

# Структурные исследования монокристаллов $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ рентгенодифракционными методами

© Т.С. Аргунова, М.Ю. Гуткин\*, А.Г. Забродский, Л.М. Сорокин, А.С. Трегубова, М.П. Щеглов, Н.В. Абросимов\*\*, J.H. Je\*\*\*, J.M. Yi\*\*\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия

\* Институт проблем машиноведения Российской академии наук,

199178 Санкт-Петербург, Россия

\*\* Institute of Crystal Growth,

12489 Berlin, Germany

\*\*\* Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology,

790-784 Pohang, Korea

(Поступила в Редакцию 14 октября 2004 г.)

Исследованы дефекты кристаллической структуры в монокристаллах твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , 1–9 at.% Ge, выращенных методом Чохральского. Исследование проведено методами рентгеновской дифракционной топографии на лабораторном и синхротронном источниках излучения, рентгеновской дифрактометрией, а также синхротронной фазовой радиографией. Во всех исследованных кристаллах независимо от концентрации Ge наблюдались примесные полосы (полосы роста). Было показано, что увеличение концентрации Ge в интервале 7–9 at.% приводило к зарождению и скольжению дислокаций по нескольким системам кристаллографических плоскостей и образованию полос скольжения. В местах пересечения полос скольжения наблюдались области с локальной блочной структурой. Наиболее вероятной причиной образования полос скольжения было неоднородное распределение Ge как по диаметру слитка, так и по оси роста. Таким образом, структурное качество монокристаллов твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  может быть улучшено путем повышения степени однородности их состава.

Работа выполнена в рамках программы „Низкоразмерные квантовые структуры“ Президиума РАН (6.3).

## 1. Введение

Монокристаллы твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  перспективны для использования в электронике несмотря на то, что в настоящее время основное применение находят эпитаксиальные слои  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , выращенные на кремниевых подложках. Для решения ряда технологических проблем, возникающих при получении пленок твердого раствора  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , используют толстые релаксированные слои  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , на которых в свою очередь выращивают тонкие упруго-напряженные слои кремния. Введение дополнительных операций при создании исходных полупроводниковых структур повышает их стоимость. Поэтому идея выращивания упруго-напряженных слоев Si на подложках, изготовленных из монокристаллов твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , становится все более привлекательной. Однако такие подложки должны иметь высокую концентрацию германия (до 20 at.%) и низкую плотность дефектов структуры.

Другой областью применения твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  является их использование в качестве материала активной области в фотоэлектрических преобразователях — солнечных батареях, так как они обладают повышенной чувствительностью к длинноволновой области видимого спектра. В настоящее время качество солнечных батарей на основе эпитаксиальных слоев арсенида галлия и родственных ему соединений  $\text{A}_3\text{B}_5$  снижается из-за дефектов кристаллической структуры, возникающих из-за несоответствия параметров решеток

активного слоя и подложки кремния. Замена подложек Si на  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  уменьшает это несоответствие и дает возможность оптимизировать технологию получения солнечных батарей на основе GaAs, что повышает их надежность.

Монокристаллы  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  большого диаметра обычно выращивают методом Чохральского [1,2]. При этом существует проблема неоднородности распределения германия. Высокий коэффициент сегрегации германия в кремнии приводит к тому, что содержание германия в таких кристаллах изменяется как по площади, так и по длине слитка. Управление условиями роста позволяет получать слитки с заданным градиентом параметра решетки вдоль оси роста [3]. Кристаллы  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  с заданным изменением параметра решетки перспективны для использования в синхротронной оптике. Например, кристаллы-монокроматоры, изготовленные таким образом, что межплоскостное расстояние в них изменяется вдоль поверхности, позволяют уменьшить расходимость падающего пучка и повысить интегральную отражающую способность монокроматора при сохранении монокроматичности отраженного пучка [3].

Выращивание монокристаллов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  с однородным распределением Ge остается серьезной проблемой, решение которой не найдено до сих пор. Примесные полосы (полосы роста) всегда присутствуют в кристаллах  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , выращенных методом Чохральского [4]. Они обусловлены микрофлуктуациями скорости роста на границе твердой и жидкой фаз, которые в свою очередь

вызваны нестационарными конвективными потоками в расплаве [5].

Изменение распределения Ge в Si приводит к изменению параметра решетки и способствует возникновению дефектов кристаллической структуры. Отрицательное влияние дефектов на параметры приборов и характеристики рентгеновских монохроматоров на основе  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  стимулирует поиск путей получения однородных кристаллов с заданными свойствами. Для понимания связи между условиями роста и совершенством кристаллической решетки необходимы структурные исследования. К настоящему времени установлено, что (1) концентрация Ge и кривизна фронта роста влияют на распределение полос роста и их структуру [6], (2) количество дислокаций в кристалле и их распределение по горизонтальному и вертикальному сечениям слитка зависят от содержания Ge и ориентации оси роста [1,3], (3) подвижность дислокаций определяется микронеоднородностью твердого раствора [7,8]. Микронеоднородности твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  и  $\text{Ge}_{1-x}\text{Si}_x$  сказываются и на поведении кривых деформирования этих материалов [9].

Цель настоящей работы — систематическое исследование дефектообразования в кристаллах  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  в зависимости от содержания Ge в интервале 1–9 at.% для кристаллов с ориентацией оси роста по различным кристаллографическим направлениям. Исследование выполнялось методами, основанными на дифракции рентгеновских лучей: рентгеновской топографией, дифрактометрией и синхротронной фазовой радиографией.

## 2. Образцы и методы исследования

2.1. Монокристаллы  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ . Кристаллы  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  ( $0.01 \leq x \leq 0.09$ ) выращивались методом Чохральского в Институте роста кристаллов (Institut für Kristallzüchtung) в Берлине, Германия. Слитки диаметром до 42 mm имели слабый градиент концентрации Ge вдоль оси роста. Ось роста была параллельна направлениям  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 122 \rangle$  (последнее направление оси роста возникло после двойникования кристалла, выросшего по  $\langle 001 \rangle$ ). Кристаллы (*n*- и *p*-типа проводимости) были слабо легированы фосфором и бором с концентрацией порядка  $10^{15} \text{ cm}^{-3}$  и содержали кислород на уровне  $6 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Для исследования брали образцы в виде пластин толщиной  $\sim 0.4 \text{ mm}$ , вырезанные перпендикулярно оси роста и химико-механически отполированные с обеих сторон.

2.2. Рентгеновское изображение кристаллов. Рентгеновские изображения исследуемых пластин служили основным источником информации о дефектах кристаллической структуры. Их получали тремя путями: (1) на лабораторном источнике излучения методами рентгеновской дифракционной топографии, (2) на синхротронном источнике в условиях дифракции Брэгга

и (3) на синхротронном источнике в условиях дифракции Френеля.

(1) Лабораторные топограммы были получены проекционным методом Ланга в геометриях Брэгга и Лауэ с использованием стандартного оборудования и  $K_{\alpha 1}$ -излучения трубок с Cu и Mo анодами. Расходимость пучка зависела от длины волны излучения и была порядка нескольких угловых минут. Разрешение метода составляло несколько микрометров. Изображения регистрировались на пластинки с ядерной фотоэмульсией, разрешение которой соответствовало наилучшему разрешению метода.

(2) Синхротронные топограммы получали в полихроматическом излучении с энергией от 10 до 60 keV. Пучок имел пространственную расходимость  $2 \mu\text{rad}$  в вертикальном направлении и  $5 \mu\text{rad}$  в горизонтальном. Малую расходимость и достаточно большую площадь пучка на образце может обеспечить только достаточно удаленный источник. Источник синхротронного излучения удовлетворяет этим требованиям и обеспечивает высокую интенсивность излучения. Когда излучение с непрерывным спектром падает на монокристалл, каждая система кристаллографических плоскостей „выбирает“ тот участок спектра, для которого угол между отражающими плоскостями и пучком удовлетворяет условию Брэгга. В результате за кристаллом возникает множество дифрагированных пучков, причем каждое „пятно Лауэ“ представляет собой топограмму с высоким разрешением [10]. Контраст изображений в полихроматическом излучении формируется на основе ориентационного и экстинкционного механизмов. В первом случае изменение интенсивности от одной точки изображения к другой характеризует величину разориентировки кристаллической решетки. Экстинкционный контраст обусловлен локальными изменениями степени совершенства кристалла: область вокруг дефекта рассеивает рентгеновское излучение как мозаичный кристалл, интегральная интенсивность отражения которого выше интенсивности отражения от более совершенных областей кристалла [10].

Система регистрации состояла из кристалла-сцинтиллятора  $\text{CdWO}_4$  толщиной 200  $\mu\text{m}$ , объектива для оптического увеличения изображения и детектора с ПЗС матрицей. Размер поля зрения составлял  $8 \times 8 \text{ mm}$ , размер пикселя — 15  $\mu\text{m}$ . Расстояние образец–сцинтиллятор было равно 8 cm. В условиях эксперимента только одна топограмма Лауэ могла фиксироваться на детекторе за одну экспозицию.

(3) Синхротронная фазовая радиография была третьим методом получения изображений. Принципы формирования рентгеновских фазовых изображений описаны в ряде работ [11–13]. Мы использовали данный метод с целью выявления неоднородностей с плотностью вещества, отличающейся от таковой для матрицы, например, включений Ge. Система детектирования изображений была аналогична методу белого пучка, однако разрешение ПЗС матрицы было существенно выше. ПЗС мат-

Таблица 1. Параметры некоторых из исследованных образцов

№ образца	Проводимость	Удельное сопротивление, $\Omega \cdot \text{см}$	Ориентация	Отражение	Полуширина кривой качания, $''$ ; $\pm 0.1''$	Содержание Ge, at.%; $\pm 0.1\%$
105-3	<i>p</i>	10	(110)	220	6	1.5
222-9	<i>n</i>	2.2	(110)	220	8–20	3.0–3.2
104-4	<i>p</i>	7.2	(110)	220		6.5
33-1	<i>p</i>	0.6	(001)	004	7	1.0
33-6	<i>p</i>	0.6	(001)	004	7	1.5
60-2	<i>p</i>	2.7	(122)	244		4.4
16-14	<i>n</i>	2.5	(111)	111	8–12	4.1

рица имела размер пикселя  $0.14 \mu\text{м}$  и чувствительность 16 бит. Наилучшее разрешение системы детектирования было на уровне  $2 \mu\text{м}$ . Расстояние образец–сцинтиллятор составляло 8–10 см.

Эксперименты в синхротронном излучении были выполнены в г. Поханг, Республики Корея, на источнике синхротронного излучения третьего поколения Pohang Light Source, станция 7B2.

2.3. Рентгеновская дифрактометрия. Измерение параметра решетки. Параметр решеток измерялся с помощью трехкристального спектрометра [14]. Размер пучка в плоскости рассеяния был  $0.5 \text{ мм}$ . Держатель образца позволял перемещать образец в пучке в интервале  $\pm 20 \text{ мм}$  в горизонтальном направлении. Горизонтальное перемещение и поворот образца вокруг оси, перпендикулярной его поверхности, давали возможность измерять угол Брэгга в различных точках и определять изменение параметра по площади кристаллов. Систематическая ошибка измерений была такова, что точность измерения параметра решетки составляла  $\pm 0.00012 \text{ \AA}$ . Концентрация Ge была измерена с точностью  $\pm 0.1\%$ .

В соответствие с законом Вегарда зависимость параметра решетки от концентрации Ge является линейной

$$\Delta d/d_{\text{Si}} = JC, \quad (1)$$

где  $d$  — межплоскостное расстояние,  $C$  — концентрация Ge в at.% и  $J$  — коэффициент пропорциональности. Однако для монокристаллов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  было установлено отклонение от закона Вегарда [3]. Было показано, что коэффициент  $J$  в уравнении (1) можно определить, зная концентрацию Ge, по эмпирической формуле, справедливой для малых концентраций

$$J \approx 3.67 \cdot 10^{-4} + 1 \cdot 10^{-4}C. \quad (2)$$

В табл. 1 представлены значения концентрации Ge в некоторых из исследованных образцов, полученные с учетом поправки к закону Вегарда. Кривые качания были измерены путем углового сканирования образца в двухкристальной схеме. Сравнение измеренных значений полуширины кривых качания с расчетными позволили сделать выводы о структурном качестве материала. Для

сравнения отметим, что расчетное значение полуширины кривой 220 отражения от совершенного кристалла Si равно  $5.5 \text{ angles}$ .

### 3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

3.1.  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  (1–7 at.% Ge). Основными дефектами структуры, обнаруженными методами рентгеновской топографии в кристаллах с 1–7 at.% Ge, были примесные полосы, обусловленные колебаниями концентрации Ge, и полосы скольжения дислокаций. На рис. 1 представлены топограммы пластин с ориентацией поверхности

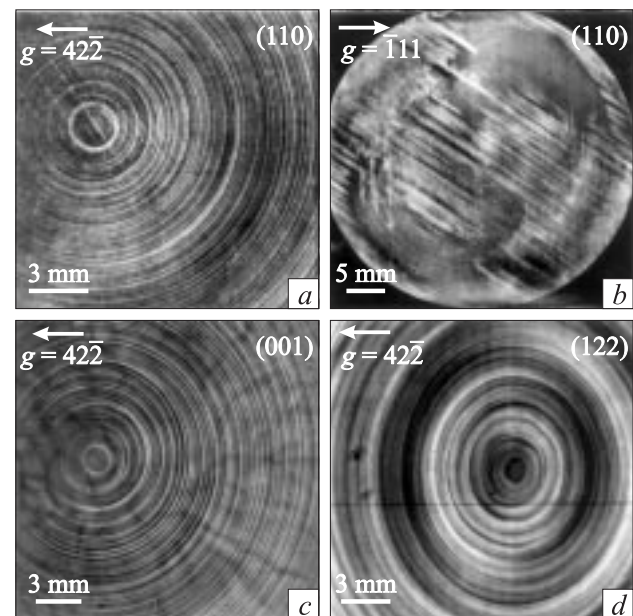
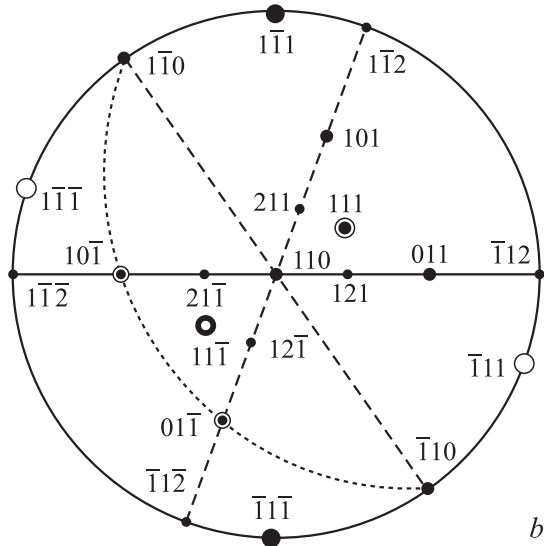
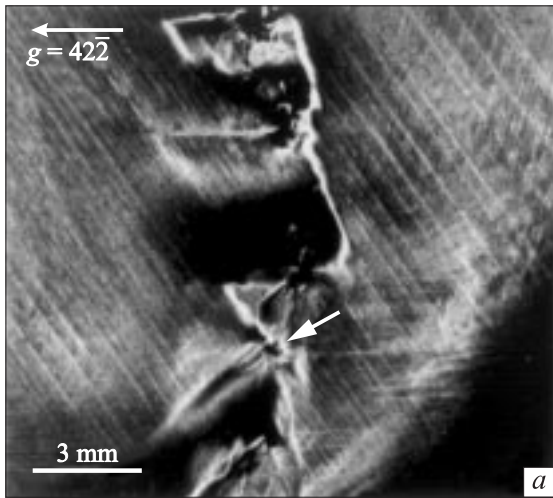


Рис. 1. Примесные полосы в виде концентрических колец (a–d) и полосы скольжения (a, b) в образцах  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ . a — образец 105-3, ориентация поверхности (110), 1.5 at.% Ge. b — образец 222-9, ориентация поверхности (110), 3 at.% Ge. c — образец 33-6, ориентация поверхности (001), 1.5 at.% Ge. d — образец 60-2, ориентация поверхности (122), 4.4 at.% Ge. a, c и d — геометрия Брэгга,  $\text{CuK}\alpha_1$ -излучение, угол Брэгга  $44.8^\circ$ . b — геометрия Лауэ,  $\text{MoK}\alpha_1$ -излучение, угол Брэгга  $6.6^\circ$ .



**Рис. 2.** Дефекты структуры — полосы скольжения, малоугловая граница и источники дальнедействующих напряжений — в образцах  $Si_{1-x}Ge_x$  при концентрации  $\sim 7\text{--}9$  at.% Ge. *a* — рентгеновская топограмма образца 104-4, ориентация поверхности (110), 6.5 at.% Ge. Стрелкой отмечено изображение источника дальнедействующих напряжений. Геометрия Брэгга,  $CuK\alpha_1$ -излучение, угол Брэгга  $44.8^\circ$ . *b* — стереографическая проекция кубической системы, ось проекции [110].

(110), (001) и (122) и различным содержанием Ge. Топограмма на рис. 1, *a* получена от образца с 1.5 at.% Ge. На ней видны примесные полосы в виде концентрических колец и редкие полосы скольжения дислокаций по одной системе кристаллографических плоскостей, которые в геометрии Брэгга имеют вид тонких линий. Линии параллельны направлению  $[11\bar{2}]$  — пересечению плоскости скольжения  $(\bar{1}11)$  с поверхностью образца (110). Расположение плоскостей скольжения и рентгеновских отражений для ориентации (110) показаны на стереографической проекции (рис. 2, *b*). На рис. 1, *b*, полученном от образца той же ориентации с 3 at.% Ge, можно видеть

дислокации во всех трех плоскостях скольжения (111),  $(\bar{1}11)$  и  $(1\bar{1}1)$ . На топограммах в геометрии Лауэ видно, что полосы распространяются на всю толщину пластин и расположены в основном в их периферийной части. В полосах скольжения на пределе разрешения видны отдельные дислокации, что позволяет оценить плотность их распределения  $\approx 10^5$  см $^{-2}$ . В местах пересечения полос, образованных разными семействами кристаллографических плоскостей, плотность дислокаций существенно увеличивается.

В табл. 2 приведены значения произведения  $|\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{l}|$ , где  $\mathbf{g}$  — вектор дифракционного отражения,  $\mathbf{b}$  — вектор Бюргерса и  $\mathbf{l}$  — направление линии дислокации. Ненулевая величина произведения является критерием выявляемости на рентгеновской топограмме дислокации с краевой компонентной вектора Бюргерса. Можно видеть, что согласно критерию в отражении Лауэ  $\mathbf{g} = \bar{1}11$  от образца с ориентацией (110) все системы скольжения должны выявляться с хорошим контрастом. Это соответствует действительности и, таким образом, не противоречит предположению, что дислокации в полосах скольжения в основном 60-градусные.

Неоднородное распределение интенсивности на рис. 1, *b* свидетельствует о нерелаксированных упругих напряжениях. Кроме того, двухкристальные кривые для этого образца были уширены, что свидетельствует об искривлениях решетки, связанных с полосами скольжения. Концентрация Ge изменялась по площади образца в пределах  $\pm 0.2$  at.% (табл. 1), что превышало величину погрешности измерения.

Для образцов разных ориентаций с однородным распределением Ge по площади в интервале 1–7 at.% Ge полосы скольжения не наблюдались или скольжение имело место только в одной системе кристаллографических плоскостей. Типичные топограммы образцов с ориентацией (001) и (122) показаны на рис. 1, *a, c* и *d*. Ось роста  $[122]$  была результатом образования двойника в кристаллах с осью роста  $[001]$ . В пластинах, вырезанных перпендикулярно новой оси роста  $[122]$ , основными дефектами структуры были примесные полосы, а полосы скольжения совсем не выявлялись топографией вплоть до концентрации 7 at.% Ge. Структура полос роста изменялась с ростом Ge. Сравнивая изображения, представленные на рис. 1, *a, c* и *d*, можно видеть, что с увеличением содержания Ge примесные полосы в виде правильных овальных колец уширяются и на них

**Таблица 2.** Произведение  $|\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{l}|$  для  $60^\circ$  дислокаций, расположенных в плоскостях скольжения (111),  $(1\bar{1}1)$  и  $(\bar{1}\bar{1}1)$ , и рентгеновского отражения  $\bar{1}11$

Вектор Бюргерса, $\mathbf{b}$	Линия дислокации, $\mathbf{l}$	Направление $\mathbf{b} \times \mathbf{l}$	$ \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{l} $
$[01\bar{1}]$	$[10\bar{1}]$	$[111]$	1
$[10\bar{1}]$	$[110]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	1
$[01\bar{1}]$	$[110]$	$[\bar{1}\bar{1}1]$	3

появляются ступени. Аналогичные наблюдения были описаны в работе [6], но объяснение этому явлению не было найдено.

Таким образом, плотность полос скольжения в кристаллах  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  увеличивалась с увеличением содержания Ge и со степенью неоднородности его распределения по площади образцов (например, образец 222-9, табл. 1 и рис. 1, b). Скорее всего, основной причиной зарождения и скольжения дислокаций была неоднородность распределения Ge как по длине, так и по диаметру слитков, что вызывало изменение параметра кристаллической решетки. Кроме того, испарение Ge с поверхности расплава и осаждение его на поверхности кристалла может приводить к возникновению дислокаций несоответствия на его боковой поверхности. Влияние этого эффекта увеличивается с ростом концентрации Ge в расплаве. В таких условиях градиенты температуры, возникающие как при росте, так и при охлаждении кристаллов, провоцировали возникновение сильных термоупругих напряжений. В поле этих напряжений неровности или неоднородности на свободной поверхности кристаллов становились источниками дислокаций. Размножение дислокаций в процессе их перемещения приводило к увеличению плотности дислокаций в полосах скольжения, а переход их в другие плоскости скольжения — к расширению полос.

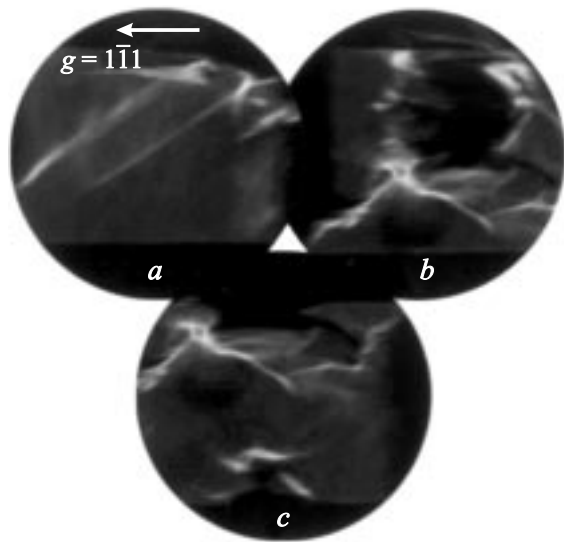
Зависимость плотности дислокаций в кристаллах  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  от направления оси роста отмечалась в [3]. В этой работе наиболее совершенные кристаллы с содержанием Ge  $\approx 7$  at.% получались в условиях, когда осью роста служило направление  $\langle 112 \rangle$ , а наиболее дефектные — направление  $\langle 110 \rangle$ . Для объяснения этого наблюдения авторы [3] предположили, что взаимодействие дислокаций в объеме кристаллов с осью роста  $\langle 110 \rangle$  происходит в двух плоскостях скольжения ( $\bar{1}11$ ) и ( $1\bar{1}1$ ), параллельных оси роста. В отличие от кристалла с осью роста  $\langle 110 \rangle$  для кристалла с осью роста  $\langle 112 \rangle$  только одна плоскость типа  $\{111\}$  параллельна оси роста. К этому можно добавить, что при одноосном нагружении сдвиговое напряжение отсутствует в плоскости, перпендикулярной оси нагружения, и в плоскостях, параллельных этой оси, поскольку сдвиговое напряжение  $\tau$  определяется выражением  $\tau = \sigma \cdot \cos \chi \cdot \cos \lambda$ , где  $\sigma$  — приложенное напряжение,  $\chi$  — угол между нормалью к плоскости скольжения и направлением приложенного напряжения,  $\lambda$  — угол между направлением скольжения и направлением приложенного напряжения [15]. Хотя распределение напряжений в исследованных кристаллах и не является одноосным, наличие градиента параметра решетки вдоль оси роста дает основание предполагать, что напряжение в плоскостях, параллельных или почти параллельных оси роста, минимальны. В кристаллах с осью роста  $\langle 122 \rangle$  ни одна из плоскостей скольжения типа  $\{111\}$  не параллельна оси роста. Две из них — плоскости (111) и ( $1\bar{1}1$ ) — составляют с ней большой и малый углы (соответственно 74.2 и 11.1°), и сдвиговые напряжения в них должны быть меньше, чем в

плоскостях, составляющих с осью роста углы, близкие к 45°. Этим сдвиговыми напряжениями, по-видимому, недостаточно, чтобы вызвать пластическую деформацию с образованием дислокаций.

3.2.  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  (7–9 at.% Ge). В интервале концентраций 7–9 at.% Ge в образцах, вырезанных из кристаллов всех исследованных ориентаций, наблюдалось увеличение плотности полос скольжения по всем системам плоскостей типа  $\{111\}$ , пересекающих поверхность образцов. Кроме того, методом рентгеновской топографии были выявлены дефекты структуры, являющиеся источниками дальнедействующих напряжений. Один из таких дефектов отмечен на рис. 2. Он расположен на малоугловой границе, пересекающей изображение сверху вниз. Вблизи дефекта интенсивность брэгговского отражения распределена существенно неоднородно. Это свидетельствует о том, что область с дефектом вызывает сильные искажения решетки: разориентацию, деформацию и изгиб кристаллических плоскостей. Вариации интенсивности вблизи дефекта не дают возможности выявить детали его изображения. Обращает на себя внимание тот факт, что центр дефекта выглядит как область нулевого контраста. Это может означать, что разориентация, связанная с дефектом, превышает расходимость падающего пучка, тогда дефект представляет собой блочную структуру с составом, близким к составу остального кристалла. Однако, если дефект является включением другого материала, например германия, отсутствие отражения от него обусловлено изменением межплоскостного расстояния — в таких условиях монокроматическое излучение, удовлетворяющее условию брэгговского отражения для окружающей матрицы, не будет отражаться от включения. Нет никаких оснований для выбора одного объяснения на основании топограмм, полученных в слабосходящемся монокроматическом излучении. Поэтому для анализа природы этих дефектов использовано полихроматическое синхротронное излучение.

На рис. 3 представлены синхротронные топограммы Лауэ, полученные в отражении  $1\bar{1}1$  от участка образца, отмеченного стрелкой на рис. 2, a. Можно видеть, что, во-первых, центральная область дефекта по-прежнему является областью нулевого контраста; и, во-вторых, дефект окружен малоугловыми границами, расположенными вокруг области нулевого контраста. Изображение границ имеет вид линий высокой интенсивности. Только большая плотность дефектов структуры в этих границах может быть ответственна за наблюдаемый экстинкционный контраст. Теперь различие межплоскостных расстояний включения и матрицы не объясняет нулевой контраст, потому что в полихроматическом излучении каждый набор межплоскостных расстояний находит свою длину волны, удовлетворяющую условию брэгговского отражения. Слабые разориентации решетки также не являются причиной того, что отраженные лучи не попадают на кристалл-сцинтиллятор. Разориентация блоков на уровне нескольких градусов приведет к изменению





**Рис. 3.** Рентгеновские топограммы, полученные в полихроматическом синхротронном излучении от участка образца, отмеченного стрелкой на рис. 2, *a*. Изображения *a, b* и *c* отличаются углом поворота образца в пределах области отражения.

направления отраженных лучей и, следовательно, к изменению интенсивности, регистрируемой детектором, но не к ее отсутствию.

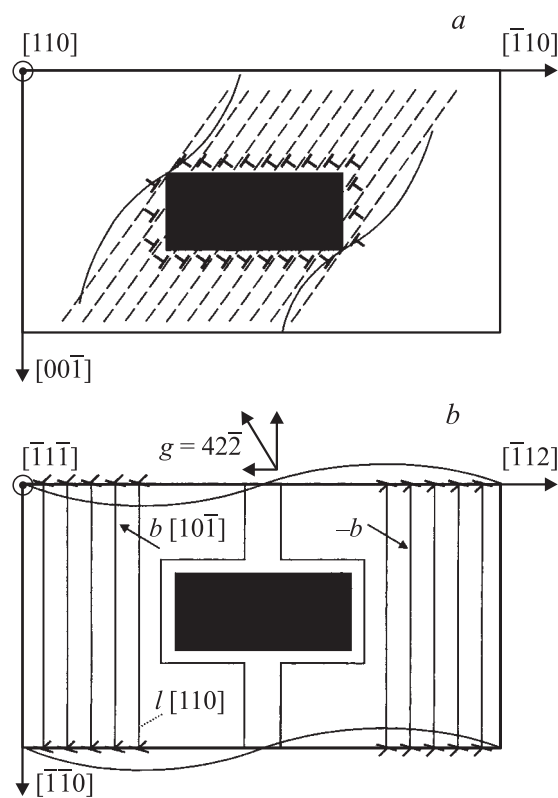
Считать эти дефекты включениями германия также нет никаких оснований. В пользу этого свидетельствуют синхротронные фазово-радиографические изображения. На них дефекты не наблюдались, хотя разрешения и чувствительности метода было достаточно для того, чтобы выявлять включения германия с минимальным размером в несколько микрон благодаря эффектам поглощения и преломления излучения (плотность Ge в  $\approx 2.3$  раза больше плотности Si).

Остается предположить, что центральная часть дефекта рассеивает рентгеновское излучение по всем направлениям, т.е. состоит из блоков, разделенных большеугловыми границами. В этом случае только малая доля рассеянной интенсивности попадает на сцинтиллятор, и ее недостаточно для формирования изображения. Размер области кристалла, не участвующей в формировании контраста, имеет порядок нескольких сотен микрон.

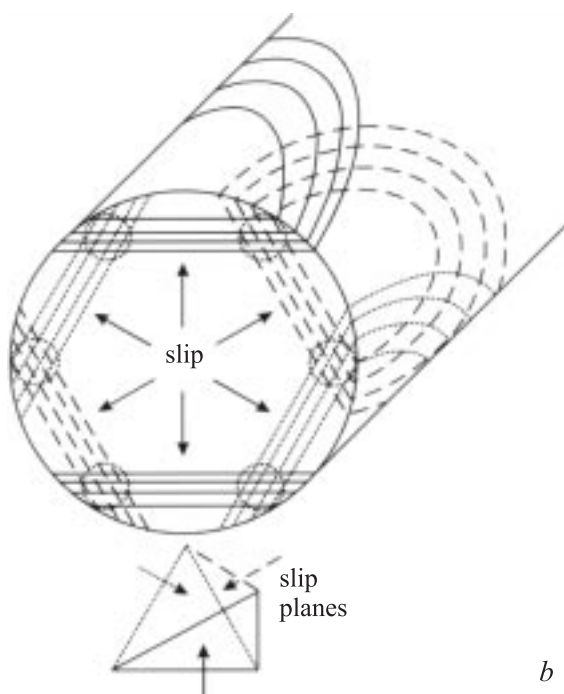
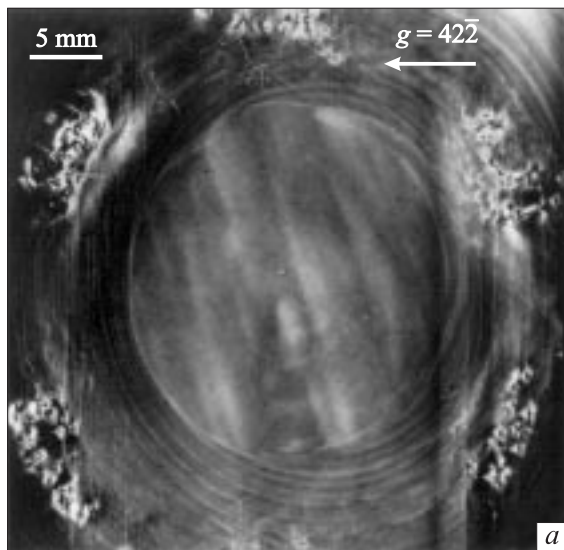
Сильное изменение интенсивности рассеяния на расстоянии от дефектной области (рис. 2, *a*) можно объяснить на основе следующей модели. Причиной, вызывающей возникновение далекодействующих упругих напряжений, скорее всего, является остановка дислокаций на большеугловых границах блоков в ядре дефекта. Поскольку плотность дислокаций в полосах скольжения велика ( $\approx 10^5 \text{ см}^{-2}$ ), эти стопоры будут источниками существенных напряжений. Рассмотрим механизм остановки дислокаций более подробно.

На рис. 4 приведено схематическое изображение дислокаций, расположенных в плоскости скольжения ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ )

(на схеме показаны только  $60^\circ$  дислокации). В центре рисунка находится область в форме параллелепипеда (показано его прямоугольное сечение), содержащая блочную структуру внутри (чтобы объяснить контраст в геометрии Брэгга, допускаем, что область с локальной блочной структурой расположена близко от свободной поверхности образца). Когда плоскости скольжения пересекают большеугловые границы блоков, дислокации останавливаются на границах и формируют скопления дислокаций разных знаков вдоль противоположных сторон области с блочной структурой [16]. Головные дислокации в скоплениях могут обойти область с блочной структурой по механизму Орована [17] и образовать вокруг нее замкнутые скользящие петли. В конечном итоге распределение дислокаций создаст сильные поля упругих напряжений, что приведет к искривлению



**Рис. 4.** Схема, показывающая  $60^\circ$ -градусные дислокации с противоположными знаками вектора Бюргерса, расположенные в плоскости скольжения ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ), и остановленные большеугловыми границами блоков. Блоки локализованы в пределах области, изображенной в виде прямоугольника в центре рисунка. Изогнутыми линиями показан изгиб кристаллических плоскостей. *a* — вид с острия нормали к поверхности образца  $[110]$ . Плоскости скольжения ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ) показаны штриховыми линиями. Кристаллические плоскости изогнуты в направлении, параллельном поверхности, за счет действия краевых составляющих дислокаций. *b* — вид с острия нормали к плоскости скольжения ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ). Дислокационные петли показаны в виде линий, огибающих включение. Кристаллические плоскости изогнуты в направлении, перпендикулярном поверхности, за счет действия винтовых составляющих дислокаций.



**Рис. 5.** Рентгеновская топограмма, полученная от кристалла  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  № 16–14, и ее объяснение. *a* — геометрия Брэгга,  $\text{CuK}\alpha_1$ -излучение. *b* — схематическое изображение скользящих петель, распространяющихся от источников на поверхности кристалла. Плоскости скольжения образуют тетраэдр.

плоскостей решетки. Поскольку здесь рассматриваются только  $60^\circ$  дислокации, искривление плоскостей, перпендикулярных поверхности, будут вызывать краевые составляющие дислокаций, а винтовые составляющие изогнут поверхность в нормальном к ней направлении. Искривление плоскостей схематически показано на рис. 4.

Интегральная интенсивность брэгговского отражения будет определяться зависимостью между направ-

лениями дифракционного вектора и вектора кривизны отражающих плоскостей. Интегральная интенсивность увеличивается при отражении от вогнутых плоскостей ( $\mathbf{g} \cdot \mathbf{N} > 0$ ), где  $\mathbf{g}$  — дифракционный вектор и  $\mathbf{N}$  — вектор кривизны, направленный к центру кривизны и уменьшается при отражении от выпуклых плоскостей ( $\mathbf{g} \cdot \mathbf{N} < 0$ ) [18]. На рис. 4, *b* вектор отражения  $42\bar{2}$  разложен на составляющие, направленные параллельно и перпендикулярно поверхности образца. Усиление и ослабление контраста вокруг источника деформации, которые можно видеть на рис. 2, *a*, обусловлены сложной топографией изогнутых плоскостей решетки.

Ответ на вопрос о причинах формирования областей с локальной блочной структурой в кристаллах  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  с большим содержанием Ge не может быть найден при помощи одних только структурных исследований. Однако рентгеновские изображения позволяют сделать некоторые предварительные выводы. На рис. 5, *a* показана топограмма пластины, вырезанной из кристалла с ориентацией оси роста по направлению  $\langle 111 \rangle$ . На топограмме в центральной части кристалла полосы сегрегации не выявляются, однако они хорошо видны в периферийной его части. Это позволяет сделать вывод, что в центральной части кристалла фронт кристаллизации был плоский, а на периферии — вогнутый. Видны изображения полос скольжения дислокаций вдоль плоскостей  $(1\bar{1}1)$ ,  $(\bar{1}11)$  и  $(11\bar{1})$ . Обращают на себя внимание многочисленные источники напряжений, расположенные группами вокруг центральной части образца. Источники находятся близко друг к другу и их изображения перекрываются. Однако, как и на рис. 4, видно, что дефекты состоят из неотражающих „ядер“ и резкого изменения интенсивности вокруг этих „ядер“. Относительно причин возникновения таких дефектов можно предположить следующее. Ранее было отмечено, что полосы скольжения формируются дислокациями, которые зарождаются и от источников, расположенных на периферии кристалла, и распространяются в его объем под действием термоупругих напряжений. При пересечении полос, образованных скольжением дислокаций в трех плоскостях типа  $\{111\}$ , формируется повышенная концентрация дислокаций, что и вызывает появление областей с локальной блочной структурой. Объяснение  $60^\circ$  симметрии в расположении групп таких областей, которая видна на рис. 5, *a*, схематически представлено на рис. 5, *b*, где показано скольжение дислокационных петель с противоположных сторон слитка.

Полуширина рентгеновских кривых качания, измененных на разных участках образца, показанного на рис. 5, изменялась в очень широких пределах. В местах скопления дефектов с локальной блочной структурой кривые уширились в 30 раз по сравнению с кривыми от относительно однородных частей кристалла (табл. 1), что подтверждает блочную природу рассматриваемых дефектных объемов.

#### 4. Заключение

Исследованы дефекты структуры в кристаллах  $Si_{1-x}Ge_x$  в интервале концентраций 1–9 at.% Ge с разной ориентацией оси роста и слабым градиентом Ge вдоль оси роста. Примесные полосы присутствовали во всех исследованных кристаллах независимо от концентрации Ge и ориентации оси роста, что соответствует данным предыдущих исследований. С ростом концентрации Ge в интервале 7–9 at.% Ge наблюдались скольжения дислокаций от источников, расположенных на свободной поверхности кристаллов, переход от одиночного к множественному скольжению, формирование полос скольжения и увеличение их плотности. В некоторых образцах было выявлено неоднородное распределение Ge по площади. В таких образцах высокая плотность полос скольжения наблюдалась даже при малой концентрации германия (3 at.% Ge). Был сделан вывод, что наиболее вероятной причиной образования полос скольжения являлось неоднородное распределение Ge как по диаметру слитка, так и по оси роста, вследствие чего градиенты температуры, возникающие при росте и охлаждении кристаллов, приводили к значительным термоупругим напряжениям.

Установлено, что в интервале концентраций 7–9 at.% Ge в кристаллах возникают области с локальной блочной структурой размером в несколько сотен микрометров. Появление таких областей, скорее всего, связано с существенным увеличением плотности дислокаций в местах пересечения полос скольжения. Эти области могут быть стопорами для новых дислокаций, что приводит к образованию дальнедействующих напряжений вокруг них. Таким образом, повышение однородности распределения германия в кремнии является неперенным условием успешной борьбы с дефектами структуры в кристаллах  $Si_{1-x}Ge_x$ .

#### Список литературы

- [1] N.V. Abrosimov, S.N. Rossolenko, V. Alex, A. Gerhardt, W. Schröder. *J. Cryst. Growth* **166**, 657 (1996).
- [2] R.H. Deitch, S.H. Jones, T.G. Digges, jr. *J. Electron. Mater.* **29**, 9, 1074 (2000).
- [3] A. Erko, N.V. Abrosimov, V. Alex. *Cryst. Res. Technol.* **37**, 7, 685 (2002).
- [4] N.V. Abrosimov, A. Lüdge, H. Riemann, W. Schröder. *J. Cryst. Growth* **237–239**, 356 (2002).
- [5] O.V. Smirnova, V.V. Kalaev, Yu.N. Makarov, N.V. Abrosimov, H. Riemann. *J. Cryst. Growth* **266**, 74 (2004).
- [6] K. Wieteska, W. Wierzchowski, W. Graeff, M. Lefeld-Sosnowska, M. Regulska. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **36**, A133 (2003).
- [7] N.V. Abrosimov, V. Alex, D.V. Dyachenko-Dekov, Yu.L. Iunin, V.I. Nikitenko, V.I. Orlov, S.N. Rossolenko, W. Schröder. *Mater. Sci.&Eng. A* **234–236**, 735 (1997).
- [8] Ю.Л. Иунин, В.И. Никитенко, В.И. Орлов, Д.В. Дьяченко-Декров, Б.В. Петухов, Н.В. Абросимов, С.Н. Россоленко, W. Schröder. *ЖЭТФ* **121**, 1, 129 (2002).
- [9] I. Yonenaga. *Mater. Sci.&Eng. A* **234–236**, 559 (1997).
- [10] D.K. Bowen, B.K. Tanner. *High resolution X-ray diffraction and topography*. Taylor&Francis, UK (1998). 250 p.
- [11] A. Snigirerv, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, I. Schelokov. *Rev. Sci. Instrum.* **66**, 12, 5486 (1995).
- [12] P. Cloetens, R. Barrett, J. Baruchel, J.P. Guigay, M. Schlenker. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **29**, 133 (1996).
- [13] G. Margaritondo, G. Tromba. *J. Appl. Phys.* **85**, 7, 3406 (1999).
- [14] P.F. Fewster, N.L. Andrew. *J. Appl. Cryst.* **28**, 451 (1995).
- [15] Р. Бернер, Г. Кронмюллер. *Пластическая деформация монокристаллов*. Мир, М. (1969). С. 33. [R. Berner, H. Kronmüller. *Plastische Verformung von Einkristallen*. Springer-Verlag (1965)].
- [16] Дж. Хирт, И. Лоте. *Теория дислокаций*. Атомиздат, М. (1972). 600 с.
- [17] Ж. Фридель. *Дислокации*. Мир, М. (1967). 644 с.
- [18] U. Bonse, W. Graeff. *Naturf.* **28a**, 5, 558 (1973).