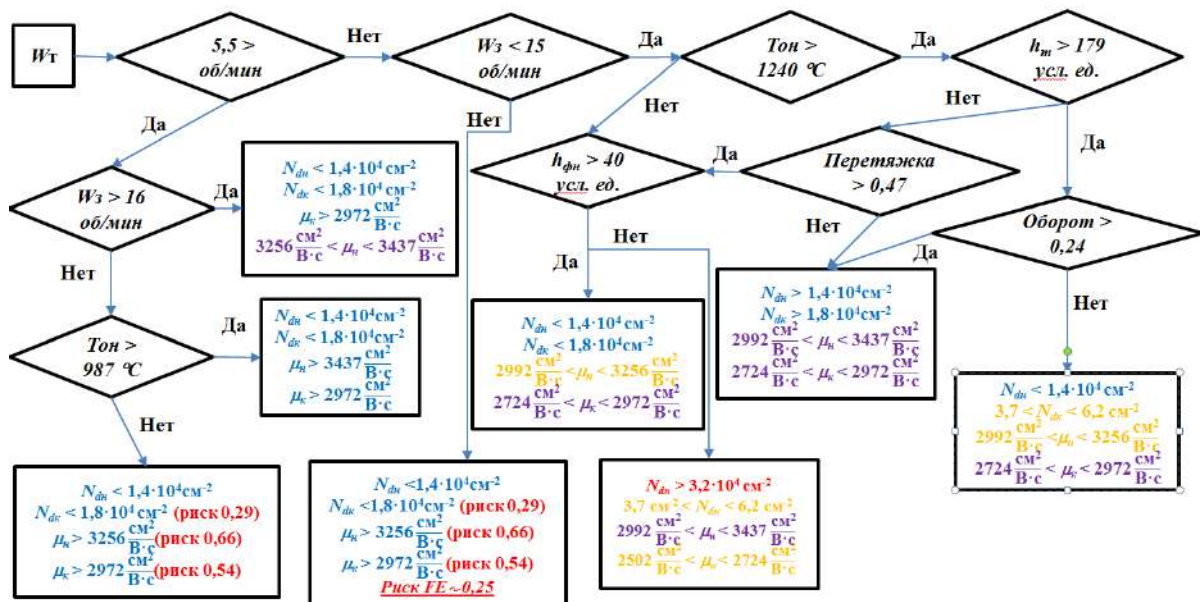
Можно предположить, что при формировании на подложке чипов, размер которых сопоставим с размером канальной неоднородности пластины, может наблюдаться разброс выходных характеристик интегральной схемы. Так, изменение концентрации теллура, характеризуемое изменением КСНЗ  $\sim 1 \dots 2,8 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ , может привести к существенному увеличению микротвердости пластин GaAs [143], что может снизить сопротивление материала хрупкому разрушению – снижению вязкости разрушения. Однако в какой мере – задача отдельного исследования. Интересно, что в монокристаллах InSb [100], легированных теллуром, «эффект грани», в отличие от GaAs, формируется в начале слитка и в виде 4-х, а не 2-х сегментов на его периферии (рисунок 6.7).



$$\begin{array}{lll}
 n = 6,84 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3} & n = 5,64 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3} & n = 6,24 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3} \\
 \mu = 2,25 \cdot 10^4 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с} & \mu = 2,89 \cdot 10^4 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с} & \mu = 2,31 \cdot 10^4 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с} \\
 \rho = 4,06 \cdot 10^{-4} \text{ Ом} \cdot \text{см} & \rho = 3,84 \cdot 10^{-4} \text{ Ом} \cdot \text{см} & \rho = 4,34 \cdot 10^{-4} \text{ Ом} \cdot \text{см}
 \end{array}$$

Рисунок 6.7 – Фрагмент пластины, отрезанной от начала монокристалла InSb [100], легированного теллуром.

Для тех процессов, где не соблюдались выявленные закономерности, проводился последовательный поштучный анализ траекторий технологии, который позволил в ряде случаев выделить причины этого. На этой основе была сформирована блок-схема сценариев прохождения технологического процесса выращивания GaAs с оценкой риска получения продукции с приемлемым уровнем качества (рисунок 6.8).



■, ■ предельные значения выходных параметров значения (на хвостах распределений),  
 ■, ■ значения выше и ниже средних значений по выборкам соответственно

Рисунок 6.8 – Фрагмент блок-схемы сценариев прохождения процесса выращивания GaAs.

Наличие такой блок-схемы позволяет оптимизировать прохождение технологического процесса – ограничивая, в частности, диапазоны изменения тех или иных технологических параметров. Так, например, снижение скорости вращения тигля с расплавом ниже 5 об/мин закономерно (за счет снижения его конвективного перемешивания), привело к увеличению количества структурных несовершенств и снижению подвижности свободных носителей заряда. Скомпенсировать влияние такого возмущения на подвижность свободных носителей  $\mu_n$  оказалось возможным за счет установления следующих температурных и динамических условий –  $T_{\text{он}} > 1000$  °С,  $I_{\text{фн}} > 90$  А,  $W_3 > 14$  об/мин, а на  $\mu_k N_{\text{дк}}$  при скорости вращения затравки  $< 15$  об/мин. В свою очередь, эффект, связанный с повышением плотности дислокаций  $N_{\text{дк}}$  при пониженной скорости вращения затравки ( $W_3 < 17$  об/мин), был нивелирован изменением величины соотношения  $T_{\text{он}}/I_{\text{фн}}$  с 10,69 до 10,58 °С/А, например, за счет повышения тока на фоновом нагревателе, что вероятно связано с изменением осевого радиального градиента на фронте кристаллизации [167].

Установлено также, что обеспечить предельный уровень качества монокристаллов GaAs ( $N_{\text{дн}} < 1,4 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ;  $N_{\text{дк}} < 1,8 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ;  $\mu_n > 3437 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$ ;  $\mu_k > 2972 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$ ) становится возможным при следующем сочетании параметров процесса выращивания:  $W_T > 6$  об/мин,  $W_3 < 16$  об/мин,  $T_{\text{он}} > 987$ ,  $I_{\text{фн}} > 90$  А.

## Выводы

1. Для панорамных изображений ямок травления в 256 оттенках серого в единых координатах из сопоставления распределений значений интенсивности яркости пикселей (в градациях серого), соответствующих ямкам травления и фону (с учетом различий в яркости ячеек панорамы и её каркаса – стык смежных кадров) выявлен критерий перевода изображения в бинарное – точки пересечения гистограмм яркости однотипных элементов изображения. Из статистики распределения площадей темных объектов - порог фильтрации шумов.

2. Для оценки неоднородности размещения ямок травления на панорамном изображении использовано его разбиение по методу Вороного, с последующей оценкой статистики распределения (по величинам коэффициентов асимметрии и эксцесса) расстояний между темными объектами (центрами полиэдров Вороного) и числа ближайших соседей. Показано, что для получения воспроизводимых результатов цифровых измерений изображений ямок травления (геометрии объектов, их размещения) необходимо накопление представительного объема измерений.

3. Установлено, что при воздействии индентора на поверхность монокристалла GaAs:

- в первую очередь образуются трещины по грани летучего компонента. Для образования системы трещин по плоскостям скола  $\{110\}$  с минимальным риском неконтролируемого хрупкого разрушения необходим прецизионный подбор нагрузки;

- поворот главных диагоналей индентора относительно плоскостей скола  $\{110\}$  приводит к активному развитию радиальных трещин в направлениях  $\langle 100 \rangle$ . Их слияния сопряжено с риском образования сколов.

4. Оценены значения концентрации свободных носителей заряда, рассчитываемые по спектрам отражения в интервале волновых чисел от  $350 \text{ см}^{-1}$  до  $1500 \text{ см}^{-1}$ .

5. Оптические и электрофизические измерения концентрации электронов проводимости образцов n-GaAs, легированных теллуром и кремнием не выявили влияния природы примесей на определение концентрации свободных носителей зарядов.

6. Установлено, что распределение значений параметров технологии выращивания монокристаллов GaAs методом Чохральского и его продукта, не подчиняются нормальному закону (за исключением распределения значений плотности дислокаций в конце монокристаллов GaAs – в соответствии с критерием Смирнова  $t_{\text{эсп}} = 0,1 < t_{\text{табл}} = 0,3$  с риском  $\alpha < 0,001$ ), в связи с чем, закономерно наблюдалось существенное расхождение между фактическими и прогнозируемыми в рамках регрессионной модели результатами (коэффициент корреляции  $R = 0,23 \dots 0,47$ ).

7. Подтверждена эффективность приемов когнитивной графики для выявления критических параметров технологии (и зон их риска в пределах поля допуска), что было

использовано при составлении блок-схемы сценариев прохождения процесса выращивания монокристаллов GaAs. Её наличие - основа для корректировки технологии выращивания с целью повышения качества монокристаллов GaAs.

## Список использованных источников

1. Л.П. Ануфриев, С.В. Бордусов, Л.И. Гурский и др. Технология интегральной электроники: учебное пособие // «Интегралполиграф», - Минск – 2009 г. – с.350
2. Полищук А. Полупроводниковые материалы и приборы для жестких условий эксплуатации //Современная электроника. – 2006. – №. 4. – С. 20
3. Мильвидский М. Г., Освенский В. Б. Структурные дефекты в монокристаллах полупроводников. – М.: Металлургия, 1984
4. Филатов П. А. и др. Изучение механизма образования микродефектов в монокристаллах GaAs, выращенных из раствора-расплава с избытком галлия //Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. – 2008. – №. 4. – С. 57-62.
5. Демаков Ю. П. Лекции по физическим основам электроники //Ижевск: ИжГТУ. – 2008.
6. Van Vechten J. A. Point defects and deep traps in III–V compounds //Czechoslovak Journal of Physics B. – 1980. – Т. 30. – №. 4. – С. 388-394.
7. Андреев Ю. Н. и др. Внутреннее трение при изменении формы малых включений //Физика и техника полупроводников. – 2000. – Т. 34. – №. 6. – С. 644.]
8. Раков В.В., Лайнер Б.Д., Мильвидский М.Г. – ЖВХ, 1969, т. 43, с. 2874 – 2879
9. Ежлов В. С. и др. Способ получения крупногабаритных монокристаллов антимонида индия. – 2013
10. Маянов Е. П., Гасанов А. А., Наумов А. В. Метод Чохральского: история и развитие //Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. – 2018. – Т. 19. – №. 1. – С. 59-70.
11. Nishizawa J. et al. Nonstoichiometry of TE-doped GaAs //Japanese Journal of Applied Physics. – 1974. – Т. 13. – №. 1. – С. 46. doi:10.1143/jjap.13.46
12. Таиров Б. А., Гасанова Х. А., Селим-заде Р. И. Температурная зависимость коэффициента Холла в системе  $Bi_{1-x}Sb_x$  ( $x= 0.06, 0.12$ ) //Физика и техника полупроводников. – 2016. – Т. 50. – №. 8. – С. 1016-1020.
13. Угрин Ю. О., Шерегий Е. М. О вкладе различных типов носителей тока в явления переноса p-InSb //Физика и техника полупроводников. – 1988. – Т. 22. – №. 8. – С. 1375-1380.
14. Ермачихин А. В. и др. Сравнение методов релаксационной спектроскопии глубоких уровней при анализе релаксационного тока //Вестник РГРТУ. – 2022. – №. 82. – С. 207-217.

15. Филатов П. А. и др. Микродефекты в термообработанных монокристаллах GaAs (Si), выращенных методом вертикальной направленной кристаллизации //Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. – 2008. – №. 2. – С. 29-33.
16. Бублик В. Т. и др. Микродефекты в монокристаллах GaAs, легированных Si и полученных различными методами //Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. – 2009. – №. 3. – С. 63-69
17. Hong J. et al. Exploring atomic defects in molybdenum disulphide monolayers //Nature communications. – 2015. – Т. 6. – №. 1. – С. 1-8.
18. С. С. Шифрин, В. Б. Освенский, М. Г. Мильвидский, Л. М. Моргулис, С. И. Гришина "Природа мелких ямок травления в легированных теллуром монокристаллах GaAs // Кристаллография – 1973. - Т.18 - №. 6 – с. 1299-1302
19. Абдуллин Ф. А. и др. Применение методов селективного травления кремния для оценки качества пластин при изготовлении микромеханических датчиков //Модели, системы, сети в экономике, технике, природе и обществе. – 2018. – №. 1 (25). – С. 72-79.
20. Sangwal K. Etching of crystals: theory, experiment and application. – Elsevier, 2012
21. Югов А. А. и др. Структурные особенности, связанные с двойникованием в процессе роста монокристаллов арсенида галлия методом Чохральского //Кристаллография. – 2020. – Т. 65. – №. 6. – С. 857-861
22. N. Y. Komarovskiy, S. N. Knyazev, E. A. Sokolovskaya, A. V. Kudrya, A. S. Sukhanova, V. E. Antonova, E. V. Molodtsova Metrological support of digital measurements of images of etch pit inhomogeneity in GaAs single crystals// Applied physics. 2025. №4 DOI: 10.51368/1996-0948-2025-4-59-67
23. Давлеткильдеев Н. А. Применение методов сканирующей электросиловой микроскопии для изучения структуры и электрической природы микродефектов в арсениде галлия n-типа // Техника радиосвязи. 2024. Выпуск 1 (60). С. 92–101.]
24. Шифрин С. С., Мильвидский М. Г., Освенский В. В. Проекционное травление как метод исследования дефектов структуры кристаллов полупроводников //Кристаллография. – 1982. – Т. 27. – №. 4. – С. 712-721
25. Weyher J. L. et al. Recent advances in defect-selective etching of GaN //Journal of Crystal Growth. – 2000. – Т. 210. – №. 1-3. – С. 151-156
26. Говорков А.В., Поляков А.Я., Югова Т.Г., Смирнов Н.Б., Петров Е.А., Меженный М.В., Марков А.В., Ли И.-Х., Пиртон С.Дж. Идентификация дислокаций и их влияние на процессы рекомбинации носителей тока в нитриде галлия. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2007. – №. 7. – С. 18–24.

27. Милвидский М.Г., Освенский В.Б., Шифрин С.С., Гришина С.П. Термические напряжения как фактор, определяющий образование дислокаций в кристаллах полупроводников// Рост и легирование полупроводниковых кристаллов и пленок Ч2. – 1977. – с.273
28. Хирт Д., Лоте И. Теория дислокаций/Пер. с англ. под ред. Надгорного ЭМ, Осипьяна Ю. – 1972.
29. Аврутин В. С. и др. Низкотемпературная релаксация упругих напряжений в SiGe/Si-гетероструктурах, облученных ионами Ge //Физика и техника полупроводников. – 2004. – Т. 38. – №. 3. – С. 325-330
30. Марков А. В., Мильвидский М. Г., Освенский В. Б. О роли дислокаций в формировании свойств монокристаллов полуизолирующего GaAs //Физика и техника полупроводников. – 1986. – Т. 20. – №. 4. – С. 634-640.
31. Куэй Р. Электроника на основе нитрида галлия. – М.: Техносфера, 2011. – 587 с.
32. Саченко А. В. и др. Механизмы формирования контактного сопротивления в омических контактах с большой плотностью дислокаций (обзор) //Оптоэлектроника и полупроводниковая техника. – 2013. – №. 48. – С. 5-29
33. Мильвидский М. Г., Освенский В. Б. Структурные дефекты в эпитаксиальных слоях полупроводников. – Металлургия, 1985
34. Мильвидский М. Г., Мильвидский А. М. Современное состояние технологии полупроводникового кремния. Часть II //Материаловедение. – 2007. – №. 1. – С. 19-32
35. . Bhatti A. R., Falster R. J., Booker G. R. TEM studies of the gettering of copper, palladium and nickel in Czochralski silicon by small oxide particles //Solid State Phenomena. – Trans Tech Publications Ltd, 1991. – Т. 19. – С. 51-56.
36. Меженный М. В., Мильвидский М. Г., Резник В. Я. Особенности генерации и движения дислокаций в монокристаллах кремния, легированных азотом //Физика твердого тела. – 2002. – Т. 44. – №. 7. – С. 1224-1229.
37. Бринкевич Д. И., Вабищевич Н. В., Просолович В. С. Микромеханические свойства эпитаксиальных слоев GaP //Неорганические материалы. – 2012. – Т. 48. – №. 8. – С. 878-878
38. Князев С. Н. и др. Трещиностойкость монокристаллов GaAs, легированных теллуром//Прочность неоднородных структур (ПРОСТ-2023). – 2023. – с. 160
39. Князев С. Н., Комаровский Н.Ю., Чупраков В.А., Ющук В.В. Влияние технологических параметров на структурное совершенство монокристаллического

арсениде галлия //Современные материалы и передовые производственные технологии (СМПТ-2021). – 2021. – С. 218-220.

40. Скворцов А. А., Волкова Л. В., Скворцов П. А. Роль внутренних напряжений при движении дислокаций в кремнии //Инновационное развитие: ключевые проблемы и решения. – 2015. – С. 8-14.

41. Петухов Б. В. Различные типы динамики дислокаций как следствие их динамического старения //Журнал технической физики. – 2003. – Т. 73. – №. 7. – С. 82-87.

42. Власова А.М. Блокировка дислокаций в отсутствие внешнего напряжения в монокристаллах магния и сопоставление с автоблокировкой в интерметаллидах: дис. канд. ф-м.н наук: 01.04.07. - Екатеринбург, 2014. - 115 с.

43. Горелик С. С., Дашевский М. Я. Материаловедение полупроводников и диэлектриков. – 2003.

44. Копельман Л. А. Основы теории прочности сварных конструкций: учебное пособие. – 2007.

45. Соловьева Ю. В., Старенченко С. В., Старенченко В. А. Энергия активации пластической деформации монокристаллов Ni<sub>3</sub>Ge с разными ориентациями оси сжатия //Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2020. – Т. 84. – №. 12. – С. 1825-1828.

46. Петухов Б. В., Иунин Ю. Л., Никитенко В. И. Прочность идеального кристалла, дислокации и кинки //Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2003. – Т. 67. – №. 6. – С. 759-768.

47. Орлов Н.А. Термически активированные процессы в кристаллах. М.: Мир, 1973. 212 с.

48. Меженный М. В. и др. Особенности генерации и движения дислокаций в термообработанных пластинах кремния //Физика твердого тела. – 2002. – Т. 44. – №. 7

49. Алешин А. Н. и др. Энергетические затраты при формировании упругонапряженного состояния в слоях ступенчатого метаморфного буфера в гетероструктуре, выращенной на подложке (001) GaAs //Физика и техника полупроводников. – 2019. – Т. 53. – №. 8. – С. 1086-1094.

50. Аргунова Т. С. и др. 60-градусные дислокации несоответствия в гетероструктурах типа In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As/GaAs (001) //Физика твердого тела. – 1985. – Т. 27. – №. 10. – С. 2960-2964.

51. Choi S.K., Mihara M., Ninomiya T. – Jap. J. Appl.Phys., 1978, v.17, p. 329 -333

52. Маркидонов А. В. и др. Изучение влияния ударной послекаскадной волны на динамику краевой дислокации с возможным ускорением диффузии //Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2015. – Т. 12. – №. 4. – С. 464-471.
53. Шляхов А. Т., Шляхова А. Г. Влияние легирования на электрофизические свойства GaAs: Te //Современные проблемы гуманитарных и естественных наук. – 2015. – С. 25-31.
54. Давлеткильдеев Н. А., Нуkenов М. М., Викторoвич С. Н. Влияние уровня легирования на состав и структурные параметры микродефектов в n+-GaAs //Вестник Омского университета. – 2009. – №. 2. – С. 132-136.
55. Саныгин В. П., Изотов А. Д., Пашкова О. Н. Дислокационный магнетизм полупроводника GaSb(Mn) //Неорганические материалы. – 2019. – Т. 55. – №. 9. – С. 946-95
56. Саныгин В. П., Изотов А. Д., Пашкова О. Н. Строение и химический состав дислокаций GaSb, легированных марганцем //Журнал неорганической химии. – 2018. – Т. 63. – №. 9. – С. 1123-1130.
57. Мильвидский М.Г., Освенский В.Б., Столяров О.Г. – Кристаллография, 1967, т. 12, с. 1030 – 1038
58. Логинов Ю. Ю., Мозжерин А. В., Брильков А. В. Зависимость критического радиуса частичных дислокационных петель от энергии дефекта упаковки в полупроводниках //Физика твердого тела. – 2014. – Т. 56. – №. 4. – С. 692-694.
59. Лебедь О. Н. Влияние скорости послеотжигового охлаждения на термостабильность структурных и электрофизических параметров монокристаллов полуизолирующего нелегированного GaAs //Збірник наукових праць Національного університету кораблебудування. – 2013. – №. 1. – С. 60-63.
60. Трунькин И. Н., Пресняков М. Ю., Васильев А. Л. Кристаллическая структура дефектов в гетероструктурах InGaAs/InAlAs/InAs //Кристаллография. – 2017. – Т. 62. – №. 2. – С. 249-253.
61. Орлов А. М. и др. Перераспределения дислокаций в кремнии вблизи концентраторов напряжений //Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47. – №. 11. – С. 1967-1972.
62. Петржик Е. А. и др. Влияние легирования и предварительной обработки на магнитостимулированную подвижность дислокаций в монокристаллах InSb //Физика твердого тела. – 2003. – Т. 45. – №. 2. – С. 254-256
63. Искандаров А. М., Умено Е. Теоретическая прочность кремния при сдвиге в широком интервале температур //Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2012. – Т. 9. – №. 1. – С. 89-93.

64. Парфентьева И. Б. и др. Особенности формирования дислокационной структуры в монокристаллах арсенида галлия, полученных методом чохральского //Кристаллография. – 2017. – Т. 62. – №. 2. – С. 259-263
65. Шаповалов В. А. и др. Изучение температурного поля профилированных монокристаллов вольфрама, получаемых плазменно-индукционным способом //Современная электротехнология. – 2014.
66. Простомолотов А.И., Везуб Н.А., Ильясов Х.Х. Программа «Crystmo/Marc» для сопряженного теплового моделирования // Бюл. ФСИС РФ. 2009. № 4 (69). С. 110
67. Простомолотов А. И., Везуб Н. А., Просолович В. С. Моделирование термонапряженного состояния монокристаллов с учетом анизотропии и пластичности при выращивании методом Чохральского //Вестник российских университетов. Математика. – 2013. – Т. 18. – №. 4-2. – С. 1863-1864.
68. Фанштейн С. М. Обработка поверхности полупроводниковых приборов //М.: Энергия. – 1966
69. Надточий В. А., Нечволод Н. К., Голоденко Н. Н. Изменение времени жизни носителей заряда и проводимости дефектного приповерхностного слоя Ge при термообработках //Физика и техника высоких давлений. – 2004. – Т. 14. – №. 3. – С. 42-48.
70. Марков А. В. и др. Комплексообразование и термостабильность электрофизических свойств монокристаллов полуизолирующего GaAs //Физика и техника полупроводников. – 1984. – Т. 18. – №. 3. – С. 465-470.
71. Черноусов Н. П., Иноземцев К. И., Борошнев А. В. К вопросу о прогнозировании надежности гетеролазеров на основе Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As–GaAs //Квантовая электроника. – 1981. – Т. 8. – №. 6. – С. 1336-1338.
72. Конников С. Г., Свердлов М. И. Электронно-зондовые исследования деградации непрерывных инжекционных гетеролазеров //Физика и техника полупроводников. – 1990. – Т. 24. – №. 11. – С. 2010-2016
73. Абрамкин Д. С. и др. влияние дислокационного фильтра на основе LT-GaAs на совершенство слоёв GaAs/Si //Автоматика. – 2018. – Т. 54. – №. 2. – С. 85-92
74. Dimroth F. III-V Solar Cells–Materials, Multi-Junction Cells–Cell Design and Performance //Photovoltaic Solar Energy: From Fundamentals to Applications. – 2016. – С. 371-382.
75. Шамирзаев В. Т., Гайслер В. А., Шамирзаев Т. С. Краевая и дефектная люминесценция мощных InGaN/GaN ультрафиолетовых светоизлучающих диодов //Физика и техника полупроводников. – 2016. – Т. 50. – №. 11. – С. 1513-1518.

76. Мурашев В. Н. и др. Способ формирования высококачественных гетероструктур светоизлучающих диодов. – 2015
77. Xie F. M. et al. A dislocated twin-locking acceptor-donor-acceptor configuration for efficient delayed fluorescence with multiple through-space charge transfer // *Angewandte Chemie International Edition*. – 2022. – Т. 61. – №. 49. P 4.
78. Маколкина Е. Н., Пржевуский А. К. Механизмы влияния дислокаций на электрические и оптические свойства германия // *Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики*. – 2006. – №. 34. – С. 49-54.
79. Велиханов А. Р. Деформация германия в условиях совместного действия тока и магнитного поля // *Физика твердого тела*. – 2011. – Т. 53. – №. 3. – С. 504-507.
80. Шикин В. Б., Шикина Ю. В. Заряженные дислокации в полупроводниковых кристаллах // *Успехи физических наук*. – 1995.
81. Knyazev S.N., Kudrya A.V., **Komarovskiy N.Yu**, Parkhomenko YuN, Molodtsova EV, Yushchuk VV Methods of dislocation structure characterization in AIII BV semiconductor single crystals. // *Modern Electronic Materials*. – 2022. – Т. 8. – №. 4. – С. 131-140. <https://doi.org/10.3897/j.moem.8.4.99385>
82. Косушкин В. Г., Кожитов Л. В., Кожитов С. Л. Состояние и проблемы выращивания монокристаллов полупроводников высокой однородности // *Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии*. – 2013. – №. 1. – С. 10-22.
83. Косушкин В. Г., Кожитов Л. В., Кожитов С. Л. Оптимизация условий выращивания монокристаллов с учётом особенностей формирования структурных дефектов // *Известия Юго-Западного государственного университета*. – 2013. – №. 5. – С. 103-112.
84. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Скородумов С.В., Траченко В.А., Папина К.Б. Возможности цифровой световой микроскопии для объективной аттестации качества металлопродукции. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2018; (4(754)): 15–23.
85. Соколовская Э.А., Кудря А.В., Пережогин В.Ю., Танг В.Ф., Кодиров Д.Ф.У., Сергеев М.И. Возможности цифровизации измерений в металловедении для внесения в оценку структур и разрушения количественной меры. *Металлург*. 2022; (7): 48–57. [https://doi.org/10.52351/00260827\\_2022\\_07\\_48](https://doi.org/10.52351/00260827_2022_07_48)
86. Кравчук К.С., Меженный М.В., Югова Т.Г. Определение типов дислокаций и их плотности в эпитаксиальных слоях GaN различной толщины с помощью методов

оптической и атомно-силовой микроскопии //Кристаллография. – 2012. – Т. 57. – №. 2. – С. 325-325.

87. Уманский Я.С. Рентгенография металлов. М.: Metallurgy; 1967. 236 с
88. Authier A. Contrast of dislocation images in X-ray transmission topography. *Advances in X-ray Analysis*. 1967; 10: 9-31. <https://doi.org/10.1154/S0376030800004250>
89. Williams D.B., Carter C.B. The transmission electron microscope. In: *Transmission electron microscopy*. Springer; 1996. P. 3-17.
90. Komarovskiy N.Yu., Zhuravlev E.O., Molodtsova E.V., Kudrya A.V., Kozlov R.Yu., Belov A.G., Kormilitsina S.S. Determination of the criterion for the morphological classification of etching pits formed in InSb single crystals grown by the Czochralski method in the crystallographic direction [111] and doped with tellurium//*Inorganic Materials: Applied Research*. – 2024. – Т. 15. – №. 6. – С. 1689-1695.
91. Ejima T., Robinson W.H., Hirth J.P., *J. Cryst. Growth*, 7, p.155. – 1970
92. Irving B.A., *Chemical Etching of Semiconductors*, in *The Electrochemistry of Semiconductors*, ed. P.J. Holmes, Academic Press, New York, 1962, p.256
93. Редьков А. В. Рост ограниченных пор в кристалле по механизму Бартона–Кабреры–Франка //Физика твердого тела. – 2019. – Т. 61. – №. 12. – С. 2385–2389.
94. Hullet L.D., Young F. W., Jr., *J. Phys. Chem. Solids*, 26, 1287 – 1961
95. Пискунова Н. Н. Исследование процессов роста и растворения кристаллов с помощью методов атомно-силовой микроскопии //Екатеринбург: УрО РАН. – 2007.
96. Болдыревский П. Б. и др. Исследование элементарных процессов МОС-гидридной эпитаксии наногетероструктур на основе арсенида галлия методом атомно-силовой микроскопии //Журнал технической физики. – 2020. – Т. 90. – №. 5. – С. 826-830.
97. Андреева В. Д., Горшков И. И. Электронная микроскопия материалов: Учебное пособие //СПб.: Изд-во Политехн. ун-та. – 2016
98. Попенко Н.И., Железнякова А.В. Кристаллография. Методические указания по решению задач.»- М.: МИЭТ, 2009. - 68 с.
99. Heimann R. B., Ives M. B., Zaya P. Influence of surface films on the development of pits during etching of silicon // *Journal of Crystal Growth*. – 1982. – Т. 57. – №. 1. – С. 48–56
100. Дерябин А. С. и др. Достоверность выявления пронизывающих дислокаций в эпитаксиальных пленках с помощью структурно-чувствительного травления //Письма в Журнал технической физики. – 2018. – Т. 44. – №. 20. – С. 30–36.
101. Heimann R. B., Ives M. B., Zaya P. Influence of surface films on the development of pits during etching of silicon // *Journal of Crystal Growth*. – 1982. – Т. 57. – №. 1. – С. 48-56

102. Pashchenko G. A., Kravetsky M. J., Fomin O. V. Singularities of Polishing Substrates GaAs by Chemo-Dynamical and Non-Contact Chemo-Mechanical Methods //Physics and Chemistry of Solid State. – 2015. – Т. 16. – №. 3. – С. 560-564
103. **Komarovsky N.Yu.**, Molodtsova E.V., Belov A.G., Grischechkin M.B., Kozlov R.Yu., Kormilitsina S.S., Zhuravlev E.O., Nestyurkin M.S. Study of indium antimonide single crystals obtained by the modernized Chokhralsky method in several crystallographic directions. //Diagn. Mater. – 2023. – Т. 89. – С. 38-46. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-8-38-46>
104. Кудря А. В. Соколовская Э.А., Ле Х.Н.1, Траченко В.А., Скородумов С.В., Папина К.Б., Чинь Х.Ч Оценка строения изломов и структур в конструкционных сталях с использованием компьютеризированных процедур //Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2015. – №. 4. – С. 44–52.
105. Исрафилов Х. С. Исследование методов бинаризации изображений //Вестник науки и образования. – 2017. – Т. 2. – №. 6 (30). – С. 43–50.
106. Федоров А. Бинаризация черно-белых изображений: состояние и перспективы развития. [Электронный ресурс]. Режим доступа: [http://itclaim.ru/Library/Books/ITS/wwwbook/ist4b/its4\\_fyodorov.htm/](http://itclaim.ru/Library/Books/ITS/wwwbook/ist4b/its4_fyodorov.htm/) (дата обращения: 21.05.2022).
107. Otsu N. A threshold selection method from gray-level histograms //IEEE transactions on systems, man, and cybernetics. – 1979. – Т. 9. – №. 1. – С. 62-66.
108. Хаустов П. А. Алгоритмы распознавания рукописных символов на основе построения структурных моделей //Компьютерная оптика. – 2017. – Т. 41. – №. 1. – С. 67-78.
109. Кравцова Т.А. Сравнительное исследование методов адаптивной бинаризации в задаче автоматизированного анализа изображений клеток в иммуноцитохимии. Молодежный научно-технический вестник, 2015.
110. Вдовин В. А., Муравьев А. В., Певзнер А. А. Метод адаптивной бинаризации растрового изображения //Ярославский педагогический вестник. – 2012. – Т. 3. – №. 4. – С. 65–69
111. Янковский А. А., Бугрий А. Н. Критерии выбора метода бинаризации при обработке изображений лабораторных анализов //Автоматизированные системы управления и приборы автоматики. – 2010. – №. 153. – С. 53–56.
112. Кузьмин С. А. Исследование комбинации детектора импульсного шума в бинарных изображениях и процентильных фильтров //Естественные и математические науки в современном мире. – 2013. – №. 9. – С. 34–44.

113. Гришанов К. М., Белов Ю. С. Морфологические операции для уменьшения шума на изображении //Электронный журнал: наука, техника и образование. – 2016. – №. 2. – С. 90–95
114. Кудря А. В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Нго Нгок Ха Некоторые практические соображения, связанные с компьютерными процедурами обработки изображений в материаловедении //Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2019. – №. 4. – С. 35-44.
115. Нго Н. Х., Кайкибаева А.С., Соколовская Э.А., Кудря А.В. Масштабы неоднородности разнородных структур в крупных поковках из улучшаемой среднелегированной стали //60 Международная научная конференция" Актуальные проблемы прочности". – 2018. – С. 474-476.
116. Ахметова Г.Е., Пережогин В.Ю., Соколовская Э.А., Смагулов Д.У., Кудря А.В. О возможности оценки параметров феррито-перлитной полосчатости в сталях //Перспективные материалы и технологии. – 2019. – С. 526–528.
117. Кудря А. В., Соколовская Э.А., Кузько Е.И., Скородумов С.В., Траченко В.А., Папина К.Б., Ле Хай Нинь Развитие методов оценки неоднородности вязкости в сталях с разнородной структурой. – 2012. – с. 163-165
118. Дикарев К. В. и др. Методика оценки изображений микроструктур феррито-перлитных сталей //Металлообработка. – 2011. – №. 6 (66). – С. 25-29.
119. Кулькова Л. И., Фомин М. Б. Система обработки цифровых изображений морфологическими методами эрозии и дилатации. – 2017.
120. Препарата Ф., Шеймос М. Вычислительная геометрия: введение. – 1989
121. Васильев Н. П. Реализация алгоритма Форчуна расчета диаграммы Вороного на РНР. В сб." Информационные системы и технологии: теория и практика //Сб. науч. Трудов. – 2015. – №. 7. – С. 10–16.
122. Богомоллов К. Л., Тишкин В. Ф. Ячейки Дирихле в метрике кратчайшего пути //Математическое моделирование. – 2003. – Т. 15. – №. 5. – С. 71-79
123. Кудря А. В., Соколовская Э. А. Наблюдение и измерение разрушения материалов с неоднородной структурой //Перспективные материалы и технологии. – 2017. – С. 435-452.
124. Пережогин В. Ю. Оценка факторов, определяющих воспроизводимость результатов цифровых измерений структур в сталях и сплавах : дис. – -М., 2020.-235 с, 2020.
125. Шерченков А. А. Якубов А.О., Штерн Ю.И. и др. Исследование механических свойств термоэлектрических материалов n-типа на основе системы Bi-Te-Se //Перспективные технологии и материалы. – 2021. – С. 106-108.

126. Shtern M. et al. Mechanical properties and thermal stability of nanostructured thermoelectric materials on the basis of PbTe and GeTe //Journal of Alloys and Compounds. – 2023. – Т. 946. – С. 169364.
127. Nadochiy V., Nechvolod N., Golodenko N. Microplasticity and electrical properties of subsurface layers of diamond-like semiconductors strained at low temperatures //Functional materials. – 2003. – Т. 10. – №. 4. – С. 702-706.
128. Концевой Ю. А., Литвинов Ю.М., Фаттахов Э.А. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур. // М.: Радио и связь – 1982. – 240с.
129. Пацелов А. М. Гладковский С.В., Лавриков Р.Д., Каманцев И.С. Трещиностойкость слоистых композитов с чередованием слоев TiAl<sub>3</sub>Ti–Al–Al<sub>3</sub>Ti в условиях статического и циклического нагружения //Деформация и разрушение материалов. – 2014. – №. 12. – С. 7-11
130. Кормилицина С.С., Молодцова Е.В., Князев С.Н., Козлов Р.Ю., Завражин Д.А., Жарикова Е.В., Сыров Ю.В. Исследование влияния вида обработки на прочность монокристаллических пластин нелегированного антимонида индия. Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2021;24(1):48-56. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2021-1-48-56>
131. Малкин А. Я. и др. Методы измерения механических свойств полимеров. – 1978.
132. Roebuck B. et al. The measurement of palmqvist toughness for hard and brittle materials. – 2008.
133. Nindhia T. G. T. On Preparation of Advance Ceramic for Single-edge V-Notch Beam Fracture Toughness Test of ISO/FDIS 23146: 2008 (E) Standard //IOP Conference Series. Materials Science and Engineering. – IOP Publishing, 2020. – Т. 852. – №. 1.
134. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Микротвердость металлов и полупроводников. //Металлургия. – 1969. – с.248
135. W.C. Oliver and G.M. Pharr An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments //Journal of materials research. – 1992. – Т. 7. – №. 6. – С. 1564-1583.
136. Li H. et al. Dislocation evolution and cyclic hardness enhancement of GaAs induced by cyclic nanoindentation with different shape indenters //Journal of Science: Advanced Materials and Devices. – 2026. – С. 101129.
137. Рогачев С. О. и др. Влияние режимов кручения под высоким давлением на структуру и упрочнение сплава Zr 1% Nb //Физика металлов и металловедение. – 2016. – Т. 117. – №. 4. – С. 385-385

138. Рогачев С. О. и др. Влияние знакопеременного изгиба на структуру и механические свойства технической чистой меди //Металловедение и термическая обработка металлов. – 2021. – №. 11. – С. 38-43.
139. Рогачев С. О. и др. Структура и механические свойства аустенитных Cr–Ni–Ti сталей после высокотемпературного азотирования //Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2019. – Т. 62. – №. 5. – С. 366–373.
140. Dale J. R., Brice J. C. Etch pits in germanium and their relation to hardness //Solid-State Electronics. – 1961. – Т. 3. – №. 2. – С. 105-106
141. Мильвидский М.Г. Лайнер Л.В. Научные труды Гиредмета.- 1962. - №. 6. – С. 149–155
142. Крусков М.М. Методы испытания на микротвердости// Наука – 1965 – 206 с.
143. Богданова В. А. и др. Влияние корреляции в распределении примесных дефектов на микромеханические свойства монокристаллов GaAs: Te //Физика твердого тела. – 2008. – Т. 50. – №. 2. – С. 236
144. Браун У., Сроули Дж. Испытания высокопрочных металлических материалов на вязкость разрушения при плоской деформации. М.: Мир. 1972. 278 с
145. Матвиенко Ю. Г. Модели и критерии механики разрушения. - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2006. - 328 с
146. Pouvreau C. Indentation Fracture of Gallium Arsenide : diss. – Verlag nicht ermittelbar, 2007. – p. 153
147. Ogilvy I. M., Perrott C. M., Suiter J. W. On the indentation fracture of cemented carbide part 1—survey of operative fracture modes //Wear. – 1977. – Т. 43. – №. 2. – С. 239-252.
148. М.А. Штремель. Кн. 1. Разрушение материала: моногр. //М.: Изд. Дом МИСИС, 2014. - 670 с
149. Колесников Ю. В., Морозов Е. М. Механика контактного разрушения// М.: Издательство ЛКИ. - 2012. - 2024 с
150. Hagan J. T., Swain M. V. The origin of median and lateral cracks around plastic indents in brittle materials //Journal of Physics D: Applied Physics. – 1978. – Т. 11. – №. 15. – С. 2091
151. Evans A. G., Wilshaw T. R. Quasi-static solid particle damage in brittle solids—I. Observations analysis and implications //Acta Metallurgica. – 1976. – Т. 24. – №. 10. – С. 939-956.
152. Yasutake K. et al. Fracture of GaAs wafers //Japanese journal of applied physics. – 1988. – Т. 27. – №. 12R. – С. 2238.

153. Wasmer K. et al. Dicing of gallium–arsenide high performance laser diodes for industrial applications: part I. Scratching operation //journal of materials processing technology. – 2008. – Т. 198. – №. 1-3. – С. 114-121.
154. Wasmer K. et al. Nanoindentation cracking in gallium arsenide: Part I. In situ SEM nanoindentation //Journal of Materials Research. – 2013. – Т. 28. – №. 20. – С. 2785-2798.
155. Pouvreau C. et al. Nanoindentation cracking in gallium arsenide: Part II. TEM investigation //Journal of Materials Research. – 2013. – Т. 28. – №. 20. – С. 2799-2809.
156. Нефедов Ю.В. Управление качеством: Учеб. – М.: МФПА, 2005
157. Чебоксаров А. Н. Основы теории надежности и диагностика //Омск: СибАДИ. – 2012.
158. Крюков В. Л., Васильчиков А. С., Крюков Е. В. Гетероструктуры GaAs-AlGaAs для приборов персонализированной медицины. //Наноиндустрия. – 2021. – Т. 14, № S7(107). – С. 217-219. – DOI 10.22184/1993-8578.2021.14.7s.217.219
159. Ершов И. А., Воскобойникова О. Б., Стукач О. В. Кластерный анализ процессов в полупроводниковом производстве //Динамика систем, механизмов и машин. – 2016. – Т. 2. – №. 1. – С. 178-181.
160. Налимов В. В. Теория эксперимента. М.: Наука, 1971. 208 с.
161. Горский В. Г., Адлер Ю. П., Талалай А. М. Планирование промышленных экспериментов (модели динамики). М.: Металлургия, 1978. 112 с.
162. Давлетшин Р.В., Шаров А.А. Статистический анализ результатов контроля спектральных характеристик матричных фотоприемных устройств Труды XIV научно-практической конференции молодых ученых и специалистов «Фотосенсорика: новые материалы, технологии, приборы, производство» - 2025
163. Кудря А.В, Шабалов И.П., Соколовская Э.А., Траченко В.А., Скородумов С.В. О возможности управления качеством металла на основе «раскопок данных» производственного контроля // Электрометаллургия. –2013.–№ 11.–С. 28-34.
164. Кудря А. В. Соколовская Э.А., Траченко В.А., Коротнева К.В. Вклад технологической наследственности в появление неоднородности вязкости конструкционных сталей //Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2013. – №. 3. – С. 202-204
165. Югов А. А., Югова Т. Г., Князев С. Н. Двойникование в монокристаллах арсенида галлия при выращивании методом чохральского //Новые материалы и перспективные технологии. – 2019. – С. 504-509.
166. **Komarovski, N.Y.**, Parkhomenko, Y.N., Molodtsova, E.V. et al. Physical and Technological Causes of Channel Inhomogeneity in InSb Single Crystals Heavily Doped with Te.

//Russian Microelectronics. – 2024. – Т. 53. – №. 8. – С. 827-834.  
<https://doi.org/10.1134/S1063739724701038>

167. N. Y. Komarovskiy, S. N. Knyazev, A. A. Trofimov, E. A. Savinykh, E. A. Sokolovskaya, A. V. Kudrya Application of retrospective analysis of production control databases for quality control of GaAs single crystals// Applied physics. – 2025. – №. 6. – С. 11. DOI: 10.51368/1996-0948-2025-6-14-20

168. Podgorny, D.A., Nestyurkin, M.S. & Komarovskiy, N.Y. Influence of Technological Parameters during Multiwire Cutting of GaAs Ingots on the Surface Characteristics of the Plates //Russian Microelectronics. – 2023. – Т. 52. – №. 8. – С. 750-756..  
<https://doi.org/10.1134/S1063739723080097>

169. **Komarovskii N.Y.**, Molodtsova E.V., Trofimov A.A. et al. Investigation of the Strength Properties of Single-Crystal InSb Depending on Crystallographic Orientation and Growth Conditions //Journal of Communications Technology and Electronics. – 2023. – Т. 68. – №. 2. –P. 157-162.

170. Пепеляев Д. В., Корчагин Е.П., М.Ю. Штерн и др. Исследование концентрации и подвижности носителей заряда в наноструктурированных термоэлектрических материалах на основе PbTe и GeTe //Известия высших учебных заведений. Электроника. – 2024. – Т. 29. – №. 2. – С. 147-157.

171. Belov AG, Kanevskii VE, Kladova EI, Knyazev SN, Komarovskiy NYu, Parfent'eva IB, Chernyshova EV Comparison between optical and electrophysical data on hole concentration in zinc doped p-GaAs //Founders. – 2023. – Т. 26. – №. 3. – С.69–76.  
<https://doi.org/10.3897/j.moem.9.2.109743>.

172. Штремель М. А. Инженер в лаборатории. //М.: Металлургия. – 1983. – с. 128

173. Ченцов Н. Н. Статистические решающие правила и оптимальные выводы. М.: – 1972. 520с.

174. Орлов А.А., Орлов А.И. Коэффициенты корреляции: шкала Чеддока и значимость // Контроллинг – 2024. - № 4. – с. 30

175. Frank J. Massey Jr. The Kolmogorov-Smirnov test for goodness of fit //Journal of the American Statistical Association. - 1951. – 46. - P. 68–78

176. Большев Л.Н., Смирнов Н.В. Таблицы математической статистики. //М.: Наука, 1983. – 416 с.

177. N. Y. Komarovskiy, S. N. Knyazev, E. A. Sokolovskaya, A. V. Kudrya, A. S. Sukhanova, V. E. Antonova, E. V. Molodtsova Measurement of the scales of inhomogeneity in the placement of etch dislocation holes in digital images of GaAs single crystals // Applied physics. 2025. - №5. – P. 71 DOI: 10.51368/2949-561X-2025-5-71-78

178. Ozer S., Besikci C. Assessment of InSb photodetectors on Si substrates //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2003. – Т. 36. – №. 5. – С. 559-563.
179. SEMI M36-0699 Test Method for Measuring Etch Pit Density (EPD) in low dislocation density Gallium Arsenide wafers
180. Test Method for Crystallographic Perfection of Gallium Arsenide by Molten Potassium Hydroxide (KOH) Etch Technique ASTM F1404–92
181. Kudrya A. V., Sokolovskaya E. A., Nihn L. H., Trachenko V. A., Skorodumov S. C., Papina K. B., Chuong T. H. / Frontier Materials & Technologies. 2014. № 4. P. 44–52.
182. Martínez J. et al. Polyhedral Voronoi diagrams for additive manufacturing //ACM Transactions on Graphics (TOG). – 2018. – Т. 37. – №. 4. – С. 1-15.
183. Тихонов Д. А. Нестюркин М.С., Молодцова Е.В., Комаровский Н.Ю., Козлов Р.Ю., Князев С.Н. Исследование влияния кристаллографической ориентации пластин InSb на их поверхностные характеристики//Наноиндустрия. – 2025. – Т. 18. – С. 594–597
184. Book of semi standards 0600 – USA California – 2000 p.4837
185. Moulins A., Dugnani R., Zednik R. J. Anisotropic fracture energy and toughness of single crystal gallium arsenide by microindentation //Engineering Fracture Mechanics. – 2023. – Т. 292. – С. 109631
186. Cook R. F., Pharr G. M. Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics //Journal of the American Ceramic Society. – 1990. – Т. 73. – №. 4. – С. 787-817.
187. Jin M. et al. Mechanical property evaluation of GaAs crystal for solar cells //Chinese Physics Letters. – 2011. – Т. 28. – №. 8. – С. 086101.
188. Белова И. М. и др. Определение концентрации свободных электронов в n-InSb по спектрам отражения в дальней инфракрасной области с учетом плазмон-фононного взаимодействия //Известия высших учебных заведений. Электроника. – 2017. – Т. 22. – №. 3. – С. 201-210.
189. Тихонов Д.А., **Комаровский Н.Ю.**, Молодцова Е.В., Журавлев Е.О. Перспективы выращивания монокристаллов InSb в направлении [553] //Сборник XIV Научно-практическая конференция молодых учёных и специалистов. – 2025. – с.52
190. Komarovskiy N. Yu., Belov A.G, Kladova E. I., Knyazev S. N., Molodtsova E.V., Parfenteva I.B., Trofimov A.A. Determination of electron concentration by IR reflection spectra in n-GaAs samples doped with tellurium and silicon //Applied physics. – 2023. – №.6. – С. 54. DOI: 10.51368/1996-0948-2023-6-54-59
191. A. G. Belov, E. V. Molodtsova, E. O. Zhuravlev, R. Yu. Kozlov, **N. Yu. Komarovskiy**, A. N. Kusnetsova, N. A. Larionov The calculation of coupled plasmon-phonon

mode frequencies for p-InSb and p-GaSb at  $T = 295$  K // Applied physics 2025. - №2. – P. 31 DOI: 10.51368/1996-0948-2025-2-31-38

192. A. G. Belov, E. V. Molodtsova, N. Yu. Komarovskiy, E. I. Kladova, R. Yu. Kozlov, E. O. Zhuravlev, S. A. Klimin, N. N. Novikova, V. A. Yakovlev, Comparison of the results of optical and electrophysical measurements of the concentration of conduction electrons in n-InSb samples //Optics and Spectroscopy. – 2024. – Т. 132. – №. 9. – С. 891-894.

193. Yugova T.G., Belov A.G., Kanevskii V.E., Kladova E.I., Knyazev S.N., Parfent'eva I.B. Comparison between results of optical and electrical measurements of free electron concentration in n-InAs specimens. Modern Electronic Material. 2021; 7(3): 79—84. <https://doi.org/10.3897/j.moem.7.3.76700>

194. Gray N. W. et al. Interface and facet control during Czochralski growth of (111) InSb crystals for cost reduction and yield improvement of IR focal plane array substrates //Infrared Sensors, Devices, and Applications IV. – SPIE, 2014. – Т. 9220. – С. 19-30.

195. N. Yu. Komarovskiy, A. G. Belov, M. S. Nestyurkin, N. G. Khikheev, A. N. Kusnetsov, N. A. Larionov, E. I. Kladova, S. N. Knyazev, I. B. Parfenteva, E. V. Molodtsova, D. A. Tikhonov Investigation of free electron concentration distribution along tellurium doped GaAs single crystal axis // Applied physics. 2024. - №6. – P. 62 DOI: 10.51368/1996-0948-2024-6-62-67

196. Салихов С. В. **Савченко А. Г.**, Гребенников И. С., Юртов Е.В. Фазовый состав и структура нанопорошков оксидов железа, полученных химическими методами //Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2015. – Т. 79. – №. 9. – С. 1251-1251.

197. Нгуен Т. Л. Низамов Т.Р., Абакумов М.А., Щетинин И.В., **Савченко А.Г.**, Мажуга А.Г. Влияние морфологии наночастиц магнетита на параметры МРТ релаксивности //Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2018. – Т. 82. – №. 9. – С. 1335-1342.

198. Нгуен В. М., Боев И.А., **Конюхов Ю.В.**, Рыжонков Д.И, Получение нанодисперсного порошка железа в тонких слоях водородным восстановлением //Физика и технология наноматериалов и структур. – 2017. – С. 286–291.

199. Дедкова А. А. Дюжев Н.А., Гусев Е.Э., **Штерн М.Ю.** Оперативная неразрушающая методика анализа прогиба мембран, расположенных на пластине //Дефектоскопия. – 2020. – №. 5. – С. 52-59.

200. **Гладковский С. В.**, Кумков С. И. Использование методов аппроксимации для изучения особенностей процесса разрушения и прогнозирования трещиностойкости высокопрочных сталей //Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 1997. – №. 5. – С. 26-34.

201. Меркулова А. В., Бадмаев Ч.М., **Конюхов Ю.В.** и др. Аспекты развития компьютерного моделирования процессов воздействия неоднородных физико-химических сред на наноструктурные материалы, интегрируемые в защитные текстильные конструкции //Современные проблемы науки и образования. – 2012. – №. 6. – С. 134-134.
202. Атамашкин А.С., Приймак Е.Ю., Степанчукова А.В., Тулибаев Е.С., **Гладковский С.В.**, Вичужанин Д.И. Механическое поведение фрикционных сварных соединений сталей 32Г2 и 40ХН в условиях статического и циклического нагружения //XXI международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлосведов-молодых ученых. —Екатеринбург, 2022. – 2022. – С. 169-172.
203. Мельниченко А. С. Анализ данных в материаловедении. Часть 2. Регрессионный анализ //М.: Издательский Дом МИСиС. – 2014. – с. 87.
204. Кудря А. В., Соколовская Э. А. Слагаемые качества современных сталей //Качество и жизнь. – 2017. – №. 1. – С. 27-35.
205. Мельниченко А. С. Анализ данных в материаловедении. Часть 1 //М.: Изд. Дом МИСиС. – 2013.
206. Faiez R., Asadian M. Modeling of convective interactions and crystallization front shape in GaAs/LEC growth process //Journal of crystal growth. – 2009. – Т. 311. – №. 3. – С. 688-694
207. Fornari R. Influence of melt composition on electron mobility in Si-doped LEC GaAs //Journal of Crystal Growth. – 1989. – Т. 94. – №. 2. – С. 433-440
208. Müller G. Convection and inhomogeneities in crystal growth from the melt //Crystal Growth from the Melt. – Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1988. – С. 1-136.
209. Mullin J. B. Innovation in crystal growth: A personal perspective //Journal of crystal growth. – 2008. – Т. 310. – №. 7-9. – С. 1315-1323.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФИАН

Калобов А.В.

«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2026 г.

### АКТ

об использовании результатов диссертационной работы  
Комаровского Никиты Юрьевича

Комиссия в составе: Кривобока Владимира Святославовича, в.н.с. ОФТТ ФИАН, д.ф.-м.н., (председатель комиссии), Николаева Сергея Николаевича с.н.с. ОФТТ ФИАН, к.ф.-м.н., Клековкина Алексея Владимировича м.н.с. ОФТТ ФИАН, Минаева Ильи Ивановича м.н.с. ОФТТ ФИАН составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Н.Ю. Комаровского «Развитие процедур измерения неоднородности структур, оценки сопротивления разрушению и приемов когнитивной графики для контроля и управления качеством монокристаллов GaAs», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в научных разработках Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук» (ФИАН) в рамках выполнения работ по теме «Орион/1-2025» (договор №204 от 20.06.2025г).

Применение результатов диссертационной работы Н.Ю. Комаровского состоит в использовании разработанных цифровых процедур исследования структуры материала для сопоставления статистики распределения дефектов с параметрами технологии, что позволило выявить ее критические факторы. Предложенные усовершенствования методики оценки вязкости разрушения полупроводниковых материалов позволили уточнить характеристики их трещиностойкости, повысив тем самым выход годной продукции за счет коррекции технологии.

Председатель комиссии,  
Д.ф.-м.н., в.н.с. Кривобок Владимир Святославович

Члены комиссии:  
К.ф.-м.н., с.н.с. Николаев Сергей Николаевич  
М.н.с. Клековкин Алексей Владимирович  
М.н.с. Минаев Илья Иванович

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б



ГИРЕДМЕТ  
РОСАТОМ

ОРГАНИЗАЦИЯ АО «НАУКА И ИННОВАЦИИ»

**Акционерное общество  
«Государственный научно-  
исследовательский и проектный  
институт редкометаллической  
промышленности «Гиредмет»  
имени Н.П. Сажина  
(АО «Гиредмет» имени Н.П. Сажина)**

ул. Электродная, д. 2, стр. 1, 111524  
Телефон (495) 708-44-66  
E-mail: info\_giredmet@rosatom.ru  
ОКПО 00198396, ОГРН 5087746203353  
ИНН 7706699062, КПП 772001001



**«УТВЕРЖДАЮ»**  
Заместитель генерального директора  
по науке и инновациям  
К.Ф.-М.Н., К.В. Ивановских  
«    »    2026 г.

### АКТ

об использовании результатов диссертационной работы  
Комаровского Никита Юрьевича

Комиссия в составе: председателя — заместителя директора по производству, Д.И. Васильева; членов комиссии: начальника лаборатории «Технологии получения веществ особой чистоты», к.т.н. О.В. Юрасовой; начальника лаборатории «Высококачественных галогенидных материалов для оптики», к.т.н. М.С. Кузнецова составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Н.Ю. Комаровского «Развитие процедур измерения неоднородности структур, оценки сопротивления разрушению и приемов когнитивной графики для контроля и управления качеством монокристаллов GaAs», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в АО «Гиредмет» при оптимизации технологических режимов процессов выращивания монокристаллов группы A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> методом Чохральского.


Освоение результатов диссертационной работы позволило АО «Гиредмет» повысить качество выпускаемой продукции - обеспечить плотность структурных дефектов (дислокаций) на нижнем пределе поля допуска и улучшить однородность их распределения по сечению пластины

Предложенные в работе методы управления качеством монокристаллов позволили внести коррективы в технологический режим управления эффектом канальной неоднородности, что способствовало повышению выхода годной продукции.


Председатель комиссии  
заместитель директора по производству

 Д.И. Васильев

Члены комиссии:  
начальник лаборатории, к.т.н.

 О.В. Юрасова

начальник лаборатории к.т.н.

 М.С. Кузнецов