

ДИСЛОКАЦИОННЫЕ КОНФИГУРАЦИИ, ФОРМИРУЮЩИЕСЯ В КРИСТАЛЛАХ CdS ПОД ДЕЙСТВИЕМ УЛЬТРАЗВУКА

Г.В.Бушуева, Г.М.Зиненкова, В.И.Решетов, А.А.Хромов

Методами просвечивающей электронной микроскопии и построения теоретических электронно-микроскопических фотографий проведено исследование дислокационной структуры кристаллов CdS, деформированных ультразвуком. Установлено, что под действием ультразвука формируются стабильные дислокационные конфигурации, устойчивые к электронному облучению.

Полупроводниковые соединения A^2B^6 являются перспективными материалами для создания лазеров с электронной накачкой. Экспериментальные исследования позволили выявить важную роль эволюции дислокационной структуры в процессах деградации полупроводниковых лазеров [1]. Одним из способов решения проблемы надежности и долговечности этих приборов может явиться разработка методики создания в кристаллах дислокационных структур определенного типа, устойчивых к внешним воздействиям. Исследования, выполненные на ионных и металлических кристаллах, показали, что стабильные дислокационные конфигурации удается сформировать с помощью ультразвукового воздействия [2]. Поэтому представляет интерес изучить дислокационную структуру кристаллов CdS, подвергнутых ультразвуковому воздействию. О влиянии ультразвука на дислокационную структуру кристаллов CdS сообщалось в [3,4]. Однако анализа образующихся при этом дислокационных конфигураций не проводилось.

В настоящей работе дислокационная структура кристалла CdS, деформированного ультразвуком, детально изучалась методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) с привлечением ЭВМ-моделирования. Исследования проводились на высокоомных ($\sim 10^9$ Ом·см) образцах CdS со структурой вюрцита, вырезанных из одного монокристалла.

Деформирование ультразвуком осуществлялось по методу составного пьезоэлектрического осциллятора [2] при частоте 97.8 кГц и амплитуде относительной деформации вплоть до $4.2 \cdot 10^{-4}$. Образец для деформирования вырезался в форме прямоугольного стержня с квадратным сечением, две боковые грани которого являлись плоскостями призмы (100), а продольная ось составляла угол 45° с осью шестого порядка [001]. Размеры образца выбирались так, чтобы выполнялись резонансные условия возбуждения продольной стоячей ультразвуковой

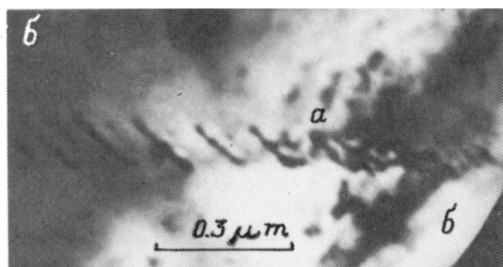
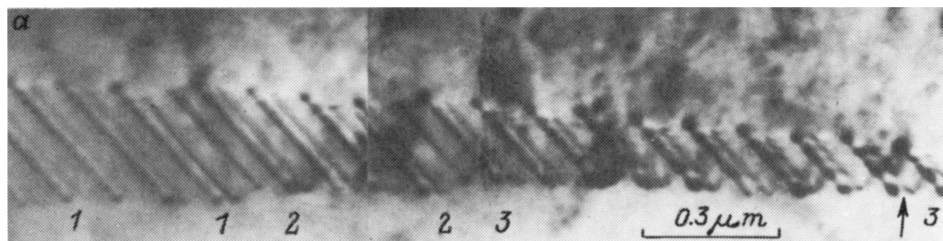


Рис. 1. Светлопольное изображение дислокационного скопления в деформированном ультразвуком кристалле CdS. Плоскость изображения (1.4.10).

a — общий вид скопления в нескольких рефлексах, *b* — фрагмент скопления в рефлексе $g = 1\bar{1}2$. Одно и то же место отмечено стрелкой.

волны по длине стежня. В образце с такой ориентацией максимальное скалывающее напряжение имело место в плоскости базиси (001). Исследование этого образца методом избирательного травления показало, что под действием ультразвука произошло размножение дислокаций. Плотность дислокаций возросла с 10^5 до 10^6 см⁻².

Образцы для анализа в ПЭМ вырезались из середины деформированного кристалла, где плотность размножившихся дислокаций была максимальной. ПЭМ-исследования показали, что характерным элементом дислокационной структуры деформированного ультразвуком кристалла CdS были протяженные (более 3 мкм) скопления дислокаций. Остановимся на анализе одного из этих скоплений, микрофотографии которого, полученные в различных дифракционных условиях, приведены на рис. 1, б. Видно, что скопление составлено рядом параллельных дислокаций, наклонных к поверхности пластины. Пересекающий скопление контур экстинкции претерпевает резкий излом, отмеченный буквами *ab* на микрофотографии (рис. 1, б). Это означает, что скопление вызывает скачкообразное изменение локальной ориентации образца [5]. Величина разориентации, оцененная по смещению кичучи-линий на электронограммах с двух сторон от скопления [5], составляет $\sim 0.4^\circ$. Следовательно, данное скопление является малоугловой границей раздела двух областей кристалла.

На изображении границы можно различить ряд смещенных относительно друг друга параллельных плоских участков 1-1, 2-2, 3-3 (рис. 1, а). В каждом из этих участков дислокации попарно сгруппированы, а один участок отделен от другого одиночной дислокацией. Анализ серии микрофотографий и картин микродифракции показал, что плоскости залегания параллельных участков 1-1, 2-2, 3-3 близки кристаллографическим плоскостям ($\bar{1}12$), а дислокации в них направ-

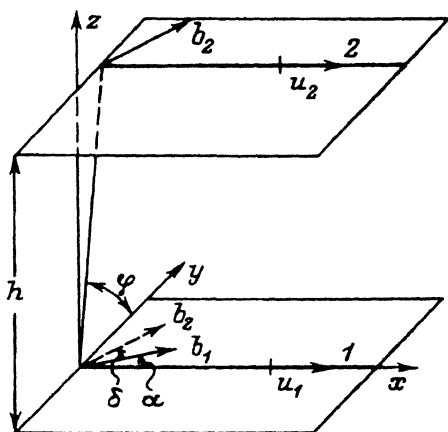


Рис. 2. Схема расположения дислокаций в квазидиполе.

влены вдоль [110], т.е. данная малоугловая граница имеет фасетчатое строение.

Следует заметить, что подобного рода границ, составленных из парно сгруппированных дислокаций, не было обнаружено при ПЭМ-исследовании контрольных недеформированных образцов CdS. Это дает основание предполагать, что указанные границы были образованы в результате ультразвуковой деформации. Поскольку наиболее нагруженными в результате ультразвуковой деформации были базисные плоскости, а дислокации в границе параллельны направлению плотной упаковки, разумно также предположить, что граница образовалась в результате перемещения базисных дислокаций.

Из рис. 1,б видно, что контраст на светлопольном изображении каждой из дислокаций, образующих пару, существенно различен по интенсивности. Видно также, что изображение пары дислокаций не является центросимметричным, как было бы в случае диполя [6]. Поэтому можно считать, что каждая пара составлена из дислокаций разных семейств базисной системы скольжения, т.е. представляет собой квазидиполь.¹

Для проверки этого предположения был проведен расчет возможных в CdS равновесных конфигураций квазидиполей из базисных дислокаций. При расчете использовались приближение бесконечной упругоизотропной среды и модель бесконечных прямолинейных дислокаций. Равновесное положение параллельных дислокаций 1 и 2, скользящих в параллельных плоскостях, разделенных расстоянием h (рис. 2), определяется из условия равенства нулю локальных сил f^{21} и f^{12} , действующих на дислокации 1 и 2 соответственно. Для выбранной системы отсчета уравнение равновесия принимает вид [7]

$$f^{21} = -f^{12} = \frac{Gb_1 b_2 y [(y^2 - h^2) \sin \alpha \sin(\alpha + \delta) + (1 - \nu)(y^2 + h^2) \cos \alpha \cos(\alpha + \delta)]}{2\pi(1 - \nu)(y^2 + h^2)^2} \quad (1)$$

¹ Дислокационным квазидиполем называют метастабильную конфигурацию из двух параллельных дислокаций, расположенных в параллельных плоскостях скольжения и имеющих векторы Бюргерса b_1 , b_2 , угол между которыми отличен от 180° [7].

где G — модуль сдвига, ν — коэффициент Пуассона, y — расстояние между дислокациями в плоскости скольжения.

В общем случае уравнение (1) представляет собой уравнение третьей степени относительно y . Один из его корней $y_1 = 0$ существует для всех значений углов α и δ . Два других определяются из условия равенства нулю выражения, стоящего в квадратных скобках в (1). Иными словами, соотношение

$$\frac{h}{y_{2,3}} = \operatorname{tg} \varphi_{2,3} = \pm \sqrt{\frac{\sin \alpha \sin(\alpha + \delta) + (1 - \nu) \cos \alpha \cos(\alpha + \delta)}{\sin \alpha \sin(\alpha + \delta) - (1 - \nu) \cos \alpha \cos(\alpha + \delta)}} \quad (2)$$

дает значение равновесного угла φ между плоскостью скольжения и плоскостью залегания дислокаций. Дислокации находятся в равновесии при $\varphi_1 = 90^\circ$ (любые α и δ) и $\varphi_{2,3}(\alpha, \delta) \neq 90^\circ$, определяемых из (2).

Анализ равновесных конфигураций дислокаций удобно проводить, строя зависимость равновесного угла φ от α . Из (1) и (2) следует, что при изменении α или δ на 180° значения равновесного угла φ не изменяются. При этом

$$f^{ij}(\alpha, \delta) = f^{ij}(\alpha + 180^\circ, \delta) = -f^{ij}(\alpha, \delta + 180^\circ).$$

Таким образом, $\varphi(\alpha)$ симметрично относительно $\alpha = 180^\circ$. При замене $\delta \rightarrow (\delta + 180^\circ)$ устойчивое равновесие становится неустойчивым, а неустойчивое — устойчивым.

При расчетах принималось $\nu = 0.374$ [8]. Кривые $\varphi(\alpha)$ приведены на рис. 3. Сплошные линии отвечают устойчивым, штриховые — неустойчивым конфигурациям квазидиполя. В силу симметрии кривые $\varphi(\alpha)$ представлены только для интервала углов $0 \leq \alpha \leq 180^\circ$. В кристаллах вюрцита направления векторов Бюргера базисных дислокаций соответствуют направлениям плотной упаковки $\pm[100]$, $\pm[010]$, $\pm[110]$ [9]. Следовательно, для квазидиполей из базисных дислокаций углы δ

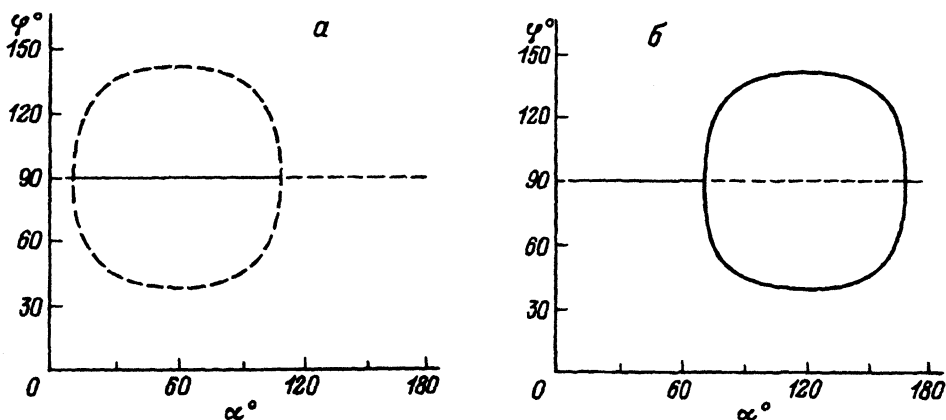


Рис. 3. Зависимости равновесного угла φ от угла α для квазидиполей из базисных дислокаций в кристалле CdS (вюрцит) при $\delta = 60^\circ$ (а) и 120° (б).

Сплошные кривые отвечают устойчивым, штриховые — неустойчивым положениям равновесия.

могут принимать значения 60, 120, 240, 300°. Графики $\varphi(\alpha)$ представлены лишь для $\delta = 60$ и 120°. Кривые $\varphi(\alpha)$ для $\delta = 240$ и 300° совпадают с кривыми для $\delta = 60$ и 120° соответственно, но при этом штриховые линии нужно заменить сплошными, а сплошные — штриховыми.

Для анализируемого скопления направления дислокаций квазидиполя соответствует [110]. Это накладывает ограничения на величину α . Геометрически возможным в этом случае оказывается следующий набор углов α : 0, 60, 120, 180, 240, 300°. Как видно из рис. 3, для $\alpha = 0, 180^\circ$ при любом δ существует одно значение равновесного угла $\varphi_1 = 90^\circ$. Для остальных восьми пар значений углов α и δ : $\alpha = 60^\circ$ ($\delta = 60, 240^\circ$), $\alpha = 120^\circ$ ($\delta = 120, 300^\circ$), $\alpha = 240^\circ$ ($\delta = 60, 240^\circ$), $\alpha = 300^\circ$ ($\delta = 120, 300^\circ$) наряду с φ_1 существуют и $\varphi_{2,3}$. Из них устойчивыми являются конфигурации квазидиполей, характеризуемые четырьмя парами углов: $\alpha = 60^\circ, \delta = 240^\circ$; $\alpha = 120^\circ, \delta = 120^\circ$; $\alpha = 240^\circ, \delta = 240^\circ$; $\alpha = 300^\circ, \delta = 120^\circ$.

Для всех восьми пар углов α и δ равновесные значения $\varphi_{2,3}$ оказываются одинаковыми и равными $\pm 39^\circ$. Угол $\varphi = 39^\circ$ соответствует кристаллографической плоскости (337), близкой к экспериментальной плоскости (112).

Для того чтобы определить, какая из возможных равновесных конфигураций квазидиполя реализуется в эксперименте, был привлечен метод моделирования изображения дислокации с помощью построения теоретических электронно-микроскопических фотографий (ТЭФ) [5,6]. Расчет ТЭФ был выполнен в двухлучевом приближении динамической теории дифракции электронов на основе уравнений Хови-Уэлана с использованием матричного метода [6]. Для построения ТЭФ необходимо знать вектор \mathbf{g} действующего отражения, экстинкционную длину ξ_g , толщину t кристалла, параметр ω отклонения образца от отражающего положения и параметры, характеризующие квазидиполь: h, b_1, b_2, φ, u . Экспериментально невозможно определить h для наклонных квазидиполей [6], затруднительно также оказалось идентифицировать b_1, b_2 и приписать знак орту у дислокаций; с некоторой погрешностью определяются и значения t, ω [6]. Поэтому при расчетах ТЭФ варьировались все перечисленные параметры. Осуществлялась также вариация φ .

Определение параметров квазидиполей проводилось путем сопоставления экспериментальных фотографий и ТЭФ в различных рефлексах. Примеры электронно-микроскопических фотографий одного из квазидиполей скопления, отмеченного стрелкой на рис. 1,а, в рефлексах $\mathbf{g} = 1\bar{2}2$ (светлопольное изображение), $\mathbf{g} = 2\bar{1}0$ (темнопольное изображение) приведены на рис. 4,а,в соответственно. Наилучшее сходство с экспериментальными снимками получено для случая устойчивых квазидиполей с параметрами $\alpha = 300^\circ, \delta = 120^\circ, h = 340 \text{ \AA}, \varphi = 39^\circ, u = [\bar{1}\bar{1}0], b_1 = [\bar{1}00], b_2 = [0\bar{1}0]$ при $t = 2270 \text{ \AA}$. ТЭФ такого квазидиполя в тех же рефлексах, что и на рис. 4,а,в, представлены на рис. 4,б,г.

На основании проделанной работы можно заключить, что под действием ультразвука в кристаллах CdS со структурой вюрцита формируются малоугловые границы, составленные устойчивыми квазидиполями. Обращает на себя внимание тот факт, что при длительном

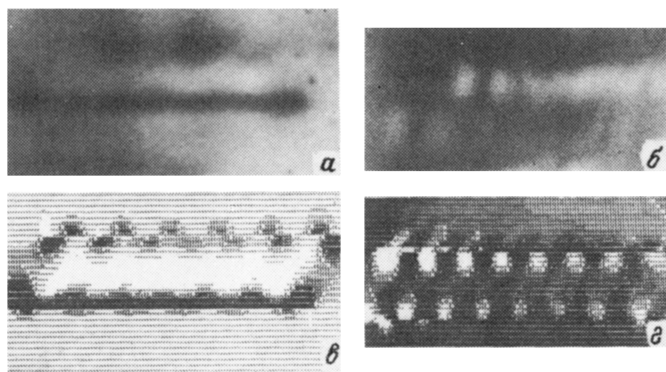


Рис. 4. Микрофотографии (а,е) и ТЭФ (б,з) одного из квазидиполей скопления. а,б — светлопольное изображение в рефлексе 122 (ось зоны [232]); е,з — темнопольное изображение в рефлексе 210 (ось зоны [364]); б — $\xi_g = 758 \text{ \AA}$, $\omega = 1.1$; з — $\xi_g = 490 \text{ \AA}$, $\omega = 0.88$.

(порядка нескольких часов) наблюдении в электронном микроскопе при ускоряющем напряжении 100 кВ не отмечалось никаких признаков разрушения или перестройки этих границ, т.е. границы являются достаточно устойчивыми к электронному облучению. Примечательно также, что эти границы имеют фасетчатую структуру. Ранее фасетчатое строение было обнаружено при исследовании ориентации границ зерен. Это характерная черта специальных границ, находящихся в устойчивом, равновесном состоянии [10]. Вероятно, фасетирование малоугловых границ также может свидетельствовать об их устойчивости.

Таким образом, в полупроводниковых кристаллах CdS, так же как в ионных и металлических кристаллах, под действием ультразвука формируются стабильные дислокационные конфигурации. Следовательно, ультразвуковое взаимодействие может быть использовано как эффективный метод формирования стабильных дислокационных структур в кристаллах с различными типами сил связи.

В заключение авторы выражают искреннюю признательность Н.А.Тяпуниной за постоянный интерес к работе и обсуждение полученных результатов.

Список литературы

- [1] Елисеев П.Г. // Итоги науки и техники. Сер. «Радиотехника». М.: ВИНТИ, 1978. Т. 14. Ч. 2. С. 5–66.
- [2] Тяпунина Р.А., Благовещенский В.В., Зиненкова Г.М., Ивашкин Ю.А. // Изв. вузов. 1982. № 6. С. 118–128.
- [3] Островский И.В., Лысенко В.Н. // ФТТ. 1984. Т. 26. № 2. С. 531–532.
- [4] Бушуева Г.В., Зиненкова Г.М., Решетов В.И., Силис М.И. // Вестник Моск. ун-та. Сер. 3. Физика, астрономия. 1990. Т. 31. № 5. С. 70–73.
- [5] Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973. 583 с.
- [6] Сб. «Электронно-микроскопические изображения дислокаций и дефектов упаковки» / Под ред. В.М.Косевича и Л.С.Палатника. М.: Наука, 1986. 223 с.
- [7] Предводителев А.А., Тяпунина Н.А., Зиненкова Г.И., Бушуева Г.В. Физика кристаллов с дефектами. М.: Изд-во МГУ, 1986. 239 с.

- [8] Мезон У. Физическая акустика. Динамика решетки. Т. 3. Ч. Б. М., 1968. 392 с.
[9] Сб. «Физика и химия соединений A^2B^6 » / Под ред. С.А.Медведева. М.: Мир, 1970. 624 с.
[10] Копецкий Ч.В., Орлов А.Н., Фионова Л.К. Границы зерен в чистых материалах. М.: Наука, 1987. 157 с.

Московский государственный университет
им. М.В.Ломоносова

Поступило в Редакцию
28 сентября 1993 г.

