УДК 620.187.3:548.4

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ ЭПИТАКСИАЛЬНОГО СЛОЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО GaAs НА ПОДЛОЖКЕ Si(100) МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

© 2022 г. В. А. Сазонов^{а, *, **}, Н. И. Боргардт^а, В. Н. Кукин^а, И. П. Казаков^b

^а Национальный исследовательский университет "Московский институт электронной техники", Москва, 124498 Россия ^bФизический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, 119991 Россия *e-mail: vadim_sazonov_92@mail.ru **e-mail: lemi@miee.ru Поступила в редакцию 30.10.2021 г. После доработки 15.11.2021 г. Принята к публикации 22.11.2021 г.

Методами просвечивающей электронной микроскопии исследована кристаллическая зернистая структура эпитаксиального слоя низкотемпературного GaAs, выращенного на подложке Si(100). Размеры зерен определены с использованием серий изображений при малых углах наклона образца вокруг направлений Si[110] и Si[110]. Установлено, что межзеренные границы можно однозначно выявить после цифровой обработки изображений, которые получены в светлопольном режиме просвечивающего электронного микроскопа и с использованием электронов, рассеянных на небольшие углы в режиме просвечивающей растровой электронной микроскопии. Продемонстрирована эффективность полуавтоматизированного способа выявления межзеренных границ, с использованием которого построена и проанализирована гистограмма распределения зерен по их латеральным размерам.

Ключевые слова: низкотемпературный GaAs, просвечивающая электронная микроскопия, зернистая структура, цифровая обработка изображений, визуализация межзеренных границ. DOI: 10.31857/S1028096022070160

ВВЕДЕНИЕ

Эпитаксиальные слои GaAs, выращенные при низкой температуре (LT-GaAs), обладают высоким удельным сопротивлением (до 10^8 Ом · см) и низкими временами жизни носителей заряда (меньше 1 пс). Эти свойства позволяют использовать низкотемпературный GaAs, выращенный на подложках GaAs, для создания фотоприемников [1] и фотопроводящих антенн, работающих в терагерцовом диапазоне [2], а также в качестве буферного слоя в полевых транзисторах [3]. Эпитаксиальные слои низкотемпературного GaAs, выращенные на Si подложках, находят применение в переключающих устройствах [4, 5] и фотопроводящих антеннах [6].

Структура формирующихся слоев низкотемпературного GaAs определяется условиями роста, материалом и ориентацией поверхности подложки. На подложках GaAs(100) [7] и GaAs(111) [8] при использовании молекулярно-пучковой эпитаксии при температурах роста от 180°С до 240°С формируется монокристаллический слой толщиной от 0.2 до 2.7 мкм, слои большей толщины поликристаллические. Отжиг слоев низкотемпературного GaAs, сформированных на подложках GaAs(100) и GaAs(111), приводит к уменьшению параметра решетки низкотемпературного GaAs [9] и формированию в нем кластеров мышьяка [8–11].

Формирование слоев LT-GaAs на подложках Si(100) методами металлорганического осаждения из газовой фазы [12] и молекулярно-пучковой эпитаксии [13, 14], происходит с образованием монокристаллических островков, которые в дальнейшем смыкаются и образуют сплошной слой. Структурные исследования продемонстрировали, что в зернах формируются двойники [12, 15].

Наиболее часто используемыми методами исследования эпитаксиальных слоев являются атомно-силовая микроскопия для определения шероховатости выращенного слоя [16], а также дифракция рентгеновских лучей [17], которая ис-



Рис. 1. Светлопольные изображения сечений (110) (а) и (001) (б) образцов LT-GaAs. На вставках представлены высокоразрешающее изображение двойников (а) и электронограмма от участка образца сечения (001) (б) соответственно.

пользуется для характеризации кристаллического совершенства вырашенного слоя по ширине дифракционных пиков. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) является прямым методом исследования материалов, который позволяет получать изображения изучаемых областей образца и соответствующие им дифракционные картины [18, 19]. Визуализацию межзеренных границ осуществляют с использованием светлопольных ПЭМ-изображений [20]. Вместе с ПЭМ в последние годы активно используется существенно менее чувствительный к полям напряжений метод просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ), в том числе для исследований дислокационной структуры [21-23], дефектов упаковки [22], структуры двойниковых и межзеренных границ на атомарном уровне [24-26].

В настоящей работе методами ПЭМ и ПРЭМ исследован эпитаксиальный слой низкотемпературного арсенида галлия, выращенного на подложке Si(100), визуализированы межзеренные границы, а также идентифицированы и определены размеры образующих его кристаллических зерен.

ОБРАЗЦЫ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ

Эпитаксиальный слой LT-GaAs формировали методом молекулярно-пучковой эпитаксии при температуре 270°С на сингулярной поверхности кремния с ориентацией (100). Подложку с удельным сопротивлением 4.5 Ом · см предварительно травили в смеси $H_2SO_4: H_2O: H_2O_2$ (3:1:1) и пассивировали в растворе HF: H_2O (1:6). Скорость осаждения составляла 0.18 нм/с при давлении паров галлия и мышьяка 3 × 10⁻⁷ и 5 × 10⁻⁶ Торр соответственно. Толщина выращенного слоя равнялась 250 нм, на завершающем этапе его формирования проводили отжиг при температуре 600°С в течение 10 мин.

Исследования методом электронной микроскопии выполнены на приборе Titan Themis 200, оснащенном корректором сферической аберрации объективной линзы, при ускоряющем напряжении 200 кВ. Для получения изображений методом ПРЭМ использовали кольцевой детектор Fischione Instruments M3000 в режиме темного поля.

Тонкие фольги толщиной около 20 нм подготовлены с использованием электронно-ионного микроскопа Helios Nanolab 650. Для получения сечений образцов с ориентацией поверхности (110) использована стандартная методика *in-situ* "Lift-Out" [27, 28]. Образцы с ориентацией поверхности (001) были подготовлены описанным в [29] способом на участке образца, находящемся у границы эпитаксиального слоя и подложки.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исследования зернистой структуры слоя LT-GaAs

Представленное на рис. 1а изображение плоскости (110) образца, полученное в режиме светлого поля, свидетельствовало о столбчатой зернистой структуре эпитаксиального слоя низкотемпературного GaAs, образованного кристаллическими зернами, прорастающими на всю его толщину. Разная интенсивность на изображениях соседних зерен указывала на то, что они развернуты относительно друг друга на небольшой угол вокруг направления Si[001]. Формирование зернистой структуры сопровождалось образованием двойников, некоторые из которых на рис. 1а обозначены стрелками. Изображение в выделенной области образца, иллюстрирующее структуру двойников с атомарным разрешением, представлено на вставке на рис. 1а. Видно, что кристаллические решетки соседних областей зеркально отражены относительно плоскости двойникования GaAs(111), обозначенной пунктирной линией.

Зернистая структура слоя образца в сечении (001) представлена на светлопольном изображении (рис. 16). Стрелками указаны двойники, об-

разовавшиеся в виде одиночных или нескольких параллельных узких полос. Разная интенсивность на изображениях зерен на рис. 16 объясняется различными отклонениями их отражающих плоскостей от направления распространения падающего электронного пучка. Рефлексы типа 220 и 400 на электронограмме (вставка на рис. 16) соответствуют зернам LT-GaAs в эпитаксиальном слое. Их дугообразный вид подтверждает разворот некоторых зерен друг относительно друга вокруг направления Si[001]. Окружностями на электронограмме на рис. 16 выделены рефлексы, возникающие благодаря образованию двойников в эпитаксиальном слое. Взаимное расположение этих рефлексов соответствует результатам [30].

Получение серий изображений для визуализации межзеренных границ

Как видно из рис. 16, слабый контраст межзеренных границ на изображениях соседних зерен с примерно одинаковой интенсивностью затрудняет их достоверное выявление. Поэтому для однозначной идентификации всех зерен эпитаксиального слоя и последующего определения их размеров была использована серия светлопольных ПЭМ-изображений. Они сформированы с применением диафрагмы объективной линзы микроскопа диаметром 10 мкм, пропускающей только прошедший пучок, при наклонах образца вокруг двух взаимно перпендикулярных направлений Si[110] и Si [1 10] в диапазоне углов от -3° до $+3^{\circ}$ с шагом 1°.

Для визуализации межзеренных границ с целью повышения достоверности получаемых данных и сравнения возможностей различных методов электронной микроскопии были получены еще две серии ПРЭМ-изображений в темнопольном режиме. В одной из них изображения с дифракционным контрастом формировали с использованием электронов, рассеянных на небольшие углы (low angle annular dark field scanning transmission electron microscopy – LAADF-STEM). Для получения второй серии ПРЭМ-изображений с контрастом, зависящим от массы атомов и толщины образца, использовали электроны, рассеянные на большие углы (high angle annular dark field scanning transmission electron microscopy -HAADF-STEM).

Схема, поясняющая работу микроскопа в режиме LAADF-STEM, представлена на рис. 2а. Падающий сфокусированный пучок электронов с углом сходимости $2\theta_c$ после рассеяния в образце регистрируется кольцевым детектором, в плоскости которого прошедший и возникшие дифрагированные пучки имеют форму дисков. Размеры этих дисков и их доля, попадающая на кольцевой детектор, зависят от дискретно изменяющейся



Рис. 2. Схема формирования ПРЭМ-изображений (а) и схематичный вид дифракционных дисков при угле сходимости $\theta_c = 5.5$ мрад в зависимости от эффективной длины камеры 800 мм (б) и 650 мм (в). Образец наклоняли вокруг направлений *A* и *Б* на углы от -3° до $+3^{\circ}$. Стрелками указаны: 1 -сходящийся падающий пучок; 2 -дифрагированный диск; 3 -эффективная длина камеры; 4 -кольцевой детектор.

длины камеры микроскопа L и угла θ_c . Если θ_{in} и θ_{out} — углы, определяющие внутренний и внешний радиус кольцевого детектора, а θ_B — угол Брэгга дифрагированного пучка, то в соответствии с рис. 2а для регистрации пучка детектором должны выполняться соотношения:

$$\theta_{\rm c} < \theta_{\rm in},$$
(1)

$$2\theta_{\rm B} - \theta_{\rm c} > \theta_{\rm in},\tag{2}$$

$$2\theta_{\rm B} + \theta_{\rm c} < \theta_{\rm out}.$$
 (3)

При формировании LAADF-STEM-изображений использовали такое значение длины камеры, при которой величины углов θ_{in} и θ_{out} составляли 7 мрад и 49 мрад соответственно, а половина угла сходимости падающего пучка θ_с равнялась 5.5 мрад. Поскольку брэгговские углы, соответствующие отражениям типа 220 и 400 имеют значения $\theta_{B220} = 6.25$ мрад и $\theta_{B400} = 8.84$ мрад, то соответствующие им дифракционные диски полностью попадали в кольцевой детектор (рис. 2б). Выбранное значение длины камеры являлось оптимальным, поскольку при уменьшении ступенчато изменяющейся величины L на один шаг регистрируемая кольцевым детектором доля интенсивности дифракционных дисков отражений типа 220 сокращалась из-за увеличения углов θ_{in} и θ_{out} до значений 8.6 мрад и 60.2 мрад соответственно (рис. 2в). Серия HAADF-STEM-изображений сформирована при $\theta_c = 5.5$ мрад и длине камеры, при которой величины углов θ_{in} и θ_{out} составили 65 мрад и 200 мрад.

Визуализация межзеренных границ

Изображения одного участка образца, полученные тремя методами электронной микроскопии в разных режимах, приведены на рис. 3а–3в. Сравнивая рис. За и 3б можно отметить, что, поскольку LAADF-STEM-изображение сформировано пучками отраженных электронов, то контраст зерен на них инвертирован по сравнению со светлопольным ПЭМ-изображением. Из рис. 36 также видно, что, хотя изображение на нем несколько более контрастно, чем на рис. За, использование только одного LAADF-STEM-изображения не позволяет достоверно идентифицировать все зерна эпитаксиального слоя. К такому же заключению можно прийти и при анализе НААDF-STEM-изображения (рис. 3в), для которого по сравнению с LAADF-STEM-изображением (рис. 3б) характерен более высокий уровень шума, что, в данном случае, обусловлено сравнительно низким уровнем сигнала, регистрируемого кольцевым детектором.

Непосредственное использование серии изображений, полученных при различных наклонах образца тремя методами, также оказалось недостаточным для выявления всех зерен слоя LT-GaAs. Поэтому с использованием программного пакета Matlab выполнена цифровая обработка каждой серии изображений, в результате которой были получены усредненные распределения модулей градиентов интенсивности (градиентные изображения).

Такая обработка начиналась с процедуры сглаживающей пространственной фильтрации, позволяющей уменьшить неоднородности в распределении интенсивности на изображении каждого из зерен эпитаксиального слоя. Она проведена с использованием выравнивающего среднеарифметического фильтра $\mathbf{h}_{av}(l,m)$, задаваемого матрицей размером 3 × 3:

$$I_{n}(i,j) = \sum_{l=0}^{2} \sum_{m=0}^{2} \mathbf{h}_{av}(l,m) I'_{n}(i+l-1,j+m-1), \quad (4)$$
$$\mathbf{h}_{av}(l,m) = \frac{1}{9} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1\\ 1 & 1 & 1\\ 1 & 1 & 1 \end{pmatrix}, \quad (5)$$

где $I'_n(i, j)$ и $I_n(i, j)$ — интенсивность на *n*-м изображении до и после выполнения выравнивающей фильтрации в пикселях с координатами *i* и *j* вдоль горизонтальной оси *x* и вертикальной оси *y* соответственно, *l* и *m* — номера строк и столбцов матрицы коэффициентов $\mathbf{h}_{av}(i, j)$.

На следующем этапе для каждого *n*-го изображения всех трех серий вычисляли модули градиентов распределения интенсивности $|\nabla I_n(i, j)|$ в соответствии с выражением

$$\left|\nabla I_{n}\left(i,j\right)\right| = \left|G_{nx}\left(i,j\right)\right| + \left|G_{ny}\left(i,j\right)\right|,\tag{6}$$

где $G_{nx}(i,j)$ и $G_{ny}(i,j)$ – производные вдоль осей x и y, характеризующие изменения интенсивности соседних пикселей на изображении во взаимно перпендикулярных направлениях, которые найдены аналогично формуле (4) с использованием градиентных фильтров Собеля [31]:

$$\mathbf{h}_{x}(l,m) = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 1 \\ -2 & 0 & 2 \\ -1 & 0 & 1 \end{pmatrix}, \quad \mathbf{h}_{y}(l,m) = \begin{pmatrix} -1 & -2 & -1 \\ 0 & 0 & 0 \\ 1 & 2 & 1 \end{pmatrix}.$$
(7)

Затем возможные смещения градиентных изображений друг относительно друга, обусловленные наклонами образца, выявляли методом кросс-корреляции и устраняли с применением встроенной в пакете Matlab функции Imtranslate. На последнем шаге проводили усреднение выровненных градиентных изображений и для улучшения визуального восприятия результатов цифровой обработки осуществляли инвертирование цветов.

Полученные усредненные распределения градиентов интенсивности представлены на рис. 3г– е для трех серий микрофотографий. Как видно из рис. 3г, 3д, цифровая обработка исходных серий светлопольных ПЭМ- и LAADF-STEM-изображений позволяет отчетливо визуализировать границы между зернами и отмеченные стрелками на рис. 3а и 3б двойники и без затруднений отличать их друг от друга. Однако на рис. 3г по сравнению с рис. 3д межзеренные границы выглядят менее контрастно, а изображения зерен содержат боль-



Рис. 3. Одно из каждой серии ПЭМ- в режиме светлого поля (а), LAADF-STEM- (б) и HAADF-STEM-изображений (в) и соответствующие им градиентные изображения (г–е).

ше шумов. Уровень шума на градиентном изображении на рис. 3е, полученном из серии HAADF-STEM-изображений, еще больше, и выявление границы зерен на нем затруднительно из-за их сравнительно слабого контраста, поэтому для дальнейшего анализа оно не было использовано.

Количественная характеризация зерен

Цифровая обработка усредненных градиентных изображений слоя LT-GaAs с использованием программного пакета ImageJ [32] в "ручном" и полуавтоматизированном режимах позволила идентифицировать и определить размеры зерен эпитаксиального слоя. В первом из них границы зерен на изображениях выделяли контурами с помощью графического редактора. Последующая пороговая обработка позволила получить бинарные изображения, на основе которых с использованием встроенных в пакете ImageJ функций определяли площади зерен. Средние значения этих площадей S и среднеквадратичные отклонения для серий светлопольных ПЭМ- и LAADF-STEM-изображений эпитаксиального слоя равнялись 3430 ± 2640 и 3330 ± 2720 нм² соответственно.

В отличие от "ручного" режима при полуавтоматизированной обработке градиентных изображений, позволяющей уменьшить влияние субъективного фактора при выявлении межзеренных границ, использовали "метод водораздела", реализованный в плагине MorphoLibJ пакета ImageJ [33]. Оптимальное значение параметра толерантности [33] подбирали таким, при котором границы зерен до и после выполнения полуавтоматизированной обработки градиентных изображений наилучшим образом совпадали друг с другом.

Режим полуавтоматизированной обработки был протестирован для участков градиентного изображения, полученных из серии LAADF-STEM-изображений и не содержащих двойников и слабоконтрастных границ между зернами. Различие средних размеров зерен, найденных в "ручном" и полуавтоматизированном режимах выявления границ, составило 0.3%, что свидетельствует об эквивалентности обоих подходов для обработки таких участков.

Вместе с тем, при применении полуавтоматизированного режима для областей градиентных изображений с двойниками внутри зерен или со слабоконтрастными межзеренными границами требовалась дополнительная коррекция полученных результатов обработки. Такая коррекция была осуществлена в "ручном" режиме в пакете ІтаgeJ. Двойниковые границы, некоторые из ко-



Рис. 4. Границы зерен на усредненном LAADF-STEM-изображении, выявленные полуавтоматизированным способом до (а) и после (б) процедуры коррекции. Некоторые двойниковые на (а) и восстановленные слабоконтрастные границы на (б) обозначены стрелками *1* и *2* соответственно. Стрелка *3* указывает на участок с неоднозначной интерпретацией границ.

торых обозначены стрелками *1* на рис. 4а и которые не должны быть приняты во внимание при определении размеров зерен, делали незаметными путем изменения их интенсивности до уровня окружающего фона. Не выявленные слабоконтрастные границы, различимые на исходных экспериментальных изображениях и градиентных изображениях, восстанавливали при визуальном контроле с использованием меньшего значения параметра толерантности. Примеры восстановленных границ показаны стрелками *2* на рис. 46.

Участки градиентных изображений, один из которых обозначен стрелкой *3* на рис. 46 и для которых выявление положения межзеренных границ вызывало затруднения, не учитывали в последующей цифровой обработке. Порядковые номера, присваиваемые каждому зерну в процессе ее выполнения, надежно обеспечивали идентификацию таких участков. Поскольку их доля не превышала 6%, то исключение подобных участков при количественном анализе размеров зерен практически не сказывалось на его результатах.

Хотя необходимость коррекции результатов полуавтоматизированной обработки усредненных градиентных изображений повышает ее трудоемкость, она остается существенно менее трудозатратной по сравнению с "ручным" режимом визуализации межзеренных границ. Найденные на ее основе средние площади зерен равнялись 3450 ± 2670 и 3290 ± 2890 нм² для серий светлопольных ПЭМ- и LAADF-STEM-изображений соответственно и близки к значениям площадей, полученным в "ручном" режиме.

Значения площадей зерен S_i , найденные полуавтоматизированным методом, использовали для оценки их латеральных размеров d_i , которые рас-



Рис. 5. Гистограммы распределения эквивалентных диаметров зерен *d*, полученные методом ПЭМ в режиме светлого поля (мелкая штриховка) и LAADF-STEM-режиме (крупная штриховка).

считывали на основе аппроксимации поперечных сечений зерен кругами эквивалентного диаметра $d_i = 2\sqrt{S_i/\pi}$. На рис. 5 представлены гистограммы распределения оценочных латеральных размеров зерен, полученных с использованием методов ПЭМ в режиме светлого поля и LAADF-STEM (близких друг к другу). Размер одного интервала на гистограммах составил 20 нм, что позволило выявить асимметричный характер распределения зерен по размерам, которые находятся в диапазоне значений от 13 нм до 145 нм. Из рис. 5 видно, что максимальное количество зерен (модальный интервал) лежит в диапазоне от 40 нм до 60 нм. Величину моды для найденных распределений вычисляли по формуле [34]:

$$d_{\rm M} = L + w \frac{N_{\rm M} - N_{\rm M-1}}{\left(N_{\rm M} - N_{\rm M-1}\right) + \left(N_{\rm M} - N_{\rm M+1}\right)}$$

где L — левая граница модального интервала на гистограмме, w — его ширина, $N_{\rm M}$ — количество зерен в модальном интервале, $N_{\rm M - 1}$ и $N_{\rm M + 1}$ количество зерен в интервалах, расположенных слева и справа от модального интервала.

Значения $d_{\rm M}$ для двух распределений на рис. 5 оказались равными 50 и 51 нм. Практически точное совпадение этих значений, а также незначительные отличия в распределениях зерен по размерам, полученных с использованием светлопольных ПЭМ и LAADF-STEM методов, свидетельствует об их применимости для количественной характеризации межзеренных границ.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследования методами электронной микроскопии продемонстрировали, что слой низкотемпературного GaAs, выращенный методом молекулярно-пучковой эпитаксии на подложке Si(100), имеет зернистую структуру. Зерна ориентированы вдоль направления роста и прорастают на всю толщину слоя от кремниевой подложки до его поверхности. В некоторых зернах имеются двойники, которые выявляются как на электронно-микроскопических изображениях, так и электронограммах.

Для оценки размеров зерен методами ПЭМ в режиме светлого поля, LAADF-STEM и HAADF-STEM были получены три серии изображений при наклонах сечения (001) образца вокруг направлений Si[110] и Si[110] в пределах $\pm 3^{\circ}$ с шагом 1°. Использование каждой серии светлопольных ПЭМ- и LAADF-STEM-изображений для нахождения усредненных распределений градиентов интенсивности позволило отчетливо визуализировать границы между зернами эпитаксиального слоя. Выявление межзеренных границ с использованием серии HAADF-STEM-изображений является затруднительным из-за сравнительно высокого уровня шума на них.

Для проведения цифровой обработки градиентных изображений с целью определения площадей отдельных зерен апробированы "ручной" и полуавтоматизированной режимы, проводящие к практически эквивалентным результатам, но второй из режимов является существенно менее трудоемким. С применением полуавтоматизированного режима обработки усредненных градиентных изображений определены площади зерен эпитаксиального слоя и оценены их латеральные размеры на основе аппроксимации формы зерен кругами. Показано, что распределения зерен по размерам лишь незначительно отличаются друг от лруга при использовании метолов ПЭМ в режиме светлого поля и LAADF-STEM для получения серий изображений эпитаксиального слоя и имеют асимметричный вид с модой, приблизительно равной 50 нм. Латеральные размеры зерен лежат в интервале от 13 до 145 нм, при этом у около 35% зерен они находятся в диапазоне значений от 40 до 60 нм.

БЛАГОДАРНОСТИ

Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (тема AAAA-A20-120071490069-9, соглашение № 075-03-2020-216, код 0719-2020-0018) с использованием оборудования ЦКП "Диагностика и модификация микроструктур и нано-объектов".

Конфликт интересов: Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Chiu Y., Fleischer S.B., Lasaosa D., Bowers J.E. // Appl. Phys. Lett. 1997. V. 71. P. 2508. https://doi.org/10.1063/1.120115
- Ramer J., Ospald F, von Freyman G., Beigang R. // Appl. Phys. Lett. 2013. V. 103. № 2. P. 021119. https://doi.org/10.1063/1.4813605
- Smith F.W., Calawa A.R., Chen C., Manfra M.J., Mahoney L.J. // IEEE Electron Dev. Lett. 1989. V. 54. № 10. P. 890. https://doi.org/10.1109/55.2046
- Zheng X., Xu Y., Sobolewski R., Adam R., Mikulics M., Siegel M., Kordos P. // Appl. Optics. 2003. V. 42. № 9. P. 1726. https://doi.org/10.1364/AO.42.001726
- 5. *Ma K., Ryohei R., Miller D.A.B., Harris J.S.Jr.* // IEEE J. Quant. Electron. 2004. V. 40. № 6. P. 800. https://doi.org/10.1109/JSTQE.2005.860991
- Afalla J., Catindig G., De Los Reyes A., Prieto E., Faustino M.A., Vistro V.DC, Gonzales K.C., Bardolaza H., Mag-usara V.K., Husay H.A., Muldera J., Cabello N.I., Ferrolino J.P., Kitahara H., Somintac A., Salvador A., Tani M., Estacio E. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2020. V. 53. P. 095105. https://doi.org/10.1088/1361-6463/ab5aa7
- Liliental-Weber Z., Swider W., Yu K.M., Kortright J., Smith F.W., Calawa A.R. // Appl. Phys. Lett. 1991. V. 58. № 19. P. 2153. https://doi.org/10.1063/1.104990
- Галиев Г.Б., Климов Е.А., Васильев А.Л., Имамов Р.М., Пушкарев С.С., Трунькин И.Н., Мальцев П.П. // Кристаллография. 2017. Т. 62. № 1. С. 77. https://doi.org/10.7868/S0023476117010076
- Claverie A., Liliental-Weber Z. // Phil. Mag. A. 1992.
 V. 65. № 4. P. 981. https://doi.org/10.1080/01418619208205601
- Бойцов А.В., Берт Н.А., Мусихин Ю.Г., Чалдышев В.В., Яговкина М.А., Преображенский В.В., Путято М.А., Семягин Б.Р. // Физика и техника полупроводников. 2006. Т. 40. № 7. С. 778.
- Бойцов А.В., Берт Н.А., Чалдышев В.В., Преображенский В.В., Путято М.А., Семягин Б.Р. // Физика и техника полупроводников. 2009. Т. 43. № 2. С. 278.
- Alberts V., Neethling J.H., Vermaak J.S. // Mat. Lett. 1992. V. 13. № 2–3. P. 65. https://doi.org/10.1016/0167-577X(92)90111-V
- Gonzalez Y., Gonzalez L., Briones F., Vila A., Cornet A., Morante J.R. // J. Crystal Growth. 1992. V. 123. P. 385. https://doi.org/10.1016/0022-0248(92)90598-D
- Бурбаев Т.М., Горбацевич А.А., Егоркин В.И., Казаков И.П., Мартовицкий В.П., Мельник Н.Н., Митягин Ю.А., Мурзин В.Н., Савинов С.А., Шмелев С.С. // Кр. сообщ. по физ. Физического института им. П.Н. Лебедева РАН. 2013. Т. 40. № 8. С. 15.
- 15. *Zhou J.M., Chen H., Li F.H., Liu S., Mei X.B., Huang Y. //* Vacuum. 1992. V. 43. № 11. P. 1055. https://doi.org/10.1016/0042-207X(92)90329-U
- Абрамкин Д.С., Петрушков М.О., Емульянов Е.А., Путято М.А., Семягин Б.Р., Васев А.В., Есин М.Ю., Лошкарев И.Д., Гутаковский А.К., Преображен-

ПОВЕРХНОСТЬ. РЕНТГЕНОВСКИЕ, СИНХРОТРОННЫЕ И НЕЙТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ № 7 2022

ский В.В., Шамирзаев Т.С. // Автометрия. 2018. Т. 54. № 2. С. 85.

- Afalla J., Gonzales K.C., Prieto E.A., Catindig G., Vasquez J.D., Husay H.A., Tumanguil-Quitoras M.A., Muldera J., Kitahara H., Somintac A., Salvador A., Estacio E., Tani M. // Semicond. Sci. Technol. 2019. V. 34. P. 035031. https://doi.org/10.1088/1361-6641/ab0626
- Ловыгин М.В., Боргардт Н.И., Казаков И.П., Зайбт М. // Физика и техника полупроводников. 2015. Т. 49. № 3. С. 349.
- Ding C., Chen W., Sabbaghianrad S., Xu J., Shan D., Guo B., Langdon T.G. // Mater. Characteriz. 2021. V. 173. P. 110929. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.110929
- Christiansen S., Lengsfeld P., Krinke J., Nerding M., Nickel N.H., Strunk H.P. // J. Appl. Phys. 2001. V. 89. P. 5348. https://doi.org/10.1063/1.1360703
- Philips P.J., Branders M.C., Mills M.J., De Graef M. // Ultramicroscopy. 2011. V. 111. P. 1483. https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.07.001
- 22. Su X.J., Niu M.T., Zeng X.H., Huang J., Zhang J.C., Zhang J.P., Wang J.F., Xu K. // Mater. Res. Express. 2016. V. 3. P. 086401. https://doi.org/10.1088/2053-1591/3/8/086401
- Oveisi E., Spadaro M.C., Rotunno E., Grillo V., Hebert C. // Ultramicroscopy. 2019. V. 200. P. 139. https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.02.004
- Kozak R., Prieto I., Dasilva Y.A.R., Erni R., Skibitzki O., Capellini G., Schroeder T., von Kanel H., Rossell M.D. // Phil. Mag. A.: Mater. Sci. 2017. V. 97. Iss. 31. P. 2845. https://doi.org/10.1080/14786435.2017.1355117

- Feng B., Lugg N.R., Kumamoto A., Shibata N., Ikuhara Y. // Ultramicroscopy. 2018. V. 193. P. 33. https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2018.05.010
- 26. Dasilva Y.A.R., Erni R., Isa F., Isella G., von Kanel H., Groning P., Rossell M.D. // Acta Materialia. 2019. V. 167. P. 159. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.01.031
- 27. Giannuzzi L.A., Stevie F.A. // Micron. 1999. V. 30. № 3.
 P. 197.
 https://doi.org/10.1016/S0968-4328(99)00005-0
- 28. Волков Р.Л., Боргардт Н.И., Кукин В.Н., Приходько А.С., Басаев А.С., Шаман Ю.П. // Поверхность. Рентген., синхротр, и нейтрон. исслед. 2011. № 9. С. 94.
- 29. Гришина Я.С., Боргардт Н.И., Волков Р.Л., Громов Д.Г., Дубков С.В. // Поверхность. Рентген., синхротр., и нейтрон. исслед. 2017. № 2. С. 51. https://doi.org/10.7868/S020735281702007X
- Neethling J.H., Alberts V. // J. Appl. Phys. 1994. T. 75. № 7. P. 3435. https://doi.org/10.1063/1.356103
- 31. *Гонсалес Р., Вудс Р.* Цифровая обработка изображений. М.: Техносфера, 2005. 1072 с.
- 32. *Ferreira T., Rasband W.* ImageJ User Guide: IJ 1.46r; https://imagej.nih.gov/ij/docs/guide/user-guide.pdf
- 33. Legland D., Arganda-Carreras I., Andrey P. // Bioinformatics. 2016. V. 32. № 22. P. 3532. https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btw413
- 34. *Zheng S., Mogusu E., Veeranki S. et al.* // Commun. Stat. Theor. Methods. 2017. V. 46. № 9. P. 4285. https://doi.org/10.1080/03610926.2015.1081948

Electron Microscopy Study of Grain Structure of Low Temperature GaAs Epitaxial Layer Grown on Si(100) Substrate

V. A. Sazonov^{1, *, **}, N. I. Borgardt¹, V. N. Kukin¹, I. P. Kazakov²

¹National Research University of Electronic Technology (MIET), Moscow, 124498 Russia

²P.N. Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 119991 Russia

*e-mail: vadim_sazonov_92@mail.ru

**e-mail: lemi@miee.ru

The crystalline grain structure of LT-GaAs epitaxial layer grown on Si(100) substrate was studied by transmission electron microscopy using cross-section and plan-view specimens. The grain sizes were determined using electron-microscopy image series acquired in a small range of tilt angles of a plan-view specimen around Si[110] and Si[110] directions. It was shown that the grain boundaries can be unambiguously identified after digital processing of images obtained in bright field TEM mode or using low angle scattered electrons in the scanning transmission electron microscopy mode. The efficiency of the proposed semi-automated procedure for grain boundaries identification was demonstrated, which was used to construct and analyze histogram of the distribution of lateral grain sizes.

Keywords: low temperature GaAs, transmission electron microscopy, grain structure, digital image processing, grain boundary visualization.

64