

УДК 548.4
© 1992

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИРОДЫ ИСТОЧНИКОВ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ПЕТЕЛЬ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКЦИОННОЙ ТОПОГРАФИИ

А. Л. Трайнин, И. Л. Шульпина

Проанализированы возможности и сформулировано правило определения природы источников дислокационных петель методами рентгеновской топографии, прежде всего — методом Ланга. На примере больших скользящих петель, генерированных микродефектами А-типа в процессе выращивания монокристаллов кремния, показано, что в определенных условиях съемки на основе анализа черно-белой цветности контраста петель возможно определение знака их вектора Бюргерса. Он характеризует природу источника петель, если известен механизм образования и есть уверенность в том, что петли не изменили своего исходного вектора Бюргерса.

В серии работ [1–3] было показано, что в определенных условиях съемки кристаллов однокристалльными методами рентгеновской топографии на основе анализа контраста изображения дислокаций несоответствия в эпитаксиальных структурах возможно определение знака их вектора Бюргерса.

В [4,5] эти возможности были распространены на большие скользящие гексагональные дислокационные петли (БСГП), генерированные микродефектами А-типа в процессе выращивания монокристаллов кремния методом бестигельной зонной плавки, с тем, чтобы уточнить природу микродефектов. Съемка кристаллов производилась по методу аномального прохождения рентгеновских лучей, обладающему чувствительностью к знаку деформации кристаллической решетки, что выражается в черно-белой цветности контраста изображения дефектов у поверхности выхода рентгеновских лучей. На основании изучения закономерностей изменения контраста сегментов петель, расположенных определенным образом относительно поверхности выхода рентгеновских лучей, было сформулировано правило определения знаков вектора Бюргерса скользящих дислокационных петель и показано, что А-микродефекты, представляющие собой, по данным электронной микроскопии [6–10], единичные призматические петли или их скопления, должны иметь межузельную природу.

При этом авторы исходили из известного положения теории дислокаций о том, что призматические петли могут в определенных условиях стать источниками скользящих петель по механизму Франка—Рида [11,12]. Скользящие дислокации, образованные выгибанием призматической петли под действием внутренних напряжений, имеют тот же вектор Бюргерса, что и исходная призматическая петля, и лежат в некомпланарных с нею плоскостях [11]. На топограммах просматривалась связанность БСГП с генерировавшими их А-дефектами. Видимость А-дефектов обуславливалась декорированием остаточными примесями во время выращивания кристалла [4].

В настоящее время межузельная природа микродефектов А-типа в бестигельном кремнии не вызывает сомнений [10]. Однако, учитывая общую ценность

неразрушающего определения природы источников дислокаций по контрасту испущенных ими дислокационных петель, в настоящей статье анализируются возможности в этой области самого распространенного метода рентгеновской топографии — метода Ланга.

Основой анализа служит набор топограмм с того же кристалла, что и в [4, 5], полученных в MoK_α -излучении в условиях, что для отражений $\pm(220) \mu t \gg 1$ (μ — линейный коэффициент поглощения рентгеновских лучей, t — толщина кристалла вдоль хода лучей).

Наиболее удобной для анализа контраста является средняя дислокационная группа в верхней части топограмм 1—4 рис. 2 и схематически представленная на рис. 1, 3. У петель этой группы имеются по два винтовых сегмента, пересекающих поверхность выхода рентгеновских лучей.

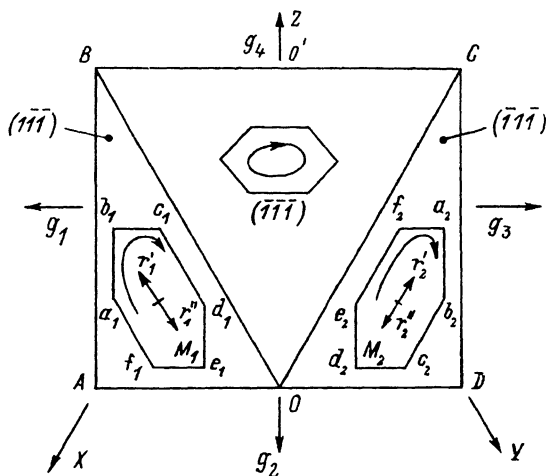


Рис. 1. Проекция трех нижних плоскостей октаэдра на плоскость рисунка, соответствующую ориентации образца, и схема БСГП и их источника — призматической петли (А-дефекта).

Рассмотрим винтовые сегменты a_1e_1 и d_1e_1 , принадлежащие БСГП $a_1b_1c_1d_1e_1f_1$ (рис. 1, 3). Как у любой петли, эти два параллельных сегмента являются разнознаковыми в том смысле, что при одних и тех же знаке вектора Бюргерса и направлении обхода петли¹ они имеют противоположные направления. На топограмме 1 эта разнозначность наблюдается в виде противоположного контраста сегментов — черного и белого — в условиях, что оба сегмента параллельны отражающим плоскостям.

Изображение каждого сегмента представляет собой конус, имеющий более сильный контраст, чем фон топограммы, и ослабевающий и уширяющийся с глубиной залегания сегмента в кристалле. При изменении знака вектора дифракции g с $[2\bar{2}0]$ на $[\bar{2}20]$ изображения обоих сегментов претерпевают инверсию контраста (рис. 2, 3): сегмент a_1b_1 становится белым, а d_1e_1 — черным.²

Рассмотрим теперь разнознаковые винтовые сегменты d_2e_2 и a_2b_2 БСГП $a_2 \dots f_2$. На топограмме 1 сегмент d_2e_2 имеет черный контраст, а сегмент a_2b_2 — белый. При изменении знака вектора дифракции изображения этих сегментов также претерпевают инверсию контраста (рис. 2, 3). С другой стороны, видно, что тип контраста сегментов a_1b_1 и d_2e_2 , принадлежащих двум различным плоскостям скольжения $(1\bar{1}\bar{1})$ и

¹ Как и в [5], условимся обходить контур любой петли по часовой стрелке. Контраст приведенных топограмм позитивный.

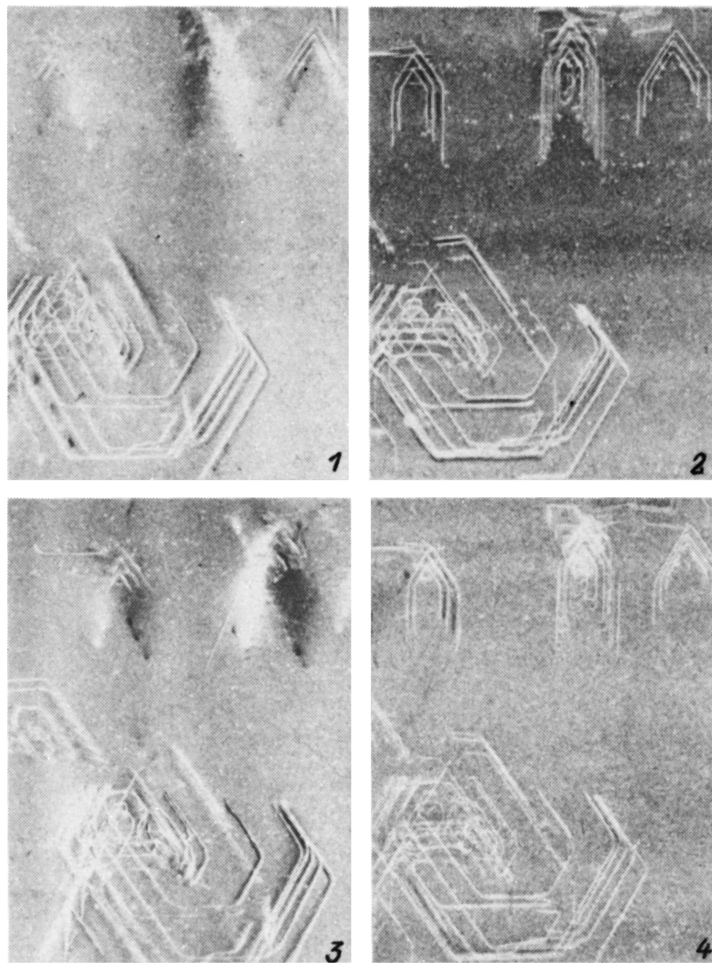


Рис. 2. Набор топограмм к схеме на рис. 1.

$g_1 = [2\bar{2}0]$, $g_2 = [11\bar{1}]$, $g_3 = [\bar{2}20]$, $g_4 = [\bar{1}\bar{1}1]$ — векторы дифракции для топограмм 2.1—2.4 соответственно.

($\bar{1}\bar{1}$), но симметричным относительно отражающей плоскости $\pm(2\bar{2}0)$, одинаков: черный на топограмме 1 и белый на топограмме 3. Общим же у них, кроме параллельности, является одинаковое направление, задаваемое обходом петель по часовой стрелке.

Таковыми же свойствами обладают и сегменты d_1e_1 и a_2b_2 , также принадлежащие двум различным плоскостям скольжения ($1\bar{1}\bar{1}$) и ($\bar{1}\bar{1}1$) соответственно. Кроме того, из рис. 1, 2 видно, что линия векторов Бюргерса петель $a_1 \dots f_1$ и $a_2 \dots f_2$, лежащих в разных наклонных плоскостях ($1\bar{1}\bar{1}$) и ($\bar{1}\bar{1}1$), одна и та же $\pm[110]$. Более того, внимательное рассмотрение топограмм показывает, что источник (A-дефект) у этих двух наборов БСГП один.

В [5] было показано, что векторы Бюргерса БСГП, испущенных A-дефектами, положительны, т. е. проекции их на ось роста (совпадающую с внешней нормалью к поверхности выхода рентгеновских лучей) в образцах, вырезанных по плоскости роста, положительны (направлены к наблюдателю). Этот результат был получен для поперечных сечений кристаллов, выращенных в направлениях $[001]$ и $[111]$. Естественно предполагать, что и при иных ориентациях образцов, как например

Рис. 3. Схематическое изображение области среднего дислокационного образования в верхней части топограмм 2.1—2.4.

Сегменты $f_2 a_2'$ расположены в нижней части топограмм.

продольной (112) в данном случае, проявляется та же закономерность, определяющаяся природой источника.³

Отметим также, что призматические петли, из которых состоят А-дефекты, могут залегать не только в плоскостях {111}, но и в плоскостях {110} [10]. Рассмотрим сначала плоскости {111}. Из всех возможных плоскостей на схеме рис. 1 призматические петли могут лежать в трех плоскостях: BCO (III), AOD и $BO'C \pm (\bar{1}\bar{1}1)$, так как рассматриваются только нижние плоскости октаэдра. Однако две последние перпендикулярны поверхности образца и проектируются в линию. Понятие направления обхода контура призматической петли в них теряет смысл, и эти плоскости исключаются из рассмотрения. Что касается призматической петли, расположенной в (III), то в том случае, если она межзельная, ее вектору Бюргера мы обязаны приписать индексы [110], а если вакансионная — то [110].

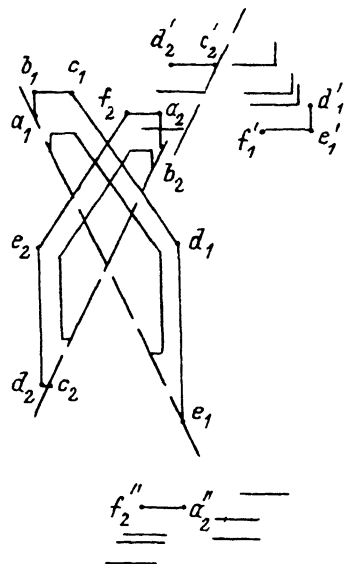
Как уже говорилось, межзельная природа микродефектов А-типа доказана как электронно-микроскопическими [6–10], так и рентгенотопографическими [4, 5] исследованиями. В этом случае векторное произведение $[n \times b]$ для любого сегмента петли направлено внутрь цилиндрической поверхности, построенной на контуре петли (рис. 2 в [5]).

В случае, когда А-дефекты лежат в плоскостях {110}, определенная нами линия вектора Бюргера сразу указывает на конкретную плоскость (110), т. е. нижнюю, перпендикулярную к которой она является. Построение $[n \times b]$ приводит к вышеуказанному выводу — А-дефект межзельной природы. Рассмотрение других плоскостей {110} результата не меняет.

Таким образом, для метода Ланга можно сформулировать правило определения природы микродефектов, которое однозначно связывает между собой 1) направление вектора дифракции g , при котором винтовой сегмент БСГП параллелен отражающей плоскости, лежит под углом к поверхности выхода рентгеновских лучей и пересекает ее, 2) направление единичного вектора n , касательного винтовому сегменту и задающегося по часовой стрелке при обходе контура БСГП (или его проекции на плоскость топограммы), 3) тип контраста сегмента — черный или белый относительно фона, 4) природу дефекта — источника БСГП, и которое выражается следующим образом.

1. Если векторное произведение $[n \times g]$ винтового сегмента БСГП или проекция $[n \times g]$ на нормаль к поверхности выхода рентгеновских лучей положительны, т. е. направлены к наблюдателю (отрицательны, т. е. от наблюдателя), и контраст винтового сегмента БСГП, лежащего в отражающей плоскости под углом к поверхности выхода лучей и пересекающего ее, черный (белый), то источник межзельной природы.

2. Если векторное произведение $[n \times g]$ винтового сегмента БСГП или проекция $[n \times g]$ на нормаль к поверхности выхода лучей положительны (отрица-



³ Для продольных сечений кристалла не все нижние плоскости октаэдра являются эквивалентными по отношению к оси роста, и поэтому вопрос требует отдельного анализа. Мы не приводим анализ, так как в данном конкретном случае он не влияет на конечный результат.

тельные) и контраст винтового сегмента, лежащего в отражающей плоскости под углом к поверхности выхода лучей и пересекающего ее, белый (черный), то источник вакансионной природы.

Правило сформулировано для однократной печати негатива, т. е. для позитивного контраста на топограммах Ланга.

При помощи рассуждений, аналогичных вышеприведенным и примененных к 60-градусным сегментам d_2c_2 и f_2a_2 , у которых в отражениях $\pm(2\bar{2}0)$ наблюдаются только розетки контраста вблизи точек выхода сегментов на поверхность кристалла, можно сформулировать еще одно правило определения природы источника, предварительно определив некоторый единичный вектор g , исходящий из центра БСГП и задаваемый векторным произведением единичного вектора p данного 60-градусного сегмента и единичного вектора внешней нормали к нижней плоскости (111), в которой залегает БСГП, содержащая данный сегмент. Правило выражается следующим образом.

1. Если скалярное произведение $(g|g)$ положительно (отрицательно) и контраст точки пересечения 60-градусного сегмента с поверхностью выхода лучей белый (черный), то вектор Бюргерса сегмента или проекция его на нормаль к поверхности выхода лучей положительны, а природа источника межузельная.

2. Если скалярное произведение $(g|g)$ положительно (отрицательно) и контраст точки пересечения 60-градусного сегмента с поверхностью выхода лучей черный (белый), то знак вектора Бюргерса сегмента или проекции его на нормаль к поверхности выхода лучей отрицательны, а природа источника вакансионная.

Отметим два важных обстоятельства, которые надо иметь в виду при использовании правила.

1. По-видимому, правило может быть распространено на любые источники БСГП (т. е. не только дислокационной природы) при том условии, что известен механизм генерации БСГП и имеется уверенность в том, что БСГП не изменили своего исходного вектора Бюргерса (например, в результате взаимодействия с другими дефектами). В случае скользящих петель, генерированных микродефектами А-типа в процессе выращивания кристаллов, основанием для такой уверенности могут служить связанность петель с микродефектами и один и тот же знак вектора Бюргерса петель.

2. Поскольку анализ контраста петель основан на тонких эффектах его формирования вблизи поверхности выхода рентгеновских лучей, следует обращать внимание на строгое выполнение дифракционных условий съемки кристаллов. Наши исследования показывают, что для слабопоглощающих кристаллов типа кремния данное правило выполняется при достижении определенного уровня поглощения, который на практике легко характеризовать величиной $\mu t \gg 1$. При $\mu t < 1$ оно не выполняется, так как в этом случае не наблюдается отчетливой цветности контраста. Данное ограничение универсально, т. е. применимо ко всем однокристалльным методам рентгеновской топографии: Ланга, аномального прохождения рентгеновских лучей, Берга—Баретта—Ньюкирка.

Список литературы

- [1] Трайнин А. Л., Шейхет Э. Г. // Материалы IV совещания по динамическим эффектам рассеяния рентгеновских лучей и электронов. Л., 1977. С. 79—83.
- [2] Трайнин А. Л., Шейхет Э. Г. // Металлофизика. 1978. Т. 73. С. 70—74.
- [3] Аргунова Т. С., Рувимов С. С., Шульпина И. Л. // ФТТ. 1986. Т. 28. № 4. С. 1052—1057.
- [4] Шейхет Э. Г., Трайнин А. Л., Неймарк К. Н., Фалькевич Э. С. // ФТТ. 1977. Т. 19. № 8. С. 1515—1518.
- [5] Трайнин А. Л., Шейхет Э. Г. // ФТТ. 1979. Т. 21. № 1. С. 161—166.
- [6] Bernewitz L. J., Kolbesen B. O., Mayer K. R., Schuh G. E. // Appl. Phys. Lett. 1974. V. 25. N 5. P. 277—279.
- [7] Petroff P. M., de Kock A. J. R. // J. Cryst. Growth. 1975. V. 30. N 1. P. 117—124.
- [8] Föll H., Kolbesen B. O. // J. Appl. Phys. 1975. V. 8. N 4. P. 319—331.
- [9] Petroff P. M., de Kock A. J. R. // J. Cryst. Growth. 1976. V. 35. N 3. P. 345—347.

- [10] Ситникова А. А., Сорокин Л. М., Таланин И. Е. и др. // ФТТ. 1986. Т. 28. № 6. С. 1829—1833.
[11] Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций: Пер. с англ. М.: Атомиздат, 1972. 599 с.
[12] Matsui J. // J. Electrochem. Soc. 1975. V. 122. N 7. P. 977—983.

Физико-технический институт РАН
им. А. Ф. Иоффе
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию
27 мая 1991 г.

