

05;12

## Размеры областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения в тонких пленках SmS и их визуализация

© Н.В. Шаренкова, В.В. Каминский, С.Н. Петров

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
194021 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: Vladimir.Kaminski@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 16 декабря 2010 г. В окончательной редакции 18 февраля 2011 г.)

На тонкой поликристаллической пленке SmS из рентгеновских дифрактограмм ( $\theta$ - $2\theta$ -сканирование, ДРОН-2, Cu  $K_\alpha$ -излучение) по формуле Селякова–Шеррера с учетом влияния микронапряжений определен характерный размер областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения ( $250 \pm 20 \text{ \AA}$ ). С помощью электронного микроскопа получено изображение поверхности этой же пленки, на котором четко видны области с характерными размерами  $240 \text{ \AA}$ . Сделан вывод, что визуально наблюдаются области когерентного рассеяния рентгеновского излучения.

Почти все специфические физические свойства полупроводника зависят от степени его дефектности. Не является исключением и сульфид самария (SmS). При мозаичном строении материала за меру степени дефектности полупроводникового материала может быть принят характерный размер областей когерентного рассеяния рентгеновского излучения (ОКР). Это размер областей, в которых сохраняется трехмерная периодичность в расположении атомов. Именно в этой области происходит когерентное рассеяние, которое позволяет получить дифракционное отражение рентгеновских лучей от атомных плоскостей [1].

Как показали проведенные нами исследования, физические свойства SmS действительно зависят от величины ОКР в материале. Это подтвердили исследования процессов диффузии [2,3], электропереноса [4,5], а также фазовых переходов полупроводник–металл в SmS [6]. Неучет величины ОКР при паспортизации образцов приводит к получению различных результатов при измерении коэффициентов диффузии, удельного электросопротивления, концентрации носителей заряда, критического давления фазового перехода и т.д. на образцах номинального одинакового состава и с одинаковым значением параметра кристаллической решетки ( $a$ ). В данном случае это относится к образцам SmS, хотя, по-видимому, будет справедливо и для образцов других полупроводниковых материалов. Такая важная роль величины ОКР для характеристики свойств полупроводника приводит к необходимости более точного ее измерения или, по крайней мере, подтверждения правильности получаемых результатов. Наиболее естественным путем для решения этой задачи является оценка учета факторов, влияющих на величину расчетных значений ОКР, и визуализация измеряемых объектов. Это было сделано в настоящей работе.

Измерения проводились на тонких поликристаллических пленках SmS, так как наиболее сильно проявляется зависимость электрических свойств от размеров ОКР ( $L$ ) именно в них. Это связано со степенью

дефектности ( $V$ ), которая в пленках максимальна, и может быть оценена по формуле  $V = 1 - (L - 2a)^3/L^3$ , т.е. напрямую зависит от  $L$  [6]. Величина областей когерентного рассеяния в пленках составляет  $100\text{--}450 \text{ \AA}$ . Это меньше, чем в поли- и монокристаллах ( $700\text{--}2500 \text{ \AA}$ ), и поэтому, согласно формуле Селякова–Шеррера (1), измерения должны быть точнее.

Для эксперимента были изготовлены тонкие поликристаллические пленки SmS, напыленные на стеклянные подложки методом взрывного испарения порошка SmS в вакууме [5]. Толщина пленок составляла  $\sim 0.5 \mu\text{m}$ , параметр кристаллической решетки SmS в пленках составлял  $5.93 \pm 0.01 \text{ \AA}$ .

Структурные исследования проводились на дифрактометре ДРОН-2 ( $\theta$ - $2\theta$ -сканирование, Cu  $K_\alpha$ -излучение). На рис. 1 представлена дифрактограмма образца № 2 (см. таблицу). Она типична для всех исследованных образцов. Близкие значения „полуширин“ пиков 200 и 311 говорят об изометричности ОКР в направлениях

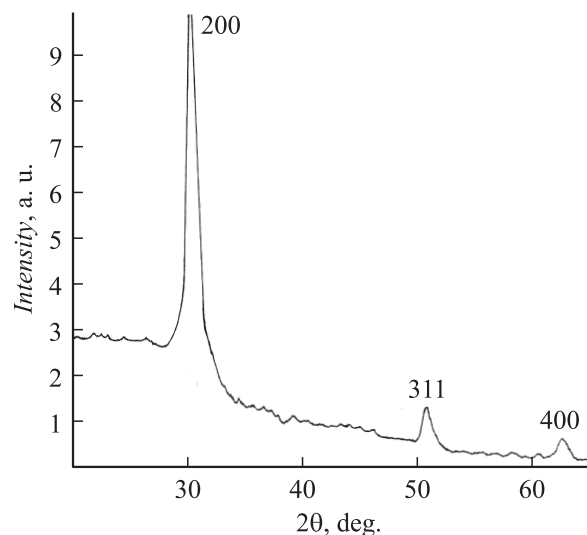


Рис. 1. Дифрактограмма поликристаллической пленки SmS.

Параметры тонких поликристаллических пленок SmS

№ образца	$\beta_2/\beta_1$	$L', \text{Å}$	$L, \text{Å}$	$\varepsilon = \Delta a/a$
1	1.43	98	98	$\sim 10^{-4}$
2	1.19	115	115	$\sim 10^{-4}$
3	1.97	92	112	$\sim 2 \cdot 10^{-4}$
4	1.95	180	212	$\sim 2 \cdot 10^{-3}$

нормалей к этим плоскостям. Об однофазности образцов можно судить по отсутствию посторонних пиков на дифрактограмме.

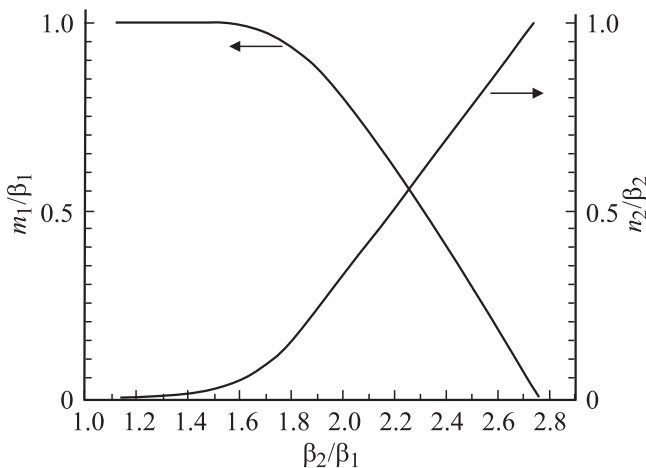
Величины ОКР и микронапряжений ( $\varepsilon$ ) определялись методом аппроксимации [7]. Измерялись „полуширины“ дифракционных отражений второго и четвертого порядков от плоскостей (100). Инструментальное расширение определялось по эталону, в качестве которого был использован мелкодисперсный порошок кремния. Аппроксимирующими функциями для наших образцов были использованы  $N(x) = 1/(1 + \delta x^2)^2$  — для линии 400 и  $M(x) = 1/1 + \gamma x^2$  — для линии 200. Величины физического расширения линии 200 —  $\beta_1$  и линии 400 —  $\beta_2$ , определенные из экспериментальных „полуширин“, использовались в формулах для расчета ОКР и микронапряжений:

$$L = \frac{\lambda}{\beta_1 \cos \theta_{200}}, \quad \text{где } \lambda_{\text{Cu } K_{\alpha}} = 1.542 \text{ Å}, \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta a}{a} = \frac{\beta}{4 \operatorname{tg} \theta_{400}}. \quad (2)$$

Так как наличие микронапряжений в пленках может повлиять на величину  $\beta_1$ , и тем самым внести существенную погрешность в искомую величину  $L$ , в работе сделаны расчеты, позволяющие учитывать это влияние.

Для разделения эффектов микронапряжений ( $n$ ) и дисперсности блоков ( $m$ ) были построены номограммы



**Рис. 2.** Номограммы для разделения эффектов микронапряжений и дисперсности блоков в полупроводниковых образцах SmS (излучение Cu  $K_{\alpha}$ , линии 200 и 400).

мы (рис. 2), по которым из экспериментального значения  $\beta_2/\beta_1$  можно определить вклад каждого эффекта в ширину  $\beta_1$ . Расчет номограмм выполнен для полупроводникового SmS ( $a = 5.880\text{--}5.970 \text{ Å}$ ) путем аппроксимации выражений для истинного физического расширения для двух порядков отражений [7]:

$$\beta_{1,2} = \frac{nm}{\int N(x)M(x)dx}, \quad (3)$$

где  $N(x)$  — функция искажения решетки,  $M(x)$  — функция дисперсности блоков (вид функций см. выше).

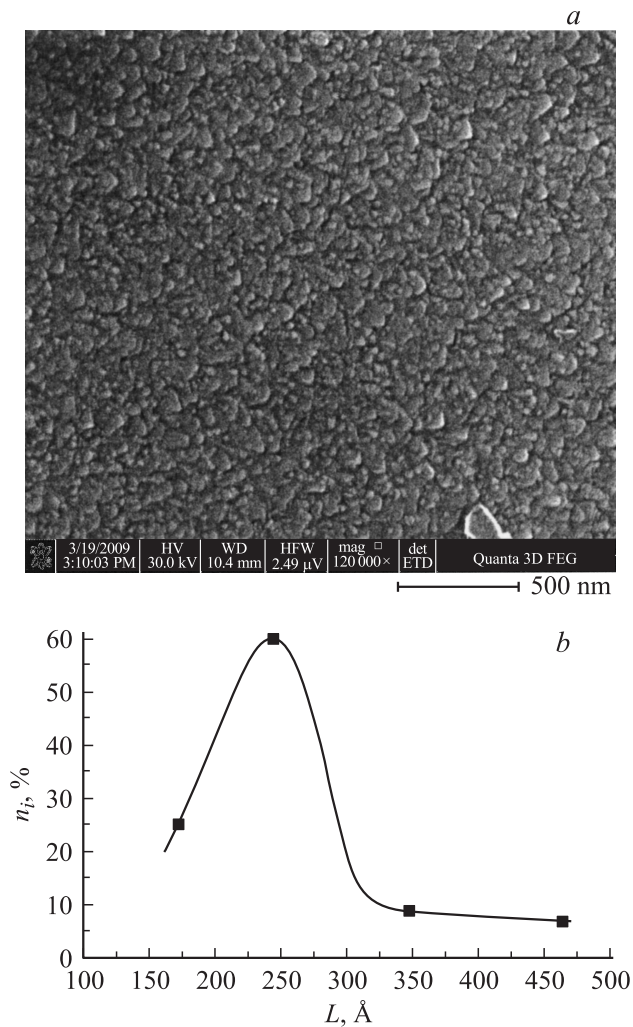
Из полученных, согласно соотношениям из [7], зависимостей  $m_1\beta_1 = f(\beta_2/\beta_1)$  и  $n_2/\beta_2 = f(\beta_2/\beta_1)$ , а также зная из эксперимента  $\beta_2/\beta_1$ , можно определить  $m_1$  и  $n_2$ , а затем, подставив эти значения в формулы (1) и (2) вместо  $\beta_1$  и  $\beta_2$ , соответственно, получить истинные значения  $L$  и  $\varepsilon$ .

В таблице представлены результаты расчетов  $L$  и  $\varepsilon$  для четырех поликристаллических пленок SmS. Как видно из рис. 2 и таблицы, при значениях  $\beta_2/\beta_1$  меньше 1.6, вклад эффекта микронапряжений в  $\beta_1$  практически отсутствует. Значения  $L'$  вычислены без учета влияния микронапряжения на величину  $\beta_1$ ,  $L$  — с учетом этого влияния. Оценка влияния микронапряжений на величину ОКР в исследованных пленках SmS, показала, что их вклад не превышает 20% (см. таблицу, графы  $L'$  и  $L$ ).

Для одной из пленок методом электронной микроскопии высокого разрешения с полевой эмиссией во вторичных электронах на растровом двулучевом электронно-ионном микроскопе Quanta 200 3D FEG (ускоряющее напряжение 30 kV, ток пучка 53 pA, масштаб на снимке) было получено изображение ее поверхности (рис. 3, а). Видно, что пленка имеет мозаичное строение и, как показала статистическая обработка фотографии, наиболее часто встречающийся блок мозаики представляет собой зерно с диаметром 240 Å (рис. 3, б).

Полученная величина совпала по размерам с величиной ОКР, измеренной на этой же пленке рентгеновским методом по формуле Селякова–Шеррера. Глубина проникновения рентгеновского излучения в SmS превосходит толщину пленки: при  $2\Theta = 30 \text{ deg}$  она составляет около  $1.5 \mu\text{m}$ . Так как рентгеновские данные говорят о изометричности ОКР, мы можем считать, что данные электронного микроскопа, полученные с приповерхностного слоя пленки (глубина проникновения менее  $0.01 \mu\text{m}$ ) и измеренные в латеральном направлении, сопоставимы с рентгеновскими данными, полученными в нормальном направлении. Таким образом, совпадение размеров измеренных объектов позволяют считать, что мы имеем дело с одним и тем же объектом — структурные зерна на фотографии представляют собой изображения ОКР материала пленки SmS.

Следует отметить, что кластерная структура с размером ячеек 200–300 Å уже наблюдалась ранее в работе [8] методом трансмиссионной электронной микроскопии в пленке SmS в металлической фазе. По-видимому



**Рис. 3.** Изображение поверхности тонкой пленки SmS, полученное во вторичных электронах методом сканирующей электронной микроскопии высокого разрешения с полевой эмиссией, увеличение 120 000 (a); распределение количества частиц по размерам (b).

эти ячейки идентичны нашим ОКР. Основанием для такого вывода может служить тот факт, что в работе [6] мы наблюдали в металлической фазе SmS, полученной полировкой поликристаллов SmS, величины ОКР также порядка 200–300 Å.

Таким образом, в настоящей работе продемонстрирована возможность визуализации ОКР. Она показала, что определение величин ОКР по формуле Селякова–Шеррера в тонких поликристаллических пленках SmS является достаточно точным. И при оценке величин параметров диффузии, электропереноса и фазовых переходов в каждом конкретном образце можно опираться на эти величины.

Авторы выражают благодарность А.О. Лебеву и Ю.В. Марковой за помощь в работе.

Работа выполнена при поддержке ООО „Эс эм Эстензо“ (Санкт-Петербург).

## Список литературы

- [1] Современная кристаллография / Под ред. Б.К. Вайнштейна. Т. 1. М.: Наука, 1979. 384 с.
- [2] Голубков А.В., Дидик В.А., Каминский В.В., Скорятина Е.А., Шаренкова Н.В. // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 7. С. 1192–1194.
- [3] Дидик В.А., Каминский В.В., Скорятина Е.А., Усачева В.П., Шаренкова Н.В., Голубков А.В. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. Вып. 13. С. 1–5.
- [4] Шаренкова Н.В., Каминский В.В., Романова М.В., Васильев Л.Н., Каменская Г.А. // ФТТ. 2008. Т. 50. Вып. 7. С. 1158–1161.
- [5] Каминский В.В., Курапов Ю.П., Васильев Л.Н., Романова М.В., Шаренкова Н.В. // ФТТ. 1996. Т. 38. Вып. 3. С. 779–785.
- [6] Шаренкова Н.В., Каминский В.В., Голубков А.В., Васильев Л.Н., Каменская Г.А. // ФТТ. 2005. Т. 47. Вып. 4. С. 598–602.
- [7] Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронографический анализ. М.: Металлургия, 1970. 368 с.
- [8] Рябов А.В., Рувимов С.С., Сорокин Л.М., Смирнов Б.И., Голубков А.В. // ФТТ. 1979. Т. 21. Вып. 7. С. 1986–1989.