

УДК 621.315.592
EDN: TWNYFH

PACS: 81.10-h

Измерение масштабов неоднородности размещения дислокационных ямок травления на цифровых изображениях монокристаллов GaAs© Н. Ю. Комаровский^{1,2,*}, С. Н. Князев¹, Э. А. Соколовская², А. В. Кудря²,
А. С. Суханова^{2,3}, В. Е. Антонова^{2,3}, Е. В. Молодцова¹¹ АО «Гиредмет», Москва, 111524 Россия

* E-mail: nickkomarovskiy@mail.ru;

² НИТУ «МИСиС», Москва, 119049 Россия³ АО «НПО «Орион», Москва, 111538 Россия

Статья поступила в редакцию 2.06.2025; после доработки 1.07.2025; принята к публикации 20.10.2025
Шифр научной специальности: 2.2.3, 2.6.1

Однородность свойств полупроводниковых монокристаллов является одним из главных трендов развития отрасли в последнее время. Однако на данный момент не существует единого представления о мере неоднородности свойств и методах ее оценки. Предложен метод анализа неоднородности размещения дислокационных ямок травления на основе решения задачи о близости объектов бинарного изображения разбиением пространства на полиэдры Вороного. Фильтрацию объектов по размерам проводили с учетом известной природы объектов измерения. На основе гистограммы распределения площадей темных объектов был рассчитан «статистический» порог фильтрации, величина которого составила 585 мкм². Уточнение природы шумов на изображении проводилось на основе прямого наблюдения ямок травления методами сканирующей электронной микроскопии, что позволило оценить величину «физического» порога фильтрации – 16 мкм². Установлено, что группам темных объектов, выделяемых «статистической» и «физической» фильтрацией, в координатах «площадь объекта S – его периметр P» отвечали различные значения тангенсов углов наклона аппроксимирующих кривых: 0,33 и 0,85 соответственно. Показано, что для получения объективных результатов при цифровой обработке изображений необходимо накопление представительной статистики измерений. Так, для исследуемого в работе панорамного изображения ямок травления в GaAs размер площади измерений должен быть не менее 0,42 мм².

Ключевые слова: метод Чохральского; A^{III}B^V; GaAs; плотность дислокаций; световая микроскопия; цифровая обработка изображения; полиэдры Вороного.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-5-85-93

1. Введение

Главным трендом развития полупроводниковой отрасли последних лет является достижение необходимой степени структурной однородности монокристаллов, определяемой плотностью дислокационных ямок травления и геометрией их размещения [1]. В монокристаллах арсенида галлия, выращенных мето-

дом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава, плотность дислокаций (N_d) составляет $\sim 10^4$ см⁻². Их влияние на электрофизические параметры конечной интегральной схемы неоднозначно – с одной стороны они создают дополнительные уровни в запрещенной зоне, с другой – являются стоком точечных дефектов [2]. Уровень плотности дислокаций в случае роста по методу Чохральского

определяется в первую очередь величиной релаксации термопластической деформации и для полупроводниковых соединений группы $A^{III}B^V$ лежит в интервале N_d : 10^2 (InSb) ... 8×10^4 см^{-2} (GaAs) [3, 4].

Неравномерность размещения дислокаций зависит от градиента напряжений, возникающих в процессе роста и обусловленных, в первую очередь, неоднородным температурным полем печи [5]. В случае высокотемпературных полупроводниковых соединений группы $A^{III}B^V$ (InAs, GaAs) процесс дополнительно усложняется необходимостью жидкостной герметизации расплава, которая, в свою очередь, может внести свой вклад в неоднородность температурного поля на фронте кристаллизации. Нивелировать неоднородность теплового поля можно путем подбора температурных и динамических параметров процесса выращивания – ξ . Так, например, изменение температуры фонового нагревателя (в пределах поля допуска) позволяет снизить отток тепла от поверхности растущего слитка [6]. Однако на практике оценить эффективность такого подбора затруднительно, в связи с отсутствием меры структурной неоднородности, расчет которой дополнительно осложнен наличием на поверхности шлифа объектов (шумов), природа образования которых не связана с дислокационной структурой материала, а также единых представлений о необходимом объеме измерений.

Целью данной работы является исследование природы шумов, возникающих в ходе формирования изображения ямок травления, и разработка методики расчета неоднородности их размещения.

2. Объект исследования

Монокристаллы GaAs, легированные Te, диаметром 40 мм были выращены методом

Чохральского с жидкостной герметизацией расплава ЛЕС в кристаллографическом направлении [100]. Образцами служили пластины, отрезанные перпендикулярно оси роста на станке дисковой резки. Поверхность пластин была подвергнута шлифованию, химической полировке в течении 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 КОН при температуре 450°C в течение 7 минут [7, 8].

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 [9].

3. Природа шумов на изображении

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 (рис. 1а). Строение ямок на их бинарных изображениях (на основе предложенных в работе подходов) было подобно морфологии ямок травления, наблюдаемых средствами световой микроскопии (рис. 1б).

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 – рис. 2а.

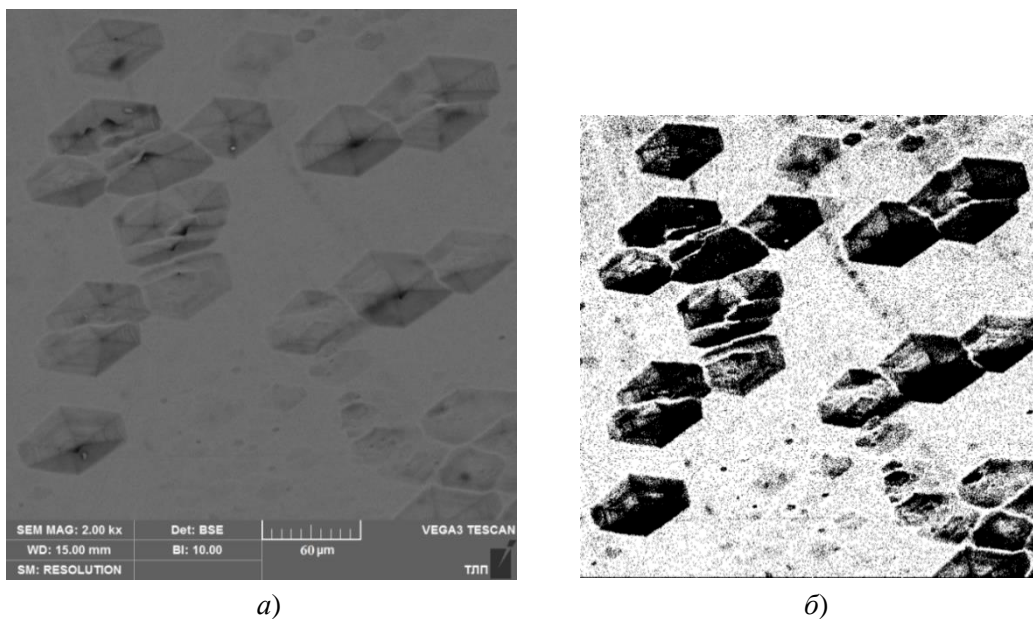


Рис. 1. Исходное изображение ямок травления в сканирующем электронном микроскопе (а) и после бинаризации (б)

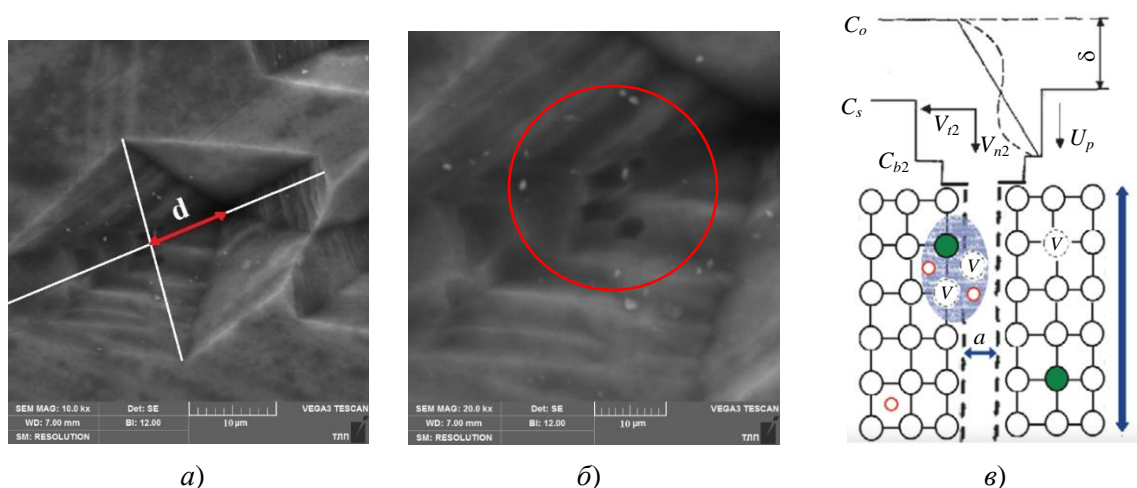


Рис. 2. Смещение дна ямки травления а); б) – ямки травления обусловленные точечными дефектами; в) – схема образования ямки травления в месте выхода на поверхность дислокации с атмосферой Коттрелла

Комплексы точечных дефектов, формирующие атмосферу Коттрелла вдоль линии дислокации (1) шириной (а) [10], могли образовывать ямки травления правильной формы рис. 2в. Их площадь, как правило, не превышала 16 мкм², что определило минимальный («физический») порог фильтрации. Размер выделяемых таким образом темных объектов значительно ниже «статистического» порога фильтрации (585 мкм²), который можно выделить на основе гистограмм распределения значений площадей темных объектов. Интересно, что в координатах «площадь объекта S –

его периметр P» (рис. 3) 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 [11].

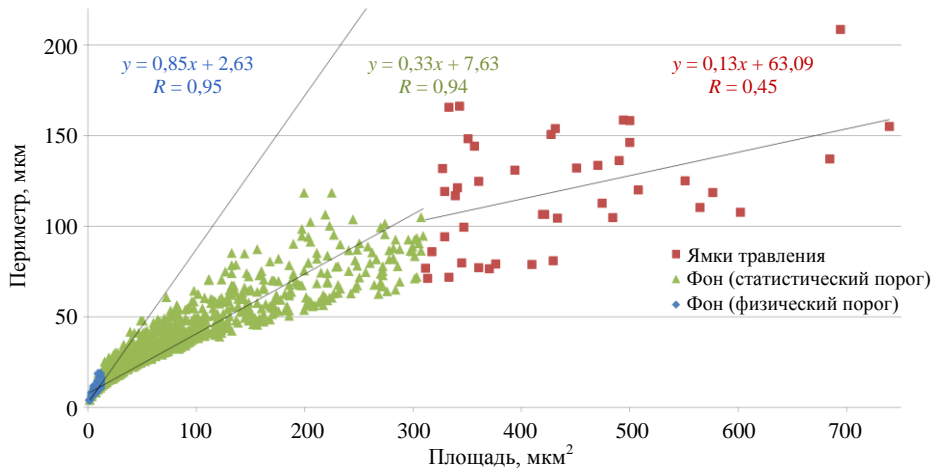


Рис. 3. Соотношение периметра темных объектов и их площади

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 [10].

4. Оценка неоднородности размещения ямок травления

Выделение искомым объектов на бинарном изображении – ямки травления, связанные с дислокационной структурой монокристалла (с использованием статистической фильтрации – площадью менее 585 мкм^2), выявило не только их различие в размерах, но и в размещении на поверхности шлифа: наличие областей их скопления и разрежения (рис. 4).

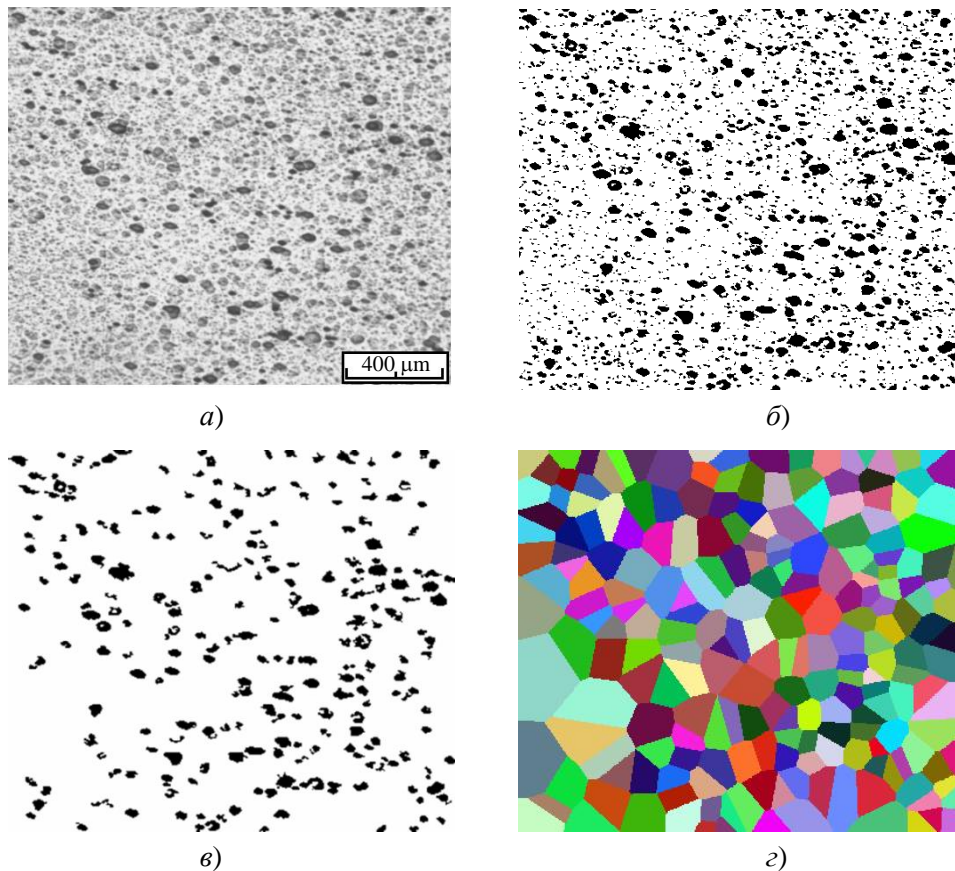


Рис. 4. Исходное изображение (а), его бинарное представление (б), в т. ч. после «статистической» фильтрации (в) и последующего разбиения изображения на полигоны Вороного (г)

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 центрам соседних областей (рис. 4з) [17]. Такое разбиение позволяет объективно определить расстояние между ближайшими ямками травления. На рис. 5 представлена гистограмма распределения расстояний между темными объектами – центрами полиэдров.

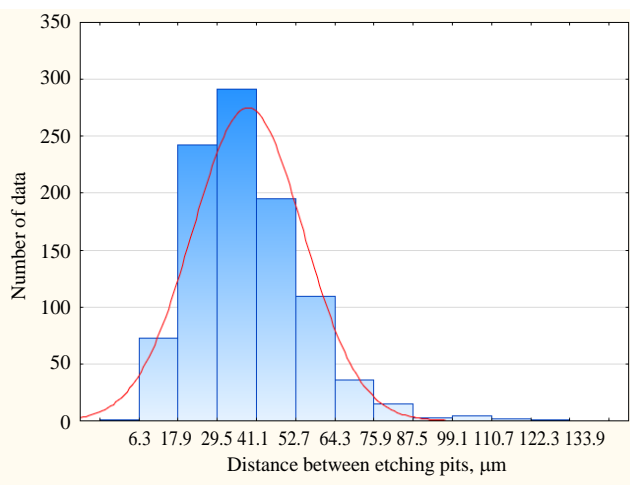


Рис. 5. Гистограмма распределения значений расстояний между центрами полиэдров Вороного (ямками травления)

Распределение расстояний между темными объектами было отлично от нормального распределения (коэффициент асимметрии – 1,12; эксцесс – 2,39), что подтверждает визуально наблюдаемую на изображении (см. рис. 4) неоднородность размещения ямок травления. Отсюда, например, разделение

изображения на четыре равных по площади фрагмента (рис. 6), дает для каждого из них не только своё среднее расстояние между центрами полиэдров Вороного, но и позволяет оценить статистическую природу их распределения – таблица. Из полученных результатов вытекает необходимость обоснования минимального объема экспериментальных данных для получения воспроизводимых результатов измерений плотности и характера размещения ямок травления на шлифе.

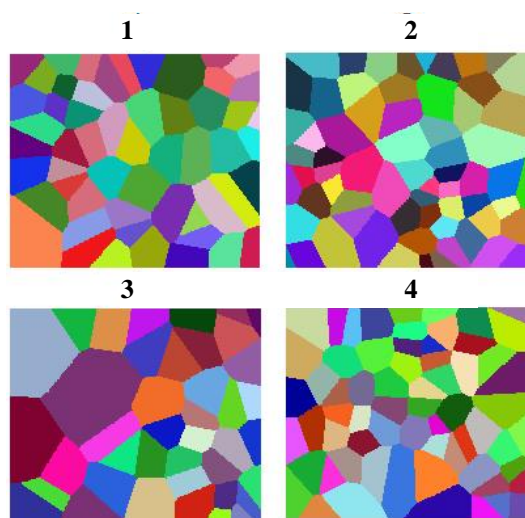


Рис. 6. Разбиение на полиэдры Вороного четырех фрагментов исходного изображения (рис. 4)

На рис. 7 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 мм² (в масштабе пластины) для двух независимых участков панорамы.

Таблица

Статистические характеристики распределения расстояний между ямками травления для различных фрагментов изображения, представленных на рис. 6

№ 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

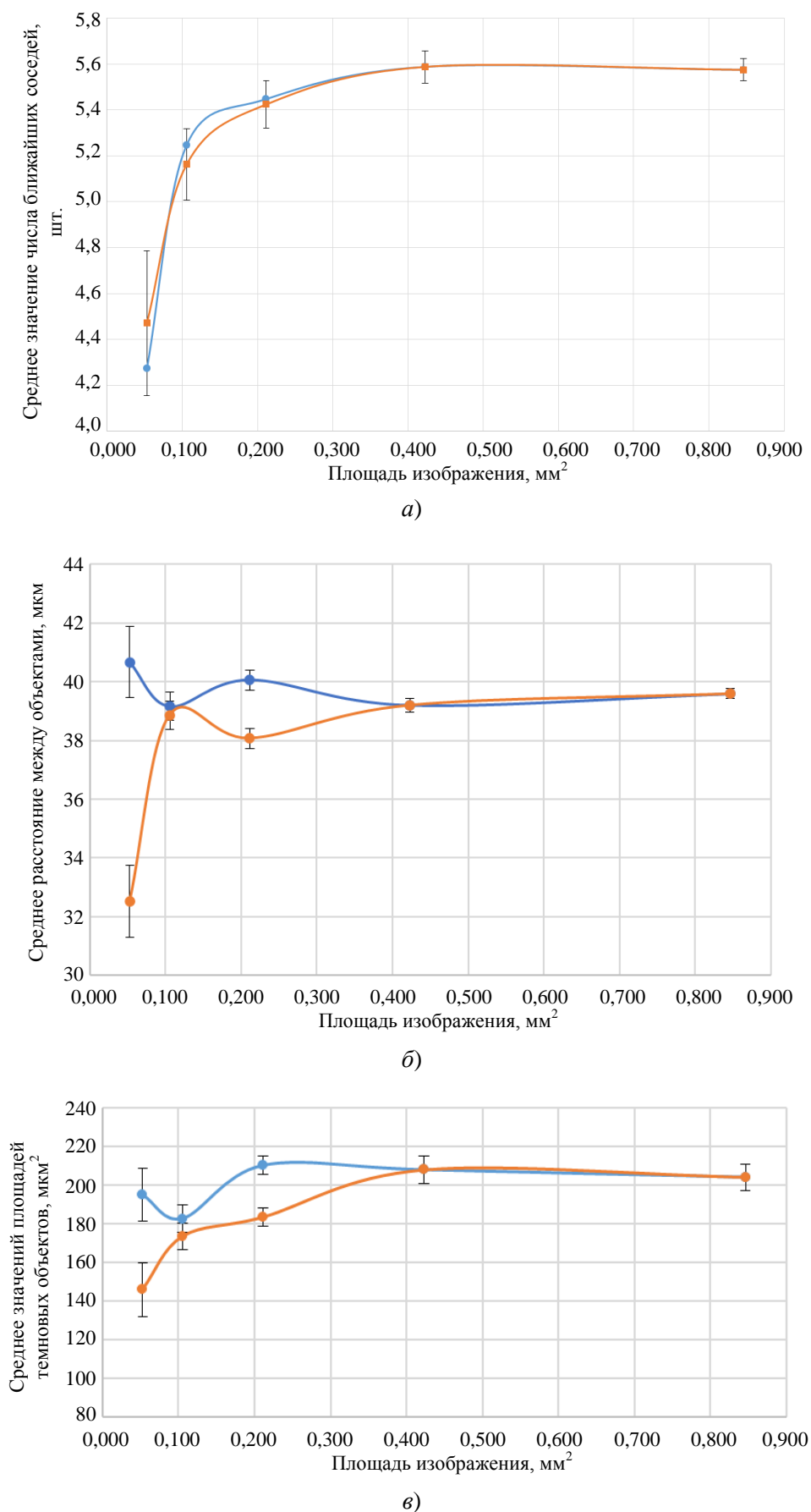


Рис. 7. Изменение средних значений числа ближайших соседей (полиэдров – темных объектов) – (а), расстояний между ними (б) и площадей темных объектов (в) в зависимости от объема измерений для двух независимых фрагментов панорамы (-●-; -○-)

Из полученных результатов следует, что при увеличении площади измерения более $0,42 \text{ мм}^2$ 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 искомым 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, друг относительно друга. В этой связи полноценное представление о строении ямок травления могут дать измерения их геометрии в масштабах всего образца (изделия).

Заключение

1. На основе статистики распределения площадей темных объектов для исследуемого в работе панорамного изображения определен порог фильтрации шумов – 585 мкм^2 . 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 кривых: 0,33 и 0,85 соответственно. Линейность кривых отражает самоподобие наблюдаемых физических явлений, а параметры кривых – различие в природе объектов.

2. Для оценки неоднородности размещения ямок травления на панорамном изображении использовано его разбиение по методу Вороного, с последующей оценкой статистики расстояний между темными объектами (цен-

трами полиэдров Вороного) и числа ближайших соседей.

3. Установлено, что получение воспроизводимых результатов измерения морфологии и закономерностей распределения ямок травления на поверхности пластин GaAs Te (100) возможно при размерах исследуемой области от $0,42 \text{ мм}^2$ и более (в масштабе образца).

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. *Jin C. H.* / J. Semicond. 2013. Vol. 34 (6). P. 063005. doi: 10.1088/1674-4926/34/6/063005.
6. *Оксанич А. П., Шевченко И. В., Краснополянская Ю. А.* / Автоматизированные системы управления и приборы автоматики. 2011. № 156. С. 16–26.
7. SEMI M36-0699 Test Method for Measuring Etch Pit Density (EPD) in low dislocation density Gallium Arsenide wafers
8. *Sangwal K.* Etching of crystals: theory, experiment and application. – Elsevier, 2012.
9. <http://www.thixomet.com/>
10. *Komarovsky N. Yu., Zhuravlev E. O., Molodtsova E. V., Kudrya A. V.* / Industrial laboratory Diagnostics of materials. 2024. Vol. 90 (7). P. 32–39.
11. *Mandelbrot B. B.* The fractal geometry of nature / Revised and enlarged edition. – New York., 1983.
12. *Ozer S., Besikci C.* / Journal of Physics D: Applied Physics. 2003. Vol. 36 (5). P. 559.
13. *Huang M. L., Zheng Z. N., Dai Z. X., Guo X. J., Wang S. S., Jiang L. L., Wei J. C., Chen S. Y.* / J. Semicond. 2022. Vol. 43 (4). P. 042101. <https://doi.org/10.1088/1674-4926/43/4/042101>
14. *Belov A. G., Kanevskii V. E., Evgeniya I. K. et al.* / Modern Electronic Materials. 2023. Vol. 9 (2). P. 69–76.
15. Standard practice for assessing the degree of banding or orientation of microstructures ASTM E1268-01
16. *Kudrya A. V., Sokolovskaya E. A., Nihn L. H., Trachenko V. A., Skorodumov S. C., Papina K. B., Chung T. H.* / Frontier Materials & Technologies. 2014. № 4. P. 44–52.
17. *Martinez J., Hornus S., Song H., Lefebvre S.* / ACM Transactions on Graphics. 2018. Vol. 37 (4). P. 1–15. doi: 10.1145/3197517.3201343

Measurement of the scales of inhomogeneity in the placement of etch dislocation holes in digital images of GaAs single crystals

N. Y. Komarovskiy^{1,2,*}, S. N. Knyazev¹, E. A. Sokolovskaya², A. V. Kudrya²,
A. S. Sukhanova^{2,3}, V. E. Antonova^{2,3} and E. V. Molodtsova¹

¹ Sazhin Giredmet JSC, Moscow, 111524 Russia

* E-mail: nickkomarovskiy@mail.ru

² University of Science and Technology MISIS, Moscow, 119049 Russia

³ RD&P Center ORION, JSC, Moscow, 111538 Russia

Received 2.06.2025; revised 1.07.2025; accepted 20.10.2025

The homogeneity of the properties of semiconductor single crystals has been a key trend in the industry's recent development. However, there is currently no consensus on the degree of property heterogeneity or methods for its assessment. A method for analyzing the heterogeneity of dislocation etch pit distributions is proposed. This method is based on solving the problem of the proximity of binary image objects by partitioning the space into Voronoi polyhedra. Object size filtering was performed taking into account the known nature of the measured objects. A statistical filtering threshold of $585 \mu\text{m}^2$ was calculated using a histogram of the distribution of dark object areas. The nature of image noise was clarified through direct observation of etch pits using scanning electron microscopy, which allowed us to estimate the physical filtering threshold at $16 \mu\text{m}$. It was found that groups of dark objects identified by "statistical" and "physical" filtering, in the "object area S – its perimeter P " coordinates, corresponded to different slope values of the approximating curves: 0.33 and 0.85, respectively. It was shown that, to obtain objective results in digital image processing, it is necessary to accumulate representative measurement statistics – the size of the measurement area when studying the dislocation structure of GaAs should be at least 0.42 mm^2 .

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

REFERENCES

1. Subramanyam N., 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. and Martin P., Journal de Physique III., № 12, 2339–2360 (1997).
3. Elliot A. G., Wei C. L. 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. and Hui F., J. Semicond. **29** (9), 1775 (2008).
5. Jin C. H., J. Semicond. **34** (6), 063005 (2013). doi: 10.1088/1674-4926/34/6/063005.
6. Oksanich A. P., Shevchenko I. V. and Krasnopol'skaya Yu. A., Avtomatizirovanny'e sistemy` upravleniya i pribory` avtomatiki, № 156, 16–26 (2011).
7. SEMI M36-0699 Test Method for Measuring Etch Pit Density (EPD) in low dislocation density Gallium Arsenide wafers
8. Sangwal K. Etching of crystals: theory, experiment and application. Elsevier, 2012.
9. <http://www.thixomet.com/>
10. Komarovskiy N. Yu., Zhuravlev E. O., Molodtsova E. V. and Kudrya A. V., Industrial laboratory Diagnostics of materials. **90** (7), 32–39 (2024).
11. Mandelbrot B. B. The fractal geometry of nature / Revised and enlarged edition. New York, 1983.
12. Ozer S. and Besikci C., Journal of Physics D: Applied Physics **36** (5), 559 (2003).
13. Huang M. L., Zheng Z. N., Dai Z. X., Guo X.J., Wang S. S., Jiang L. L., Wei J. C. and Chen S. Y., J. Semicond. **43** (4), 042101 (2022). <https://doi.org/10.1088/1674-4926/43/4/042101>

14. Belov A. G., Kanevskii V. E., Evgeniya I. K. et al., *Modern Electronic Materials*. **9** (2), 69–76 (2023).
15. Standard practice for assessing the degree of banding or orientation of microstructures ASTM E1268-01
16. Kudrya A. V., Sokolovskaya E. A., Nihn L. H., Trachenko V. A., Skorodumov S. C., Papina K. B. and Chuong T. H., *Frontier Materials & Technologies*, № 4, 44–52 (2014).
17. Martínez J., Hornus S., Song H. and Lefebvre S, *ACM Transactions on Graphics*. **37** (4), 1–15 (2018). doi:10.1145/3197517.3201343

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: 9642-8920

Князев Станислав Николаевич, к.т.н., начальник лаборатории, АО «Гиредмет» (111524, Россия, Москва, ул. Электродная, д. 2, стр. 1). E-mail: stnknyazev@rosatom.ru ORCID: 0000-0002-2580-1707

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: 2633-6344. AuthorID: 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: 6497-2109. AuthorID: 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: 3007-4250. AuthorID: 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). E-mail: evmol@bk.ru ORCID: 0000-0002-2699-9524