

УДК 621.315.592  
EDN: YDLWVO

PACS: 81.10-h

**Метрологическое обеспечение цифровых измерений изображений неоднородности ямок травления в монокристаллах GaAs**© Н. Ю. Комаровский<sup>1,2,\*</sup>, С. Н. Князев<sup>1</sup>, Э. А. Соколовская<sup>2</sup>, А. В. Кудря<sup>2</sup>,  
А. С. Суханова<sup>2,3</sup>, В. Е. Антонова<sup>2,3</sup>, Е. В. Молодцова<sup>1</sup><sup>1</sup> АО «Гиредмет», Москва, 111524 Россия

\* E-mail: nickkomarovskiy@mail.ru

<sup>2</sup> НИТУ «МИСиС», Москва, 119049 Россия<sup>3</sup> АО «НПО «Орион», Москва, 111538 Россия

Статья поступила в редакцию 2.06.2025; после доработки 1.07.2025; принята к публикации 11.08.2025

Шифр научной специальности: 2.2.3, 2.6.1

*Проведен анализ поля яркости панорамных изображений дислокационной структуры монокристаллов GaAs (100), выращенных методом Чохральского. Алгоритм порога бинаризации был выбран на основе учета закономерностей формирования поля яркости. Отличия в виде распределения значений интенсивности яркости пикселей (в 256 оттенках серого) были оценены по величинам коэффициентов асимметрии и эксцесса. Показано, что при сшивке отдельных кадров может сформироваться характерный «темный каркас» (сетка) в местах наложения отдельных кадров. Установлено, что при асимметричном характере распределения экспериментальных выборок результатов измерений элементов структуры оценки их различий или сходства по критерию Стьюдента и Смирнова могут не совпадать.*

*Ключевые слова:* метод Чохральского;  $A^{III}B^V$ ; GaAs; фигуры травления; плотность дислокаций; световая микроскопия; цифровая обработка изображения.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-4-59-67

**1. Введение**

Развитие твердотельной электроники, помимо закономерного роста спроса на полупроводниковые монокристаллы, обуславливает также и рост требований к их качеству, в том числе к плотности структурных дефектов – дислокаций [1]. Влияние дислокаций на электрофизические параметры конечной интегральной схемы неоднозначно – с одной стороны они создают дополнительные уровни в запрещенной зоне, с другой – являются источником точечных дефектов [2]. Уровень плотности дислокаций ( $N_d$ ) в случае роста по методу Чохральского определяется в первую очередь величиной релаксации термопластической деформации и для полупроводниковых соеди-

нений группы  $A^{III}B^V$  лежит в интервале  $N_d$ :  $10^2$  (InSb) ...  $8 \times 10^4$   $\text{см}^{-2}$  (GaAs) [3, 4].

Стандарт ASTM предусматривает определение плотности дислокаций средствами световой оптической микроскопии по 9 полям зрения, расположение которых учитывает особенности температурных градиентов в процессе роста (рис. 1). В какой мере это отражает дислокационную структуру всего монокристалла не ясно, поскольку отсутствует представление о необходимом объеме измерений (количестве просмотренных полей зрения) и критериях выбора их расположения, что важно для получения воспроизводимых и сопоставимых результатов.

Массовые наблюдения дислокаций в масштабах образца методами световой и элек-

тронной микроскопии (с последующим определением их плотности, закономерностей размещения в поле зрения) осложнены, в связи с высокой трудоемкостью [5]. Цифровизация процесса измерения структур должна позволить перейти от локальных измерений к эффективным измерениям в масштабах образца

(пластины) и оценке неоднородности размещения ямок травления. Эффективность такого подхода и его актуальность уже подтверждены при исследовании других материалов [6], однако в какой степени это окажется эффективным для оценки дислокационной структуры монокристаллов группы  $A^{III}B^V$  не ясно.

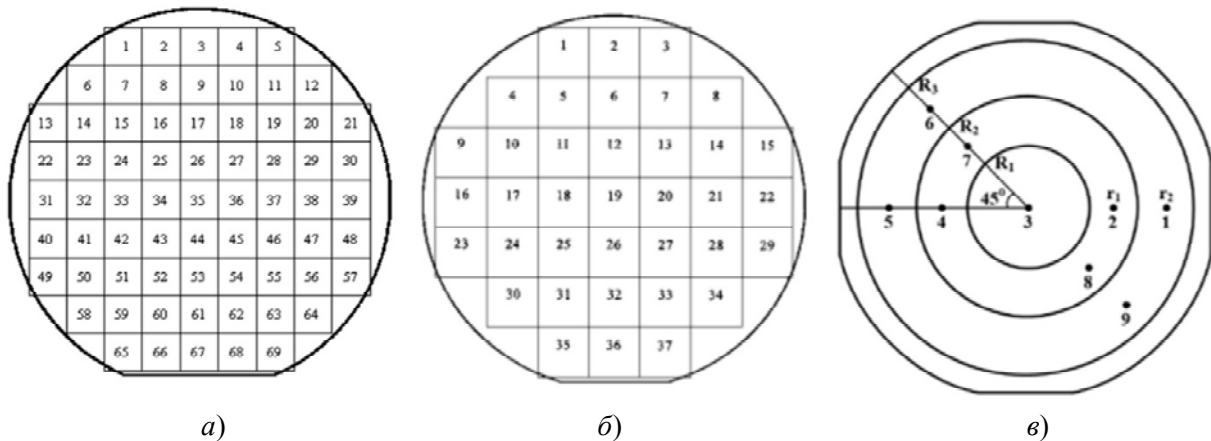


Рис. 1. Схема выбора полей зрения в соответствии с требованиями SEMI M36-0699 ASTM 1404-92 для монокристаллов диаметром (а) 50 мм, (б) 76 мм и ASTM 1404-92 (в) [7, 8]

Целью данной работы является оценка возможности применения современных методов цифровой обработки изображений для развития классической методики избирательного травления и оценки качества монокристаллов GaAs в связи с необходимостью повышения объективности оценок, в частности, за счет расширения параметров, характеризующих их дислокационную структуру.

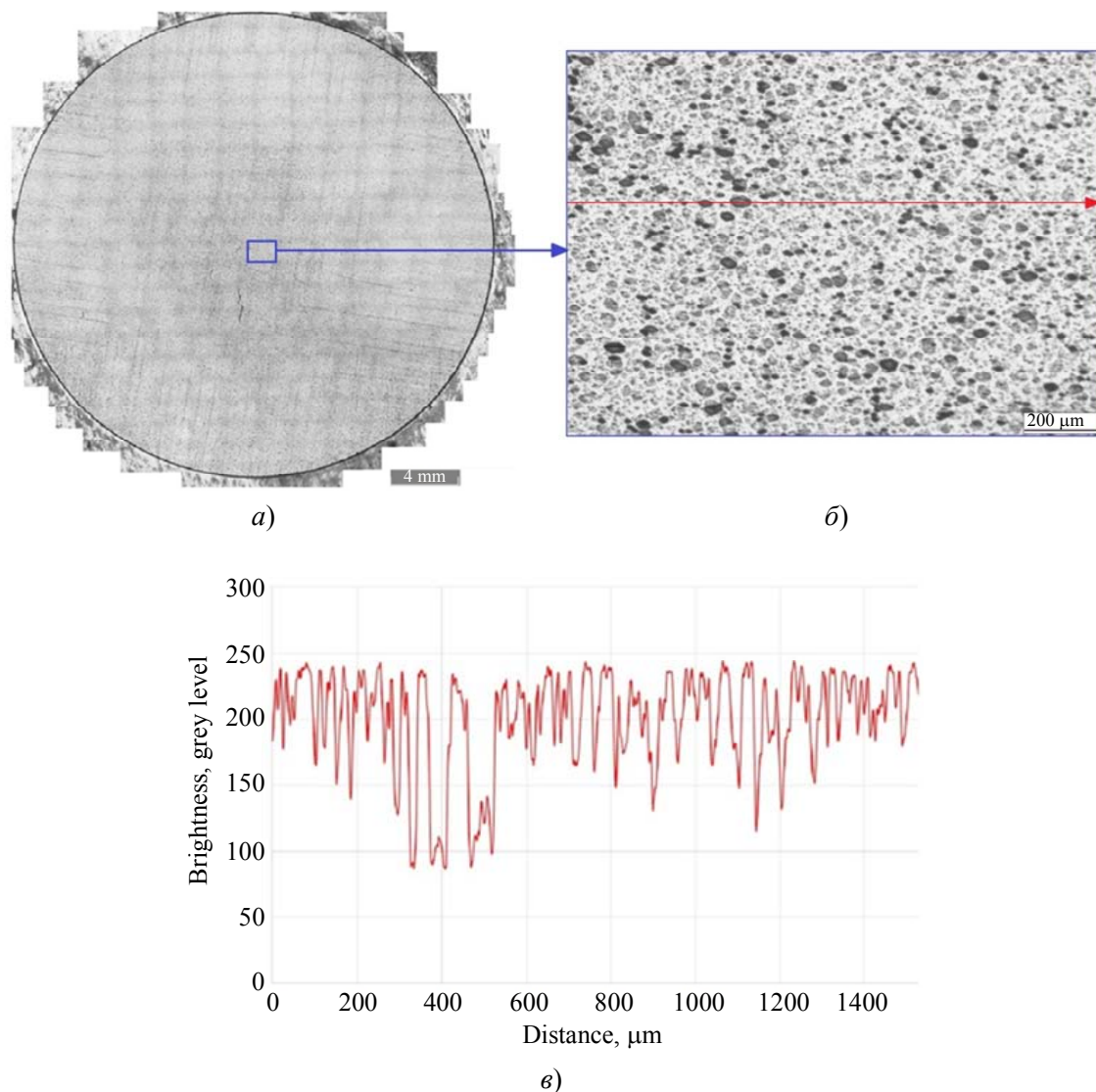
## 2. Объект исследования

Монокристаллы GaAs, легированные Te, диаметром 40 мм были выращены методом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава (LEC) в кристаллографическом направлении [100]. Образцами служили пластины, отрезанные перпендикулярно оси роста на станке дисковой резки. Поверхность пластин была подвергнута шлифованию, химической полировке в течение 25 секунд при комнатной температуре в растворе кислот в следующем соотношении –  $H_2SO_4 : H_2O_2 : H_2O$  (3:1:1) и селективному травлению в расплаве щелочи KOH при температуре 450 °С в течение 7 минут [9].

В качестве объекта исследования были использованы панорамные изображения дислокационных структур на пластинах GaAs, полученные в световом микроскопе Axio Observer D1m Carl Zeiss при увеличении 50 крат за счет сшивки отдельных кадров в программном пакете Thixomet [10].

## 3. Обоснование выбора порога бинаризации

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 (рис. 2).



**Рис. 2.** Панорамное изображение ямок травления в GaAs (100) (а), в том числе при большем увеличении (б); распределение интенсивности яркости пикселей (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. рис. 2а). Масштаб сопутствующих искажений поля яркости изображения оценивали, сопоставляя статистику распределения значений интенсивности яркости в каркасе сетки и её ячейках (кадрах): 1–4 (рис. 3).

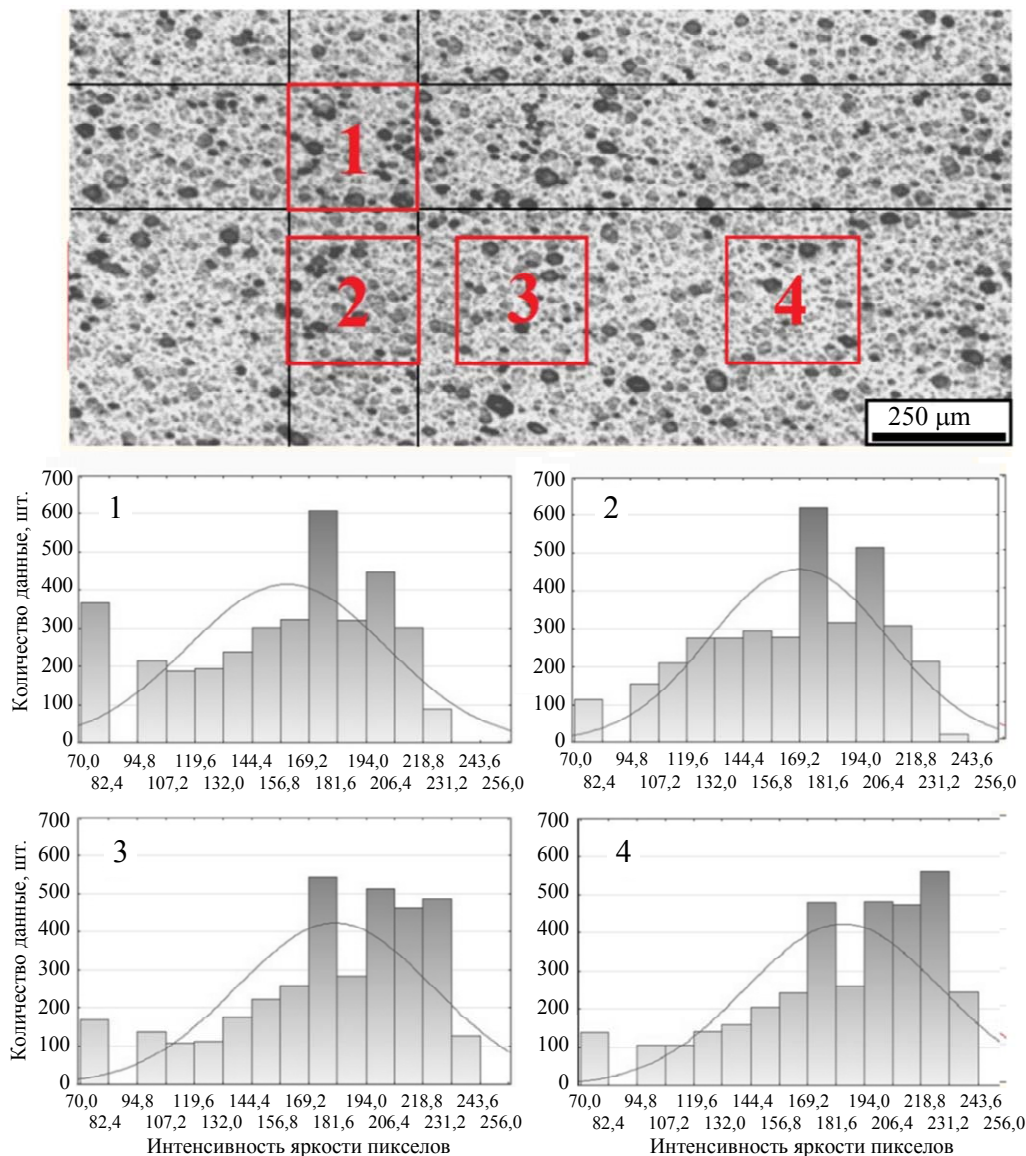
Выявлены отличия в виде распределения значений интенсивности яркости пикселей в ячейках и каркасе, что подтверждается значениями коэффициентов асимметрии и эксцесса. Более светлому уровню ячейки соответствовало большее отклонение значений коэффициентов асимметрии от нуля (признак нор-

мального 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.

Отличие средних значений интенсивности пикселей в каркасе и ячейке было заметным:  $159 \pm 43 \dots 169 \pm 39$  и  $180 \pm 42 \dots 184 \pm 42$  соответственно. Не смотря на перекрытие полей ошибок средних величин по выборкам, значимость различия 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 срезы 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 (рис. 4).



**Рис. 3.** 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)

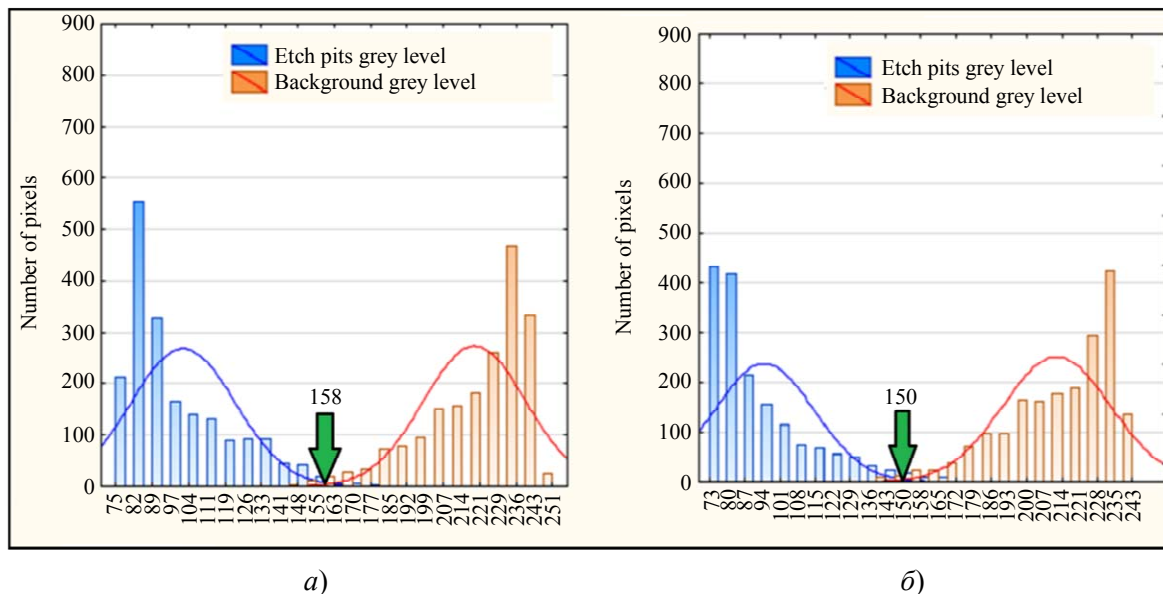


Рис. 4. Распределение значений интенсивности яркости в оттенках серого для ямок и фона в ячейке сетки (а) и её каркасе (б)

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, соответствующем медианному и граничным значениям найденного интервала оттенков серого – 150, 154, 158 (рис. 5).

Полученным бинарным изображениям отвечали гистограммы распределения величин

площадей темных объектов – ямок травления (рис. 6).

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.

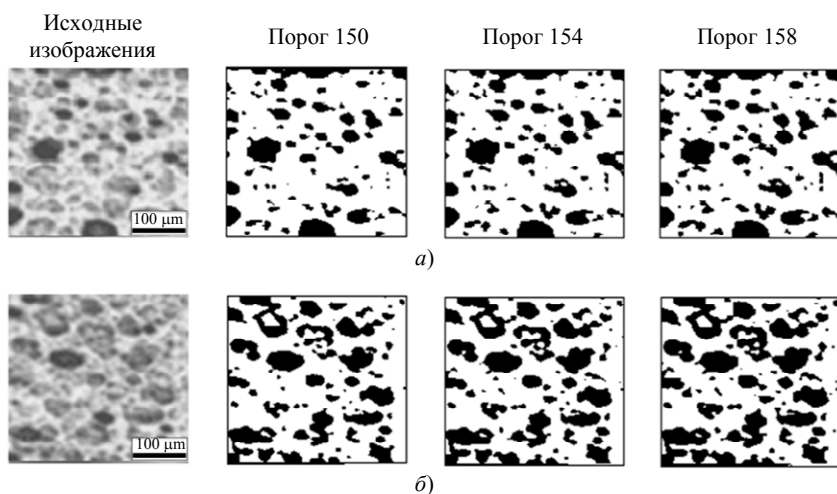
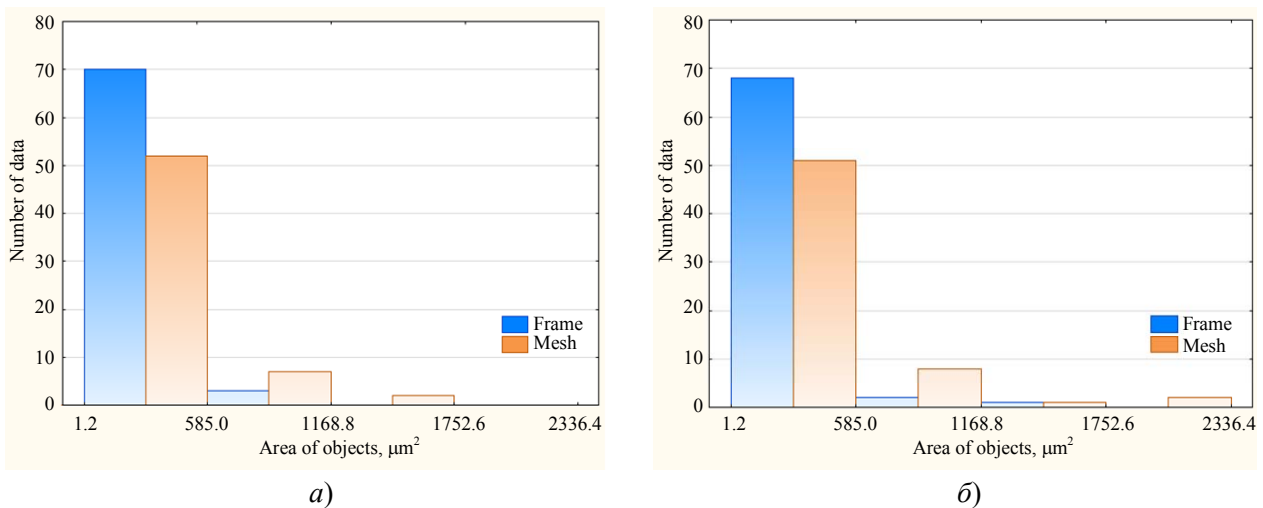


Рис. 5. Влияние различий в уровне порога бинаризации на морфологию ямок травления после пороговой бинаризации: фрагменты ячейки (а) и каркаса (б) панорамного изображения



**Рис. 6.** 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

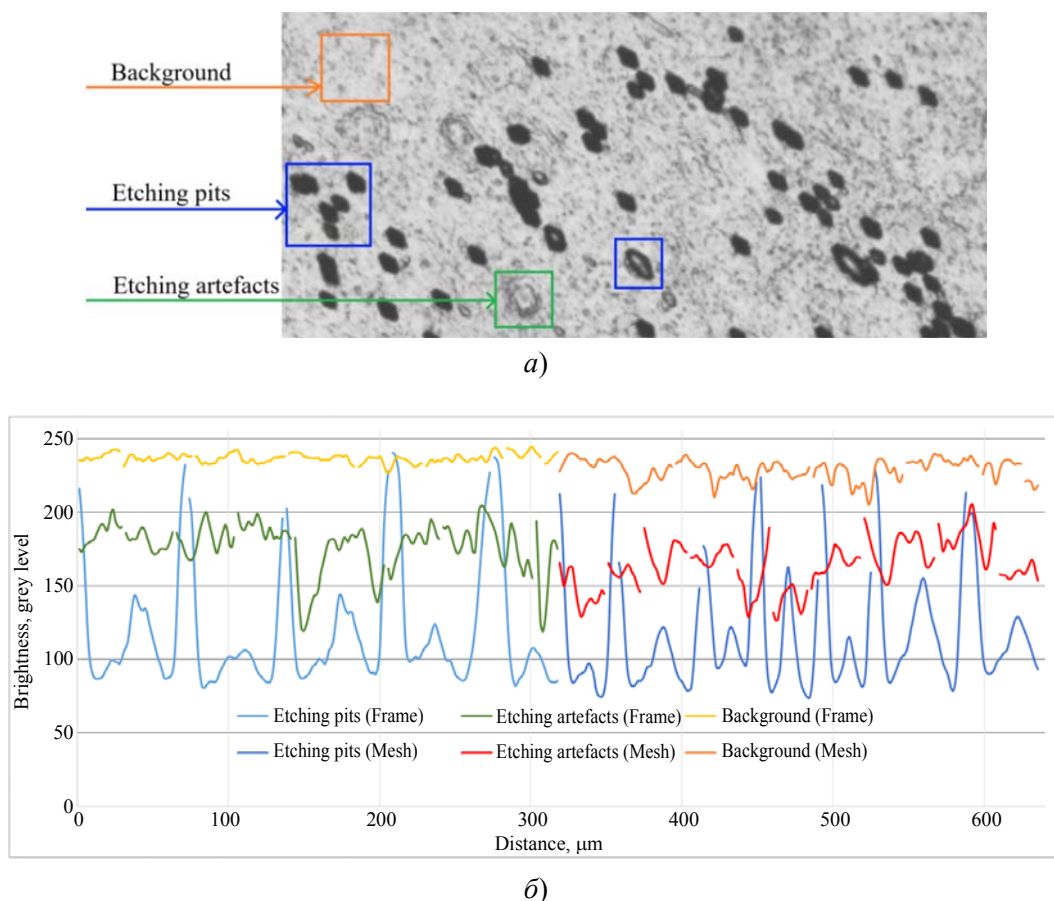
В связи высокой асимметрией распределений экспериментальных выборок при проверке гипотез об их различии или сходстве может оказаться не вполне корректным использование их средних значений (и критерия Стьюдента, соответственно). Так, например, в нашем случае применение критерия Стьюдента показало, что исследуемые выборки относятся к одной совокупности ( $t_{\text{эсп.}} < 0,722$ ;  $t_{\text{табл.}} = 1,98$ ;  $\alpha = 0,05$ ). Однако применение непараметрического критерия Смирнова, не зависящего от вида распределения [11], привело к противоположному выводу: его экспериментальные значения  $t_{\text{эсп.}}$  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  $\mu\text{m}^2$ ) 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.

Установлено, что кроме ямок травления и фона, на исследуемых изображениях присутствуют артефакты травления (рис. 7а), появление которых может быть связано с дефектами, возникающими в ходе абразивного шлифования поверхности пластины.

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.



**Рис. 7.** Интенсивность яркости пикселей отдельных структурных составляющих (а) вдоль секущих, проведенных через ямки, артефакты травления и фон соответственно (б)

Очевидно, что регистрируемые объекты размером от 1,2 до 585 мкм<sup>2</sup>, скорее всего, имеют не дислокационную природу [9]. 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.

Необходимо отметить, что ямки травления, чей контур на бинарном изображении был отличен от правильной ромбовидной огранки, также являются объектом интереса и не являются «артефактами» цифровой обработки оптических изображений.

### Заключение

Для сшитых в панораму (опция программы Thixomet Pro) изображений ямок травления GaAs (Te) в 256 оттенках серого разработан алгоритм выбора порога бинари-

зации, основанный на закономерностях распределения значений уровня серого, соответствующего ямкам травления и фону в единых координатах (в отдельных кадрах, составляющих ячейки панорамы и её каркас – места наложения смежных кадров), уровень которого составил – 150 оттенков серого.

Порог фильтрации шумов определен на основе статистики распределения площадей темных объектов для исследуемого в работе панорамного бинарного изображения и составил 585 мкм<sup>2</sup>. Отсечение таких темных объектов уменьшило их количество на изображении в 6 раз и увеличило вклад крупных ямок травления в формирование площади черного для ячейки и каркаса панорам до 42 и 45 % соответственно.

Определение пороговых значений бинаризации и фильтрации шумов повышают точность применения современных методов цифровой обработки изображений при оценке структурного совершенства монокристаллов GaAs в ходе исследования плотности дислокаций в масштабах образца методами световой и электронной микроскопии.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Subramanyam N., Tsai C. T. / Journal of materials processing technology. 1995. Vol. 55 (3–4). P. 278–287. doi: 10.1016/0924-0136(95)02018-7
2. Frigeri C., Weyher J. L., Jimenez J., Martin P. / Journal de Physique III. 1997. № 12. P. 2339–2360.
3. Elliot A. G., Wei C. L., Vanderwater D. A. / Journal of Crystal Growth. 1987. Vol. 85 (1–2). P. 59.
4. Yu H. Y., Zhao Y. W., Zhan R., Gao Y. L., Hui F. / J. Semicond. 2008. Vol. 29 (9). P. 1775.
5. Sokolovskaya E. A., Kudrya A. V., Kodirov D. F. ugli, Sergeyev M. I., Budanova E. S., Samoshina M. E. / Metallurgist. 2024. Vol. 68. P. 38–44.
6. Kudrya A. V., Sokolovskaya E. A., Tang V. F. / Russian metallurgy (Metally). 2022. Vol. 2022 (10). P. 1318–1331.
7. SEMI M36-0699 Test Method for Measuring Etch Pit Density (EPD) in low dislocation density Gallium Arsenide wafers
8. Test Method for Crystallographic Perfection of Gallium Arsenide by Molten Potassium Hydroxide (KOH) Etch Technique ASTM F1404–92
9. Sangwal K. Etching of crystals: theory, experiment and application. – Elsevier, 2012.
10. <http://www.thixomet.com/>
11. Journal of the American Statistical Association. Mar., 1951. Vol. 46 (253). P. 68–78.

PACS: 81.10-h

## Metrological support of digital measurements of images of etch pit inhomogeneity in GaAs single crystals

N. Y. Komarovskiy<sup>1,2,\*</sup>, S. N. Knyazev<sup>1</sup>, E. A. Sokolovskaya<sup>2</sup>, A. V. Kudrya<sup>2</sup>,  
A. S. Sukhanova<sup>2,3</sup>, V. E. Antonova<sup>2,3</sup> and E. V. Molodtsova<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Sazhin Giredmet JSC, Moscow, 111524 Russia

\* E-mail: [nickkomarovskiy@mail.ru](mailto:nickkomarovskiy@mail.ru)

<sup>2</sup> University of Science and Technology MISIS, Moscow, 119049 Russia

<sup>3</sup> RD&P Center ORION, JSC, Moscow, 111538 Russia

Received 2.06.2025; revised 1.07.2025; accepted 11.08.2025

*An analysis of the brightness field of panoramic images of the dislocation structure of GaAs (100) single crystals grown by the Czochralski method was performed. The binarisation threshold algorithm was selected based on the patterns of brightness field formation. Differences in the distribution of pixel brightness values (in 256 shades of grey) were evaluated by the values of asymmetry and excess coefficients. It was shown that when individual frames are stitched together, a characteristic ‘dark frame’ may form at the points where individual frames overlap. It has been established that, given the asymmetric nature of the distribution of experimental samples of measurement results for structural elements, the assessment of their differences or similarities according to the Student's and Smirnov's criteria may not coincide.*

**Keywords:** Czochralski method; GaAs; etching patterns; dislocations concentration; light microscopy; digital image processing.

## REFERENCES

1. Subramanyam N. and Tsai C. T., Journal of materials processing technology **55** (3–4), 278–287 (1995). doi: 10.1016/0924-0136(95)02018-7
2. Frigeri C., Weyher J. L., Jimenez J. N. and Martin P., Journal de Physique III, № 12, 2339–2360 (1997).
3. Elliot A. G., Wei C. L. N. and Vanderwater D. A., Journal of Crystal Growth. **85** (1–2), 59 (1987).
4. Yu H. Y., Zhao Y. W., Zhan R., Gao Y. L. N. and Hui F., J. Semicond. **29** (9), 1775 (2008).
5. Sokolovskaya E. A., Kudrya A. V., Kodirov D. F. ugli, Sergeyev M. I., Budanova E. S. N. and Samoshina M. E., Metallurgist **68**, 38–44 (2024).

6. Kudrya A. V., Sokolovskaya E. A. N. and Tang V. F., Russian metallurgy (Metally) **2022** (10), 1318–1331 (2022).
7. SEMI M36-0699 Test Method for Measuring Etch Pit Density (EPD) in low dislocation density Gallium Arsenide wafers
8. Test Method for Crystallographic Perfection of Gallium Arsenide by Molten Potassium Hydroxide (KOH) Etch Technique ASTM F1404–92
9. Sangwal K. Etching of crystals: theory, experiment and application. Elsevier, 2012
10. <http://www.thixomet.com/>
11. Journal of the American Statistical Association **46** (253), 68–78 (Mar., 1951).

#### Об авторах

**Комаровский Никита Юрьевич**, руководитель направления лаборатории высокотемпературных полупроводниковых соединений  $A^{III}B^V$ , АО «Гиредмет» (111524, Россия, Москва, ул. Электродная, д. 2, стр. 1). Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (119049, Россия, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1). E-mail: nickkomarovskiy@mail.ru NYKomarovsky@rosatom.ru <https://orcid.org/0000-0002-7869-7886> Scopus Author ID 58510893300. Web of Science Researcher ID NRX-9045-2025. SPIN-код РИНЦ 9642-8920

**Князев Станислав Николаевич**, к.т.н., начальник лаборатории, АО «Гиредмет» (111524, Россия, Москва, ул. Электродная, д. 2, стр. 1).

**Соколовская Элина Александровна**, к.т.н., доцент кафедры металловедения и физики прочности, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (119049, Россия, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1). E-mail: sokolovskaya@misis.ru ORCID 0000-0001-9381-9223. Web of Science Researcher ID AAM-6419-2021. Scopus Author ID 15077468100. SPIN-код РИНЦ 2633-6344. Author ID 185426

**Кудря Александр Викторович**, д.т.н., профессор, заместитель заведующего кафедрой металловедения и физики прочности, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (119049, Россия, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1). E-mail: AVKudrya@misis.ru ORCID: 0000-0002-0339-2391. Web of Science ResearcherID GWZ-8579-2022. Scopus AuthorID 6603628218. SPIN-код РИНЦ 6497-2109. Author ID 11030

**Суханова Анна Сергеевна**, инженер, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (119049, Россия, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1). АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, 9). E-mail: sukhanova11@mail.ru SPIN-код РИНЦ 3007-4250. Author ID 1245396

**Антонова Валерия Евгеньевна**, инженер 2 кат., Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (119049, Россия, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1). АО «НПО «Орион» (111538, Россия, Москва, ул. Косинская, 9). E-mail: avaleriya98@mail.ru

**Молодцова Елена Владимировна**, к.т.н., ведущий научный сотрудник лаборатории низкотемпературных полупроводниковых соединений  $A^{III}B^V$ , АО «Гиредмет» (111524, Россия, Москва, ул. Электродная, д. 2, стр. 1).